(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 178 293**
A2

(12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **85890247.1**

(22) Anmeldetag: **07.10.85**

(51) Int. Cl.⁴: **D 01 F 2/00**, D 01 D 5/06

(30) Priorität: **09.10.84 AT 3201/84**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: **16.04.86**
Patentblatt 86/16

(84) Benannte Vertragsstaaten: **DE FR GB IT SE**

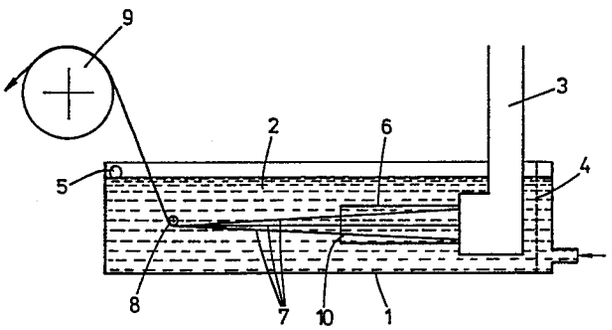
(71) Anmelder: **Lenzing Aktiengesellschaft, A-4860 Lenzing (AT)**

(72) Erfinder: **Jeszenszky, Thomas, Dipl.-Chem. Ing., Hauptstrasse 28, A-4862 Kammer (AT)**
Erfinder: **Griesser, Herbert, Dr., Stadtplatz 22a, A-4840 Vöcklabruck (AT)**
Erfinder: **Weinrotter, Klaus, Dr., Edisonstrasse 3, A-4840 Vöcklabruck (AT)**
Erfinder: **Jurkowitsch, Raimund, Hauptstrasse 27, A-4860 Lenzing (AT)**

(74) Vertreter: **Wolfram, Gustav, Dipl.-Ing., Schwindgasse 7 P.O. Box 205, A-1041 Wien (AT)**

(54) Verfahren zur Herstellung von Cellulosefäden bzw. -fasern sowie Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

(57) Bei dem Verfahren wird eine Lösung von Cellulose in DMA und/oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon und LiCl durch Spinndüsen in ein Fällbad gepresst und die dabei gebildeten Fäden werden nach Durchzug durch das Fällbad verstreckt. Um Fasern von guter Reissfestigkeit und gleichzeitig ausreichender Dehnung unter Verwendung auch wässeriger Fällbäder zur Koagulation und Rekonstitution der Cellulose herzustellen, wird im Fällbad eine entlang der Durchzugsstrekke der Fäden ansteigende Konzentration an Fällmittel vorgesehen und die aus dem Fällbad abgezogenen Fäden werden im Anschluss an ihre Verstreckung einer Nachbehandlung in einem Laugenbad unterworfen. Zur Durchführung des Verfahrens ist an einer in das Fällbad (2) eintauchenden, Spinndüsen aufweisenden Spinnpfeife (3) ein die Spinndüsen umgebendes Rohr (6) angesetzt, welches lediglich zur Fällbadseite hin offen ist.

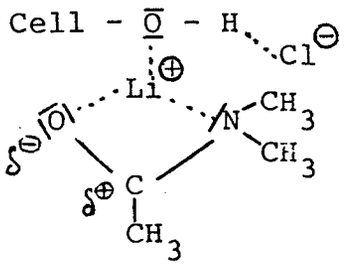


EP 0 178 293 A2

Verfahren zur Herstellung von Cellulosefäden bzw. -fasern sowie Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Cellulosefäden bzw. -fasern aus einer Lösung von Cellulose in Dimethylacetamid (DMA) und/oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon und Lithiumchlorid durch Naßspinnen, wobei die Celluloselösung durch Spinndüsen gepreßt, die dabei gebildeten Fäden durch ein Fällbad gezogen und anschließend verstreckt werden, sowie eine Einrichtung zum Naßspinnen von Celluloselösungen zur Durchführung des Verfahrens.

Ein Verfahren dieser Art ist in der AT-B - 372.412 beschrieben. Beim Lösen von Cellulose in dem angegebenen System findet keine Derivatisierung statt, sondern beispielsweise in DMA wird das Vorliegen des folgenden Solvatkomplexes angenommen:



Es hat sich herausgestellt, daß die textilen Eigenschaften von aus solchen Lösungen hergestellten Fäden bzw. Fasern - insbesondere beim Verspinnen der Lösungen in wässerige Fällbäder - im Vergleich zu den Eigenschaften von beispielsweise nach dem herkömmlichen Viskoseprozeß erhaltenen cellulosischen Fäden keineswegs befriedigend sind.

Der Viskoseprozeß weist zwar die Vorteile eines ausgereiften Verfahrens, nämlich derzeit noch relativ billige Ausgangschemikalien und Flexibilität, d.h. die Möglichkeit,

mit geringen Änderungen der Verfahrensparameter eine breite Palette von Faserqualitäten für verschiedene Anwendungen zu erzeugen, jedoch auch gravierende Nachteile, welche zunehmend schwerer ins Gewicht fallen, auf. So ist die Herstellung der Spinnlösungen vielstufig und aufwendig, weiters ergeben sich Probleme bei der Chemikalienrückgewinnung sowie hinsichtlich des Umweltschutzes.

Aus diesen Gründen ist die Forschung schon seit geraumer Zeit bemüht, ökonomische und umweltschonende Alternativmethoden zur Herstellung von cellulosischen Fasern zu entwickeln.

Die Erfindung stellt sich daher die Aufgabe, die mit dem eingangs definierten Verfahren verbundenen Nachteile hinsichtlich der erzielbaren Fasereigenschaften zu beseitigen und ein betriebssicheres Verfahren sowie eine dafür geeignete Naßspinneinrichtung zu schaffen, womit Fäden bzw. Fasern von guter Reißfestigkeit und gleichzeitig ausreichender Dehnung hergestellt werden können.

Eine weitere wichtige Zielsetzung der Erfindung besteht darin, auch wässerige Fällbäder zur Koagulation und Rekonstitution der Cellulose verwenden zu können.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß im Fällbad eine entlang der Durchzugsstrecke der Fäden ansteigende Konzentration an Fällmittel vorgesehen wird und die aus dem Fällbad abgezogenen Fäden im Anschluß an ihre Verstreckung einer Nachbehandlung in einem Laugenbad unterworfen werden.

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß die Eigenschaften der Fäden bzw. Fasern umso besser ausfallen, je langsamer die Fadenbildung - d.h. die Koagulation und Rekonstitution der Cellulose - erfolgt.

Als Fällmittel kommen beispielsweise organische Lösungsmittel, wie niedrige Alkohole, Pyridin, Acetonitril, Tetrahydrofuran oder - gegebenenfalls auch Wasser enthaltende - Mischungen derselben in Frage.

Durch das Fällbad wird gleichzeitig mit der Koagulation eine Rekonstitution der Cellulose bewirkt, u.zw. umso schneller, je polarer das Fällmittel ist. Nach dem üblichen Naßspinnverfahren unter Verwendung eines wässerigen Fällbades aus der Celluloselösung ersponnene Fäden weisen deswegen schlechtere textile Daten als z.B. mit Acetonitril- oder Alkoholbädern erhaltene Fäden, nämlich mäßige Reißfestigkeit kond., sehr geringe Bruchdehnung und schlechte Naßfestigkeit, auf. Außerdem ist das Faserkabel nach Koagulation der Cellulose mit Wasser auf herkömmliche Weise maximal um 10 % verstreckbar, während bei Einsatz von Bädern mit organischen Lösungsmitteln das Faserkabel viel stärker verstreckt werden kann.

Infolge des relativ schlechten Lösevermögens der organischen Lösungsmittel für Lithiumchlorid ist allerdings der Lösungsmittelbedarf zur Auswaschung des Salzes aus den Fäden sehr hoch. Darüber hinaus muß zur Rückgewinnung der Lösungsmittel eine vollständige Kreislaufführung des Fäll- bzw. Spinnbades vorgesehen sein.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wird als Fällmittel vorzugsweise Wasser eingesetzt, wobei Produkte mit textilen Daten resultieren, die zumindest gleich gut sind wie jene von Fasern, welche nach der AT-B - 372.412 durch Verspinnen einer DMA-LiCl-Cellulose-Lösung in Acetonitril ohne Vorsehen eines Konzentrationsgradienten erhalten wurden.

Textile Fasern, die beispielsweise nach dem 3-Zylinderspinnverfahren verarbeitet werden sollen, müssen nämlich

eine Mindestdehnung von 10 % aufweisen, außerdem ist eine Reißfestigkeit über 25 cN/tex wünschenswert.

Der Einsatz von Wasser als Fällmittel bietet den zusätzlichen Vorteil, daß das anfallende, DMA und/oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon sowie LiCl gelöst enthaltende Fällbad direkt wieder zur notwendigen Aktivierung der Cellulose verwendet werden kann. Ohne vorherige Aktivierung löst sich Cellulose in den Lithiumchlorid-hältigen Systemen erst bei Temperaturen ab etwa 150°C, wobei allerdings bereits ein starker Abbau der Cellulose erfolgt und dementsprechend der Durchschnittspolymerisationsgrad (DP) der Cellulose drastisch reduziert wird. Darüber hinaus sind so erhaltene Lösungen stark verfärbt und zur Weiterverarbeitung zu geformten Produkten ungeeignet. Zur Aktivierung der Cellulose werden in der AT-B - 372.412 verschiedene Methoden angeführt, u.zw.:

- Erhitzen von Cellulose in DMA oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon unter Rückfluß, wobei das Amid einen ausreichend hohen Dampfdruck besitzt, in die Faserkapillaren einzudringen. Die Lithiumchloridzugabe erfolgt dann bei Temperaturen, bei denen keine merkliche DP-Verringerung stattfindet,
- Aktivierung mit Wasser, worauf das Wasser durch Dimethylacetamid bzw. 1-Methyl-2-pyrrolidinon verdrängt wird (Lösungsmittelaustausch); diese Aktivierung kann auch durch Einsatz von Wasserdampf erfolgen, worauf gleichfalls Lösungsmittelaustausch stattfindet,
- Aktivierung in einem Gemisch aus DMA, Wasser und LiCl, worauf die Entfernung des Wassers durch fraktionierte Destillation erfolgt,
- Imprägnierung der Cellulose mit flüssigem Ammoniak und nachfolgende Verdrängung des Ammoniaks durch das Amid.

Die Aufarbeitung des Fällbades erfolgt durch Rektifika-

tion, wobei das Wasser abgetrennt wird. LiCl kann aus dem Sumpfprodukt durch Kristallisation gewonnen werden oder die Lösung von LiCl in DMA und/oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon kann unmittelbar wieder zur Bereitung der Spinnlösung verwendet werden.

Das Fällbad kann zur Beeinflußung der Fasereigenschaften schon von vornherein einen gewissen Anteil an DMA oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon sowie LiCl enthalten. Wollte man bei der üblichen Fällbadführung eine langsamere Fadenbildung durch Erhöhung des Gehaltes des Fällbades an diesen Komponenten erzwingen, so scheitert ein solcher Versuch daran, daß bei zu hohen Konzentrationen an Amid und LiCl die Wirkung des Fällmittels nicht mehr ausreicht und eine Verschlechterung des Spinnbildes durch Faserrisse und Verklebungen des Faserkabels mit dem Abzugsorgan eintritt.

Die höchstmögliche Konzentration an Amid und LiCl im Fällbad ist bei herkömmlicher Fällbadführung abhängig von der Cellulosekonzentration in der Spinnlösung und der Temperatur des Fällbades. Eine Abkühlung des Fällbades führt ebenfalls zu einer Verzögerung der Rekonstitution der Cellulose und damit zu einer Verminderung der maximal anwendbaren Amid-Konzentration im Fällbad. Bei Spinnlösungen mit hoher Cellulosekonzentration kann ein höherer Amid-Gehalt im Spinnbad eingestellt werden, da die Cellulose aus Lösungen mit Cellulosegehalten von ca. 10 % Masse leichter ausgefällt wird. Die maximale DMA-Konzentration im Fällbad für das Verspinnen einer 8 massen%igen Cellulose-lösung (7 Massen% LiCl, 85 Massen% DMA) bei 20°C Fällbadtemperatur beträgt ca. 70 Massen%.

Auch eine Hintereinanderschaltung von Fällbädern mit abnehmender Konzentration an Amid ist wegen der geschilderten Konsistenz der hochgequollenen Gelfäden, wie sie in Bädern mit hohen Amid- und LiCl-Gehalten anfallen, nicht

zielführend.

Wird erfindungsgemäß eine ansteigende Konzentration an Fällmittel entlang der Durchzugsstrecke der Fäden durch das Fällbad vorgesehen, so erhöht sich die Verstreckbarkeit der Fäden nach dem Verspinnen in ein wässeriges Fällbad auf über 40 % gegenüber weniger als 10 % bei üblicher Fällbadführung. Damit ist vor allem eine Verbesserung der Reißfestigkeit der Fäden, sowohl im konditionierten als auch im naßen Zustand, verbunden.

Die Verstreckung der Fäden erfolgt in einem Zweitbad (Luft, Heißwasser, Mischung Amid/Wasser). Die Dehnung kond. der erhaltenen Fäden beträgt allerdings nur 5 und 7 %. Ohne Verstreckung im Zweitbad und nur über Verzug im Fällbad sind zwar höhere Dehnungen $>$ 10 % möglich, allerdings auf Kosten der Faserfestigkeit. Wie bereits erläutert, sind Dehnungswerte unter 10 % für textile Anwendungen zu gering. Eine Anhebung der Dehnung ohne nennenswerten Verlust an Faserfestigkeit kond. wird durch die erfindungsgemäße Nachbehandlung der Fäden in einem Laugenbad erreicht.

Die ansteigende Konzentration an Fällmittel wird besonders zweckmäßig durch ein die Spinndüsen umgebendes, fällbadseitig offenes Rohr eingestellt.

Unmittelbar nach Verlassen der Spinndüsen führt das aus der Spinnlösung freigesetzte Amid und LiCl zu einer starken Anreicherung des innerhalb des Rohres befindlichen Fällbadanteiles mit diesen Komponenten, wobei sich über die Rohrlänge ein Konzentrationsgradient ausbildet. Die Konzentration des Bades an Fällmittel nimmt zum offenen Rohrende hin zu und gleicht dort nahezu der im umgebenden Fällbad herrschenden Konzentration. Bei der üblichen Spinnbadführung wird im Gegensatz dazu getrachtet, die in

der Spinnlösung enthaltenen Lösungskomponenten möglichst schnell abzuführen und dementsprechend rasche Fadenbildung zu bewirken.

Im Bereich unmittelbar nach den Spinndüsen können erfindungsgemäß weit höhere Amid-Konzentrationen als 70 Massen% eingestellt werden, ohne daß Einbußen an Spinnsicherheit festgestellt werden. In den darauffolgenden Zonen und nach ihrem Austritt durch das offene Rohrende in das umgebende Fällbad können sich die zunächst hochgequollenen Gelfäden bei zunehmend höheren Konzentrationen an Fällmittel kontinuierlich verfestigen, so daß es zu keinem Festkleben an den Abzugsorganen kommt.

Bei gleicher Fällbadzusammensetzung wird die Faserfestigkeit sowohl kond. als auch naß durch den erfindungsgemäß eingestellten Konzentrationsgradienten um 10 bis 20 % gegenüber der üblichen Spinnbadführung angehoben. Bei Einsatz von reinem Wasser als Fällbad ist sogar eine Erhöhung der Reißfestigkeit kond. um ca. 35 % möglich.

Die Nachbehandlung der verstreckten Fäden wird vorteilhaft in einer wässerigen Lösung von Alkalimetallhydroxid oder in flüssigem Ammoniak vorgenommen.

Besonders bevorzugt wird die Nachbehandlung in einer Lösung mit einer Konzentration von 2 bis 8 Massen% an Alkalimetallhydroxid bei Temperaturen zwischen 10 und 100°C und einer Verweilzeit bis 20 min durchgeführt.

Behandlungen von cellulosischen Fäden und Geweben mit konzentrierten Lösungen von Alkalimetallhydroxid oder mit organischen Basen - meist unter Spannung - sind als Merzerisierung zum Hervorbringen permanenter Veredelungseffekte, wie Glanz und erhöhte Farbstoffaufnahme bekannt. Dabei gelangt jedoch im allgemeinen Natronlauge in Konzentratio-

nen von 26 bis 30 Massen% NaOH zum Einsatz. Werden beispielsweise Viskosefäden einer solchen Behandlung unterzogen, so nimmt deren Festigkeit kond. und deren Naßfestigkeit deutlich ab, ihr Naßmodul wird vermindert; nur die Schlingenfestigkeit nimmt zu.

Bei der erfindungsgemäßen Nachbehandlung von aus dem Lösungsmittelsystem DMA und/oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon und LiCl ersponnenen Fäden hat sich überraschenderweise herausgestellt, daß deren Dehnung um bis zu 100 % bei nur sehr geringen Festigkeitseinbußen zunimmt. Je höher die Konzentration an Alkalimetallhydroxid ist, desto größer wird der Gewichtsverlust der Fäden als Folge herausgelöster niedermolekularer Celluloseanteile. Das Lösevermögen von wässeriger NaOH erreicht bei 12,5 Massen% ein Maximum. Darüber hinaus verursachen höherkonzentrierte wässerige Laugen auch unnötig große Festigkeitsverluste der Fasern.

Wird anstelle von Natronlauge Kalilauge verwendet, kann der Gewichtsverlust der Fäden durch die geringere Lösekraft der Kalilauge noch kleiner gehalten werden.

Wesentlich ist auch eine gute Wäsche der Fäden vor der Nachbehandlung, da insbesondere in einem höher temperierten wässerigen Laugenbad noch an den Fäden haftendes DMA oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon gespalten wird und somit für die Rückgewinnung verloren geht.

Im Anschluß an die Nachbehandlung werden die Fäden abgepreßt, gewaschen, gegebenenfalls geschnitten, mit einer bekannten Ausrüstung aviviert und getrocknet.

Die erfindungsgemäße Einrichtung zum Naßspinnen mit einer in ein Fällbad eintauchenden, Spinndüsen aufweisenden Spinnpeife ist dadurch gekennzeichnet, daß an die Spinnpfeife ein die Spinndüsen umgebendes Rohr angesetzt ist,

welches lediglich zur Fällbadseite hin offen ist.

Der Konzentrationsverlauf der Spinnlösungskomponenten bzw. des Fällmittels entlang der Durchzugsstrecke der Fäden im Inneren des Rohres kann durch Variation der Länge und/oder des Querschnittes des Rohres und der Zusammensetzung des im Kreis geführten, zugespeisten Fällbades verändert werden. Je länger das Rohr ausgelegt ist und je geringer dessen Querschnitt ist, desto höher stellt sich der Gehalt des Fällbades im Rohr an Amid und LiCl ein. Im Bereich unmittelbar nach den Spinndüsen ist dieser Gehalt immer am höchsten.

Die Querschnittsform des Rohres ist beliebig und wird durch die Verteilung und Zahl der Spinndüsen auf der Spinnpfeife bestimmt. In den meisten Fällen gelangen Rohre mit kreisförmigem Querschnitt zum Einsatz.

Nach einer vorteilhaften Ausführungsform weist das an die Spinnpfeife angesetzte Rohr an der Innenseite periphere bzw. ringförmige Einbauten zur Bildung einer Anzahl von hintereinander liegenden Kammerabschnitten auf.

Diese Einbauten behindern den freien Durchzug der Fäden durch das Fällbad in keiner Weise, verhindern jedoch noch wirksamer eine zu schnelle Vermischung des innerhalb des Rohres befindlichen Fällbadteiles durch das offene Ende des Rohres mit dem umgebenden Fällbad und gewährleisten so die Ausbildung und Aufrechterhaltung eines bestimmten Konzentrationsgradienten während des gesamten Spinnvorganges.

Zur Bildung von Fäden mit abgeflachtem Querschnitt - sogenannten Bändchen - sind die Spinndüsen nach einer weiteren zweckmäßigen Ausführungsform schlitzförmig ausgebildet.

Die Erfindung wird im folgenden anhand der Zeichnung und der Beispiele noch näher erläutert. Soweit nicht anders definiert, bedeuten alle Prozentangaben Massen%.

Fig. 1 zeigt schematisch eine Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Einrichtung zum Naßspinnen mit einem die Spinndüsen umgebenden Rohr. In Fig. 2 ist ein mit Einbauten ausgestattetes Rohr, welches Bestandteil einer erfindungsgemäßen Einrichtung ist, vergrößert und im Schnitt dargestellt.

Nach Fig. 1 befindet sich in einer Spinnwanne 1 das Fällbad 2. Die Fällmittel-hältige Flüssigkeit tritt hinter der Spinnpfeife 3 durch eine Lochplatte 4 in die Spinnwanne 1 ein und verläßt die Spinnwanne 1 durch den Überlauf 5. In die Düsenverschraubung der Spinnpfeife 3 sind nicht dargestellte Düsenhütchen mit Spinndüsen eingesetzt. An die Spinnpfeife ist ein die Spinndüsen umgebendes, fällbadseitig offenes Rohr 6 mit variabler Länge angesetzt. Die Spinnlösung gelangt aus der Spinnpfeife 3 durch die Spinndüsen zunächst in die vom Rohr 6 umgebene Zone des Fällbades 2, wobei Fäden 7 gebildet werden, welche zu einem Fadenkabel zusammengefaßt über einen Fadenführer 8 von der Galette 9 abgezogen werden. Von der Galette 9 wird das Fadenkabel einem nicht gezeigten Gas- oder Flüssigkeitsbad zugeführt, wo die Verstreckung stattfindet.

Der Abzug des Fadenkabels darf durch das Rohr 6 selbstverständlich nicht behindert werden.

Mit dem Eintrag von DMA und/oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon sowie LiCl durch die Spinnlösung wird die Konzentration dieser Lösungskomponenten im Rohr 6 angehoben, es kommt zur Ausbildung eines Konzentrationsgradienten von den Düsen zum offenen Ende 10 des Rohres 6, da erst dort eine gründlichere Vermischung mit dem in der Wanne befindlichen

Hauptteil des Fällbades 2 stattfindet.

Das Rohr 6 gemäß Fig. 2 ist im wesentlichen zylindrisch und weist an seiner Innenseite periphere bzw. ringförmige Einbauten 11 auf. Zusätzlich zur Länge und zum Durchmesser des Rohres 6 kann bei dieser Ausgestaltung auch die Anzahl und der Innendurchmesser der Einbauten 11 variiert werden. Es hat sich als besonders zweckmäßig erwiesen, die lochblendenartigen Einbauten 11 mit kontinuierlich zum offenen Ende 10 des Rohres 6 hin abnehmendem Innendurchmesser vorzusehen, so daß das meist steil kegelförmig zum Fadenführer 8 hin verlaufende Fadenkabel möglichst eng von den Einbauten 11 umgeben ist. Auch das offene Ende 10 des Rohres 6 hat einen entsprechend dem Verlauf des Fadenkabels geringeren Durchmesser als der zylindrische Hauptteil des Rohres 6. Durch die Einbauten 11 werden Kammerabschnitte gebildet, in denen die Konzentration an Fällmittel von den Spinndüsen in Richtung des offenen Rohrendes 10 ansteigt. Ein schneller Konzentrationsausgleich im Inneren des Rohres 6 durch Strömungsvorgänge ist durch diese Abschnittsbildung weitestgehend unterbunden.

Beispiel 1:

Eine Lösung von Sulfitzellstoff in LiCl und DMA wurde nach dem Wasser/Lösungsmittelaustausch-Aktivierverfahren hergestellt. Die Zusammensetzung der Lösung in Gewichtsteilen Cellulose/DMA/LiCl betrug 7/86/7. Der DP_{Cuen} der Cellulose betrug 440, die Viskosität der Lösung wurde mit einem Haake-Viscotester-Viskosimeter (VT 24, Meßsystem E 500, Drehzahlstufe 1) bestimmt, sie betrug 300 Pa.s bei 20°C. Die Spinnlösung wurde über eine Metallvliesfilterkerze (20 µm Porenweite) filtriert, in einem Dünnschichterhitzer auf 105°C erhitzt und über eine Spinnpfeife waagrecht in ein Fällbad versponnen. Die Spinnpfeife war mit vier Gold/Platin-Düsenhütchen à 1053 Loch und 0,06 mm Düsendurchmesser bestückt. Das Fällbad wurde hinter der Spinnpfeife aus

einer Lochplatte in einer Menge von 15 l/min mit einer Temperatur von 20°C zugespeist. An die Spinnpfeife konnten verschiedene Glaszylinder, Nennweite 6 cm, mit variabler Zylinderlänge nach der im Zusammenhang mit Fig. 1 beschriebenen Art angesetzt werden.

Der nach Erreichen des Gleichgewichtszustandes im Rohr ausgebildete Konzentrationsgradient war abhängig von der Zusammensetzung der Spinnlösung und von der Zusammensetzung des im Kreis geführten Fällbades.

Das Fadenkabel wurde mittels einer ersten Galette aus dem Fällbad abgezogen, mit einer zweiten Galette durch ein Verstreckbad geführt und auf einer Spulstelle aufgewickelt. Als Verstreckbad wurde Wasser von 92°C verwendet. Die Tauchstrecken betrugen im Fällbad 90 cm, im Verstreckbad 70 cm.

Das auf der Spule aufgewickelte Kabel wurde einmal durchgeschnitten, mit einem Bindfaden zusammengebunden, in Strangform gewaschen und nachbehandelt. Die Wäsche und Nachbehandlung wurde auch an Filamenten unter Spannung, jedoch ohne Verstrecken, durchgeführt. Die Wäsche erfolgte bei 65°C mit Wasser, dann wurde aviviert, der Überschuß an Ausrüstung durch Abquetschen oder Zentrifugieren entfernt und die Filamente wurden getrocknet.

Spinnbedingungen sowie Daten der jeweils erhaltenen Fasern sind in Tabelle I zusammengefaßt.

Tabelle I

Fällbadzusammensetzung	H_2O	H_2O	H_2O	40 % DMA/ 60 % H_2O	40 % DMA/ 60 % H_2O	70 % DMA/ 30 % H_2O
Rohrlänge [cm]	-	20	30	-	20	-
Austrittsgeschw.d. Spinnlsg. aus d.Düsen [m/min]	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50
1.Galette [m/min]	6,2	5,6	5,4	5,5	5,1	5,3
Verzug	1,38	1,24	1,20	1,22	1,13	1,18
2.Galette [m/min]	6,4	6,4	6,4	6,4	6,4	6,4
maximale Verstreckung -10% [%]	3,2	14,3	18,5	16,4	25,5	20,8
Gesamtverzug	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42
Titer [dtex]	1,84	1,88	1,82	1,92	1,82	1,79

Fortsetzung der Tabelle I

Fällbadzusammensetzung	H_2O	H_2O	H_2O	40 % DMA/ 60 % H_2O	40 % DMA/ 60 % H_2O	70 % DMA/ 30 % H_2O
FF_K /cN/tex/	19,8	24,0	26,5	25,7	29,2	27,2
FD_K /%/	6,8	6,6	6,3	6,3	6,1	6,0
FF_N /cN/tex/	7,9	13,0	13,6	12,6	16,3	14,4
FD_N /%/	10,8	12,0	11,6	11,9	9,9	11,2

FF_K: Faserfestigkeit konditioniert
FD_K: Faserdehnung konditioniert
FF_N: Faserfestigkeit naß
FD_N: Faserdehnung naß

Die Nachbehandlung der Fäden im Laugenbad erfolgte mit wässerigem Alkalimetallhydroxid verschiedener Konzentration und bei verschiedenen Temperaturen bzw. in flüssigem Ammoniak bei -33°C.

Die Behandlung wurde in Strangform vorgenommen, danach wurde mit Heißwasser gewaschen, aviviert und getrocknet.

Nachbehandlungsbedingungen sowie Faserdaten nach der Laugenbehandlung sind in Tabelle II zusammengestellt. Zum Vergleich sind die Daten einer nicht nachbehandelten Faser (Spinnbedingungen siehe Tabelle I, Fällbadzusammensetzung 40 % DMA, 60 % H_2O) angegeben.

Tabelle II

Nachbehandlung	Konzentration [%]	Temperatur [°C]	Dauer [min]	Titer [dtex]	FF_K [cN/tex]	FD_K [%]	FF_N [cN/tex]	FD_N [%]
-	-	-	-	1,82	29,2	6,1	16,3	9,9
NaOH	2	20	10	1,86	28,1	11,4	15,3	14,2
NaOH	5	60	10	1,89	27,9	12,5	15,4	14,7
NaOH	5	90	10	1,79	26,5	14,2	14,4	17,2
NaOH	22	20	0,5	1,75	24,5	14,8	13,5	21,0
KOH	5	40	5	1,84	28,0	11,9	14,8	15,0
NH_3	100	-33	5	1,89	27,0	13,8	14,5	16,1

0178293

Tabelle II zeigt, daß durch eine geeignete Nachbehandlung im Laugenbad die für textile Anwendungen zu geringen Faserdehnungen kond. von 5 bis 7 % ohne großen Festigkeitsverlust auf über 12 % angehoben werden können.

Beispiel 2:

Fasern, hergestellt nach Beispiel 1, wurden kontinuierlich mit wässerigem Alkalimetallhydroxid unter Spannung, jedoch ohne Verstreckung, nachbehandelt.

Danach wurde das Faserkabel in Strangform gewaschen, aviviert und getrocknet.

Behandlungsbedingungen sowie die erzielten Werte von Faserfestigkeit und -dehnung sind in Tabelle III zusammengestellt. Zum Vergleich sind wieder die Daten einer nicht nachbehandelten Faser (vgl. Tabelle II) eingetragen.

Tabelle III

Nachbehandlung	Konzentration [%]	Temperatur [°C]	Dauer [min]	Titer [dtex]	FF_K [cN/tex]	FD_K [%]	FF_N [cN/tex]	FD_N [%]
-	-	-	-	1,82	29,2	6,1	16,3	9,9
NaOH	2	20	3	1,92	28,3	10,5	15,4	13,9
NaOH	5	40	5	1,79	28,1	11,2	15,0	14,2
NaOH	5	60	5	1,83	27,9	12,0	14,8	14,3

0178293

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Cellulosefäden bzw. -fasern aus einer Lösung von Cellulose in Dimethylacetamid (DMA) und/oder 1-Methyl-2-pyrrolidinon und Lithiumchlorid durch Naßspinnen, wobei die Celluloselösung durch Spinndüsen gepreßt, die dabei gebildeten Fäden durch ein Fällbad gezogen und anschließend verstreckt werden, dadurch gekennzeichnet, daß im Fällbad eine entlang der Durchzugsstrecke der Fäden ansteigende Konzentration an Fällmittel vorgesehen wird und die aus dem Fällbad abgezogenen Fäden im Anschluß an ihre Verstreckung einer Nachbehandlung in einem Laugenbad unterworfen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die ansteigende Konzentration an Fällmittel durch ein die Spinndüsen umgebendes, fällbadseitig offenes Rohr eingestellt wird.

3. Verfahren nach einem oder beiden der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Fällmittel Wasser eingesetzt wird.

4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Nachbehandlung in einer wässerigen Lösung von Alkalimetallhydroxid oder in flüssigem Ammoniak vorgenommen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Nachbehandlung in einer Lösung mit einer Konzentration von 2 bis 8 Massen% an Alkalimetallhydroxid bei Temperaturen zwischen 10 und 100°C und einer Verweilzeit bis 20 min durchgeführt wird.

6. Einrichtung zum Naßspinnen von Celluloselösungen zur

Durchführung des Verfahrens nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, mit einer in ein Fällbad (2) eintauchenden, Spinndüsen aufweisenden Spinnpfeife (3), dadurch gekennzeichnet, daß an die Spinnpfeife (3) ein die Spinndüsen umgebendes Rohr (6) angesetzt ist, welches lediglich zur Fällbadseite hin offen ist.

7. Einrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das an die Spinnpfeife (3) angesetzte Rohr (6) an der Innenseite periphere bzw. ringförmige Einbauten (11) zur Bildung einer Anzahl von hintereinander liegenden Kammerabschnitten aufweist.

8. Einrichtung nach einem oder beiden der Ansprüche 6 und 7 zur Bildung von Fäden mit abgeflachtem Querschnitt, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinndüsen schlitzförmig ausgebildet sind.

FIG. 1

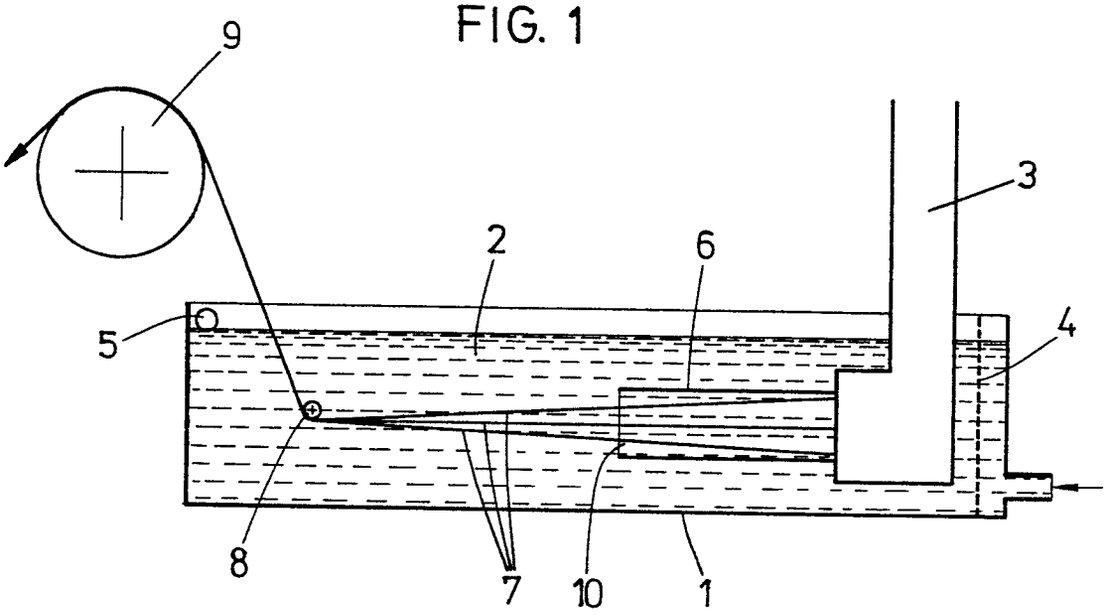
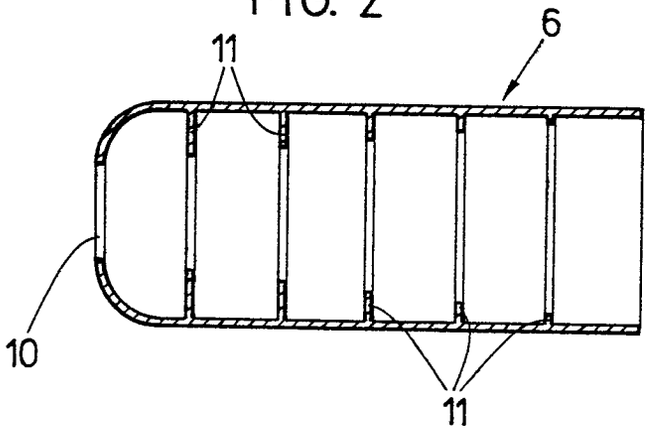



FIG. 2