

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer: **0 218 934
B1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45)

Veröffentlichungstag der Patentschrift:
21.03.90

(51)

Int. Cl.: **D06L 1/20**

(21)

Anmeldenummer: **86112752.0**

(22)

Anmeldetag: **16.09.86**

(54)

Verfahren zur Reinigung von Kunstdärmen aus regenerierter Cellulose.

(30)

Priorität: **12.10.85 DE 3536537**

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
22.04.87 Patentblatt 87/17

(45)

Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
21.03.90 Patentblatt 90/12

(84)

Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR

(56)

Entgegenhaltungen:
FR-A-2 317 410
US-A-3 972 209

**Kurt Götze : "Chemiefasern nach dem
Viskoseverfahren", 2. Band, 3. Aufl., Springer Verlag
(1967), S. 881 bis 885 und 910 bis 913**

(73)

Patentinhaber: **Wolff Walsrode Aktiengesellschaft,
Postfach, D-3030 Walsrode 1(DE)**

(72)

Erfinder: **Kirchner, Hans-Gert, Kirchweg 8,
D-3036 Bomlitz(DE)**
Erfinder: **Wahle, Bernd, Dr., Hasselstrasse 35a,
D-4044 Kaarst 2(DE)**

(74)

Vertreter: **Zobel, Manfred, Dr. et al, c/o BAYER AG
Konzernverwaltung RP Patentabteilung Bayerwerk,
D-5090 Leverkusen(DE)**

EP O 218 934 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur rascheren Reinigung von Kunstdärmen aus regenerierter Cellulose, in dem das zu reinigende Produkt mehrere Waschsegmente durchläuft, wo es zunächst mit Hilfe von Abquetschelementen ausgedrückt und anschließend über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom fließenden Waschmedium ausgewaschen wird.

Es ist bekannt, daß bei den üblichen Trockenspinnverfahren die Festkörperbildung durch Verdampfen des Lösungsmittels beispielsweise in einem Trockenschacht erfolgt, während beim Naßspinnverfahren das Lösungsmittel durch Verdünnung, Ausspülung, Neutralisation usw. entzogen und das gelöste Polymere so zur Ausfällung gebracht und anschließend durch Auswaschen gereinigt wird.

So schließt sich auch an die Koagulation von Cellulose-Xanthogenat, die durch Neutralisation der Lösungsnatronlauge durch Schwefelsäure hervorgerufen wird, die Rückbildung der Cellulose durch saure Hydrolyse an (Regeneratcellulose). Dabei entstehen neben gasförmigen Verbindungen wie Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff auch merkliche Mengen an Salzen, insbesondere Natriumsulfat, die zusammen mit dem Regenerationsmittel Schwefelsäure und Bestandteilen des Fällbades in der Cellulose verbleiben und durch anschließende Wäsche entfernt werden müssen.

Das vollständige Auswaschen aller Begleitsubstanzen ist besonders wichtig bei Celluloseprodukten, die als Bedarfsgegenstände mit Lebensmitteln in Berührung kommen, wie beispielsweise als Verpackungsfolie oder Kunstdärme.

Üblicherweise werden regenerierte Celluloseprodukte entweder in einer senkrechten Anordnung (Senkrechtwäsche), bei der die auf- und ablaufenden Endlosmaterialbahnen oben mit Wasser besprüht werden, wobei an den unteren Umlenkpunkten Salz- und Säure-beladenes Wasser abfließt oder in waagerechten Waschbädern (Wannenwäsche), die oft in mehreren Etagen übereinander angeordnet sind, mit Wasser im Gegenstrom ausgewaschen.

Beide Systeme weisen erhebliche Nachteile auf. Sowohl bei der Senkrecht- als auch bei der Wannenwäsche laufen rein diffusionsgesteuerte Vorgänge ab. Das hat zur Folge, daß zunächst bei hohen Konzentrationen an auszuwaschenden Bestandteilen der Stoffaustausch schnell vonstatten geht und daher nur kurze Washstrecken notwendig sind, während mit abnehmenden Konzentrationen wegen des geringen Stoffaustausches die Washstrecken erheblich länger ausgelegt werden müssen. Rückstände von weniger als 1 g Salz pro 100 g Cellulose sind nur mit großem Aufwand zu erreichen.

Um die geforderten hohen Auswaschgrade zu erreichen, sind daher sowohl bei der Senkrecht- als auch bei der Wannenwäsche erhebliche Mengen an Energie, Wasser und umbautem Raum notwendig.

Aus FR-A 2 317 410, US-A 3 972 209 und Kurt Götze: "Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren", 2. Band, 3. Aufl., Springer Verlag (1967), S. 881 ff sind zwar bereits Waschverfahren für Garne nicht aber für Kunstdärme beschrieben.

Ziel der vorliegenden Erfindung war es daher, ein effizienteres Auswaschverfahren für Kunstdärme aus regenerierten Celluloseprodukten zur Verfügung zu stellen, um schließlich damit eine Erhöhung der Produktionsgeschwindigkeit zu erzielen.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Reinigung von Kunstdärmen aus regenerierter Cellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man den Kunstdarm durch mehrere Waschsegmente führt, wo er zunächst mit Hilfe eines Abquetschelementes aus einer oberen harten und einer unteren gummibeleigten Walze bei Liniendruck von 1 bis 1000 N pro cm ausgequetscht und dann bei gleichzeitiger Umlenkung über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom geführten Washwasser ausgewaschen wird wobei Verweilzeiten zwischen aufeinanderfolgenden Abquetschelementen unter 10 Sekunden eingestellt werden.

Die einzelnen Waschsegmente können in einem gemeinsamen Behälter zusammengefaßt oder jedes für sich hinter oder übereinander aufgereiht sein. Wie Fig. 1 zeigt, ist jedes dieser Waschsegmente (6) mit einem Abquetschelement (1) ausgerüstet, dessen Liniendruck mit den üblichen Methoden (Hydraulik, Federdruck usw.) einstellbar ist. Vorzugsweise sollte das Abquetschelement aus einem Walzenpaar bestehen, z.B. einer Kombination aus einer oberen Walze aus Edelstahl und einer unteren Walze mit einem Hartgummiüberzug mittlerer Shore-Härte. In jedem Waschsegment (6) ist mindestens ein Umlenkelement (2), vorzugsweise eine Umlenkrolle vorhanden, wobei mit der Zahl der Umlenkelemente die Verweilzeit des auszuwaschenden Produktes verlängert werden kann. Das Washwasser (7) wird in Gegenströmung zur Laufrichtung des auszuwaschenden Produkts (3) geführt. Im Falle eines gemeinsamen Behälters für die einzelnen Waschsegmente wird dies durch Strömungsleitbleche (5) sichergestellt.

Die Abquetschelemente (1) können an der Eintrittseite zusätzlich mit Frischwasserdüsen (4) bestückt werden, die das bei der Abquetschung austretende stark salzbeladene Wasser, das zum Teil an dem Produkt (3) abläuft, wegspülen.

Die Verweilzeit zwischen aufeinanderfolgenden Abquetschelementen sollte so eingestellt werden, daß das saugfähige Produkt durch Aufnahme von frischem Wasser einen hohen Quellungszustand erreicht. Bekannterweise kann die Verweilzeit durch die Maschinengeschwindigkeit, aber auch durch die Zahl der Umlenkelemente, vorzugsweise Umlenkrollen, und der Dimension der Waschsegmente gesteuert werden. Die Sauggeschwindigkeit des Materials wird bekannterweise durch die Temperatur des Washwassers beeinflusst. Liniendruck von 100 bis 500 N pro cm sind bevorzugt. Aufgrund der hohen Saugfähigkeit können relativ kurze Verweilzeiten von unter 10 Sekunden zur Erreichung der maximalen möglichen Wasseraufnahme ausreichen.

Das erfindungsgemäße Reinigungsverfahren gestattet, unter erheblicher Reduzierung von Anlagengröße, Wasser und Energiebedarf Auswaschgrade zu erreichen, die denen des Standes der Technik überlegen sind. Darüber hinaus ist es möglich, dadurch die Produktionsgeschwindigkeit deutlich zu erhöhen.

In den folgenden Beispielen werden Cellulose-Schläuche gereinigt, die bekannterweise durch Beschichten eines zu einem Schlauch geformten Faserpapiers mit Viskose und nachfolgender Koagulation und Regeneration in einem stark salz- und säurehaltigen Fällbad hergestellt wurden. Die in den Beispielen eingesetzten Waschsegmente weisen jeweils drei Umlenkrollen, eine Grundfläche von 50 x 50 cm und eine Höhe von 75 cm, gemessen zwischen unterer Umlenkrolle und Abquetschwalzen, auf.

Beispiel 1

Der aus der Vorreinigungswanne austretende Kunstdarm aus regenerierter Cellulose mit einer Beladung von 0,5 bis 0,7 g Salz pro g Cellulose wird mit den ersten Abquetschrollen bei einem Liniendruck von 120 N/cm abgepreßt und durchläuft mit einer Geschwindigkeit von 7,5 m/min fünf Waschsegmente mit einer Gesamtwaschstrecke von 12,5 m. Die Wassertemperatur beträgt 40°C, der Durchsatz 25 l/min. Am Ende der Waschstrecke weist der Kunstdarm einen Restsalzgehalt von durchschnittlich <0,001 g Salz pro g Cellulose auf, bestimmt als noch mit Wasser herauslösbarer Rest.

Beispiel 2

Entsprechend Beispiel 1 wird ein Kunstdarm aus regenerierter Cellulose mit einer Salzbeladung von 0,8 bis 1 g Salz pro g Cellulose in fünf Waschsegmenten mit einer Geschwindigkeit von 10 m/min gereinigt. Der Restsalzgehalt nach der Reinigung beträgt 0,002 g Salz pro g Cellulose.

Beispiel 3

Entsprechend Beispiel 1 und 2 wird ein Kunstdarm aus regenerierter Cellulose gereinigt, wobei der Wasserdurchsatz auf 60 l/min erhöht wird. Der Restsalzgehalt beträgt durchschnittlich 0,0015 g Salz pro g Cellulose.

Beispiel 4

Entsprechend Beispiel 3 wird ein Darm mit einer Salzbeladung von 1,2 bis 1,4 g Salz pro g Cellulose mit einer Geschwindigkeit von 15 m/min in sieben Waschsegmenten entsprechend einer Gesamtwaschstrecke von 17,5 m gereinigt. Der Restsalzgehalt beträgt durchschnittlich 0,0025 g Salz pro g Kunstdarm.

Beispiele

	Maschinen- geschwindigkeit m/min	Waschwasser Durchsatz l/min	mittl. Temp. °C	Wäsche Strecke m	Verweil- zeit	Zahl der Wasch- segmente	durchschnittlicher Restsalzgehalt = g Sulfat g Kunstdarm
1	7,5	25	40	12,5*	100 s	5	<0,001
2	10	25	40	12,5*	75 s	5	0,002
3	10	60	40	12,5*	75 s	5	0,0015
4	15	60	40	17,5*	70 s	7	0,0025

* bei 2,5 m/Waschsegment,

Liniendruck: 120 N/cm

Patentansprüche

1. Verfahren zur Reinigung von Kunstdärmen aus regenerierter Cellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man den Kunstdarm durch mehrere Waschsegmente führt, wo er zunächst mit Hilfe eines Abquetschelementes aus einer oberen harten und einer unteren gummibelekten Walze bei Liniendruck von 1 bis 1000 N pro cm ausgequetscht und dann bei gleichzeitiger Umlenkung über Umlenkelemente mit dem im Gegenstrom geführten Waschwasser ausgewaschen wird, wobei Verweilzeiten zwischen aufeinanderfolgenden Abquetschelementen unter 10 Sekunden eingestellt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Umlenkelemente Umlenkrollen verwendet werden.

Claims

1. Process for the purification of artificial gut of regenerated cellulose, characterised in that the artificial gut is passed through several washing segments, where it is initially squeezed out with the aid of a squeezing element consisting of an upper rigid roll and a lower rubber-covered roll at linear pressures of 1 to 1,000 N per cm, and is then washed out with the washing water, passed countercurrently, while simultaneously being deflected over deflection elements, residence times of below 10 seconds being adjusted between successive squeezing elements.
2. Process according to Claim 1, characterised in that deflection rolls are used as the deflection elements.

Revendications

1. Procédé pour nettoyer des boyaux artificiels en cellulose régénérée, procédé caractérisé en ce qu'on fait passer le boyau artificiel par plusieurs segments de lavage où il subit tout d'abord, à des pressions linéaires de 1 à 1 000 N par cm, une expression réalisée à l'aide d'un élément d'expression constitué par un cylindre supérieur dur et un cylindre inférieur revêtu de gomme, puis, avec renvoi simultané sur des éléments de renvoi ou de changement de direction, le boyau est extrait par lavage à l'aide d'une eau de lavage circulant à contre-courant, les temps de séjour entre les éléments successifs d'expression étant réglés à une valeur inférieure à 10 s.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise, comme élément de renvoi ou de changement de direction, des rouleaux de renvoi ou de changement de direction.

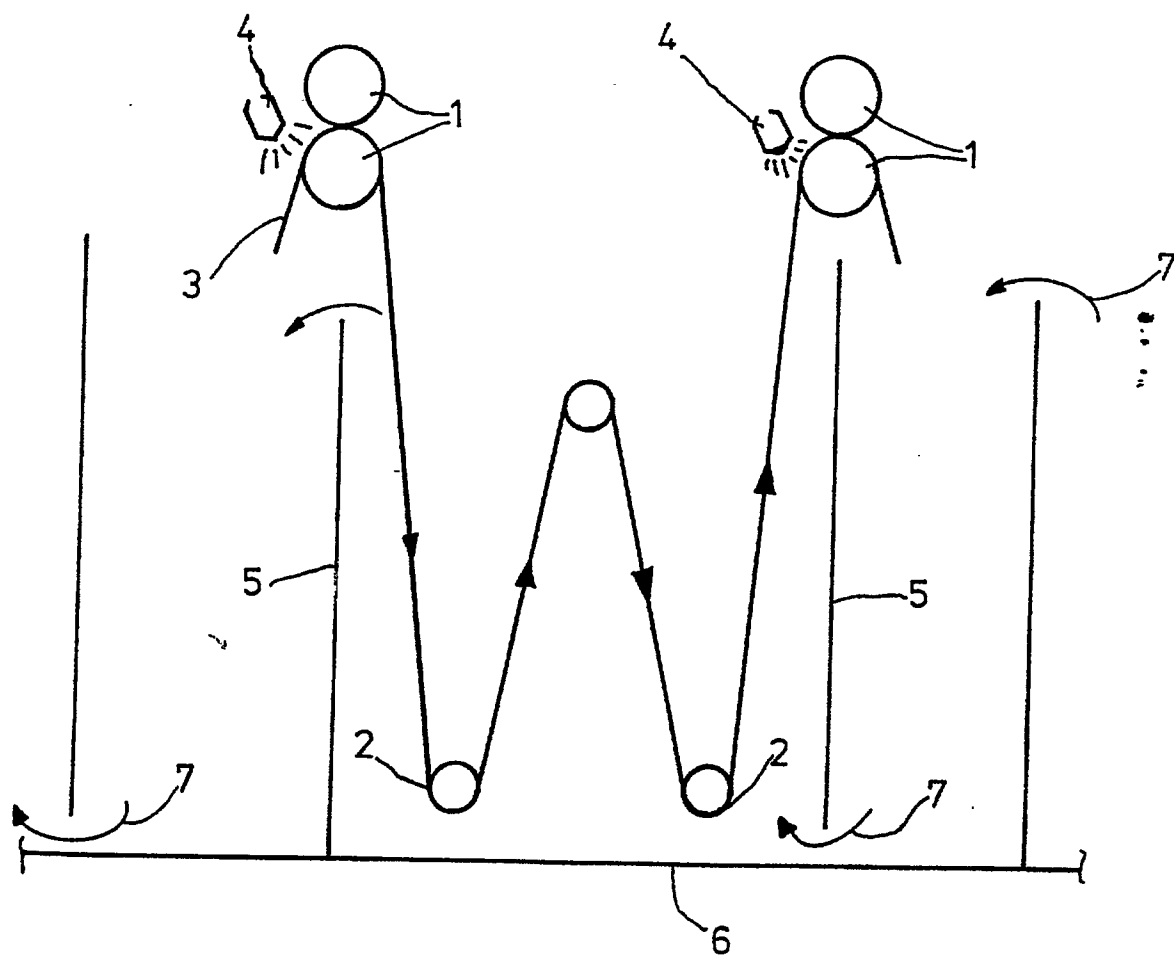


FIG. 1