

Verfahren zum Transportieren thermisch instabiler, viskoser Massen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Transportieren thermisch instabiler, viskoser Massen. Die vorliegende Erfindung betrifft insbesondere ein Verfahren zum Transportieren einer Form- bzw. Spinnmasse, die Cellulose und ein wässriges tertiäres Aminoxid enthält.

Für die Zwecke der vorliegenden Beschreibung und der vorliegenden Patentansprüche wird die Bezeichnung Form- und Spinnmasse für jede viskose Masse verwendet, welche Cellulose und ein wässriges tertiäres Aminoxid enthält, und welche zu cellulosischen Formkörper jeglicher Art, insbesondere Fasern und Folien, verarbeitet werden kann.

Tertiäre Aminoxide sind als alternative Lösungsmittel für Cellulose bekannt. Aus der US-PS 2,179,181 ist beispielsweise bekannt, daß tertiäre Aminoxide Cellulose ohne Derivatisierung zu lösen vermögen und daß aus diesen Lösungen durch Fällung cellulosische Formkörper, wie Fasern, gewonnen werden können. Aus der EP-A - 0 553 070 der Anmelderin sind weitere tertiäre Aminoxide bekannt. Alle tertiären Aminoxide, die Cellulose zu lösen vermögen, sind gemeint, wenn nachfolgend der Einfachheit halber lediglich NMMO (= N-Methylmorpholin-N-oxid) angesprochen wird.

Tertiäre Aminoxide bieten als alternative Lösungsmittel insofern einen Vorteil, als die Cellulose im Gegensatz zum Viskoseverfahren vom NMMO nicht-derivatisierend gelöst wird, wodurch die Cellulose nicht chemisch regeneriert werden muß, das NMMO chemisch unverändert bleibt und beim Fällen in das Fällbad übergeht, aus diesem rückgewonnen und für eine erneute Lösungsbereitung wiederverwendet werden kann. Das NMMO-Verfahren eröffnet somit die Möglichkeit eines

geschlossenen Lösungsmittelkreislaufes. Dazu kommt noch, daß NMMO eine äußerst geringe Toxizität aufweist.

Beim Auflösen von Cellulose in NMMO nimmt jedoch der Polymersationsgrad der Cellulose ab. Zusätzlich führt insbesondere die Anwesenheit von Metallionen (z.B. Fe^{3+}) zu radikalisch initiierten Kettenspaltungen und damit zu einem deutlichen Abbau der Cellulose und des Lösungsmittels (Buijtenhuijs et al. (The Degradation and Stabilization of Cellulose Dissolved in N-Methylmorpholin-N-Oxide (NMM), in "Das Papier", 40. Jahrgang, Heft 12, Seiten 615-619, 1986).

Auch Aminoxide weisen allgemein nur eine begrenzte Thermostabilität auf, die in Abhängigkeit von der Struktur variiert. Das Monohydrat von NMMO liegt unter Normalbedingungen als weißer kristalliner Feststoff vor, der bei 72°C schmilzt. Die Anhydroverbindung schmilzt hingegen erst bei 172°C. Beim Erhitzen des Monohydrates tritt ab 120/130°C eine starke Verfärbung auf. Ab 175°C wird eine exotherme Reaktion unter vollständiger Entwässerung der Schmelze und heftiger Gasentwicklung mit explosionshaftem Verlauf ausgelöst, wobei Temperaturen weit über 250°C erreicht werden.

Es ist bekannt, daß metallisches Eisen und Kupfer, sowie insbesondere deren Salze, die Zersetzungstemperaturen von NMMO beträchtlich herabsetzen, wobei gleichzeitig die jeweilige Zersetzungsgeschwindigkeit erhöht wird.

Im übrigen tritt zu den oben genannten Problemen noch ein weiteres: die thermische Instabilität der NMMO-Cellulose-Lösungen selbst. Darunter ist zu verstehen, daß in den Lösungen bei den erhöhten Temperatur der Verarbeitung (etwa 110-120°C) unkontrollierbare Zersetzungsprozesse ausgelöst werden, die unter Entwicklung von Gasen zu heftigen Verpuffungen, Bränden und sogar zu Explosionen führen können.

Es ist klar, daß die Zersetzungsprodukte der Cellulose und des Aminoxids die mechanischen Eigenschaften des cellulosischen Formkörpers nachteilig beeinflussen. Dies trifft insbesondere bei der Herstellung von Fasern und Folien zu. Man ist daher bestrebt, einerseits die Bildung der Zersetzungsprodukte durch Zugabe von Stabilisatoren hintanzuhalten, andererseits die Verweilzeit der Celluloselösung bis zur Verarbeitung möglichst kurz zu halten. Dies stößt jedoch insofern an eine Grenze, da im industriellen Maßstab üblicherweise pro Zeiteinheit viel mehr Celluloselösung hergestellt wird, als z.B. von einer Spinn Düse abgenommen werden kann. Bei Verwendung mehrerer Spinn Düsen stellt sich wiederum das Problem, daß die Spinnmasse aufgeteilt werden muß, wodurch viele Teilströme gebildet werden, in denen unterschiedliche Zersetzungsprozesse ablaufen, deren Produkte die mechanischen Eigenschaften der jeweiligen Formkörper auf unterschiedliche Weise beeinflussen. Dies bedeutet wiederum, daß nicht garantiert werden kann, daß mit dem industriellen Verfahren Formkörper mit einheitlichen Eigenschaften hergestellt werden können.

Hier setzt nun die vorliegende Erfindung an und setzt sich zum Ziel, ein Verfahren zum Transportieren thermisch instabiler, viskoser Massen, insbesondere ein Verfahren zum Transportieren einer Form- bzw. Spinnmasse, die Cellulose und ein wässriges tertiäres Aminoxid enthält, zur Verfügung zu stellen, das die oben genannten Probleme nicht aufweist.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Transportieren einer thermisch instabilen, viskosen Masse durch Rohrleitungen ist dadurch gekennzeichnet, daß

- (a) die Masse während des Transportes in X_1 Teilströme T_1 geteilt wird, wobei sich X_1 aus der Beziehung

$$x_1 = Q^{(N-1)} \quad (I)$$

- errechnet, in welcher Q und N voneinander unabhängig positive, ganze Zahlen bedeuten, und
- (b) die viskose Masse in den Teilströmen mit gleicher Geschwindigkeit transportiert wird.

Es hat sich gezeigt, daß es beim Aufteilen der Masse in Teilströme ganz wesentlich darauf ankommt, die Masse in den Teilströmen mit gleicher Geschwindigkeit durch die Rohrleitungen zu transportieren. Auf diese Weise wird garantiert, daß die Masse, die schlußendlich am Formwerkzeug ankommt, die gleiche thermische Historie besitzt, sodaß Formkörper mit einheitlichen Eigenschaften gebildet werden können.

Aus der WO 94/28208 ist bekannt, eine Lösung von Cellulose in NMMO durch ein Verzweigungsventil zu transportieren, mit welchem die Lösung wahlweise zu einem von zwei Filtern gerichtet wird. Im Normalbetrieb ist ein Filter stets in "Stand-By"-Stellung. Um bei einem Filterwechsel einen kontinuierlichen Betrieb aufrecht erhalten zu können, wird während der Zeit des Filterwechsels das jeweils andere Filter in Betrieb genommen. Ferner ist erwähnt, daß durch eine Zwischenstellung des Verzweigungsventils die Lösung auf zwei Ströme aufgeteilt und zu zwei Filter transportiert werden kann. Der Fachmann kann der WO 94/28208 aber nicht entnehmen, daß die Celluloselösungen mit gleicher Geschwindigkeit transportiert werden sollen und daß dadurch eine gleichbleibende Qualität der Formkörper ermöglicht wird.

Um die gleichmäßige thermische Historie der Masse zu fördern, können auch Statikmischer zum Ausgleichen von in der Masse eventuell vorhandener Unterschiede von Temperatur und Viskosität eingesetzt werden.

Beim Aufteilen der Masse in Teilströme wird am besten durch Verringerung der Rohrleitungsdurchmesser sichergestellt, daß sich die Geschwindigkeit beim Teilen aufgrund der Volumsreduktion nicht verringert. Damit erzeugt man ein gleichmäßiges Geschwindigkeitsprofil, welches hinsichtlich einer gleichen Verweilzeit von besonderem Vorteil ist.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß die X_1 Teilströme T_1 weiter in X_2 Teilströme T_2 geteilt werden, wobei sich X_2 aus der Beziehung

$$X_2 = X_1 \cdot Q^{(N-1)} \quad (\text{II})$$

errechnet, in welcher Q und N voneinander unabhängig positive, ganze Zahlen bedeuten.

Es ist ferner bevorzugt, daß die X_2 Teilströme T_2 weiter in X_3 Teilströme T_3 geteilt werden, wobei sich X_3 aus der Beziehung

$$X_3 = X_2 \cdot Q^{(N-1)} \quad (\text{III})$$

errechnet, in welcher Q und N voneinander unabhängig positive, ganze Zahlen bedeuten.

Jeder der Teilströme T_3 kann mindestens ein weiteres Mal geteilt werden.

Q bedeutet bevorzugt die Zahl 2.

Es ist ferner bevorzugt, daß Q in den Beziehungen (I), (II) und (III) verschiedene ganze Zahlen bedeutet.

N bedeutet bevorzugt eine ganze Zahl zwischen 2 und 12, vorzugsweise zwischen 5 und 10.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß pro Zeiteinheit in jedem der X_1 Teilströme T_1 , in jedem der X_2 Teilströme T_2 und in jedem der X_3 Teilströme T_3 gleich viel viskose Masse transportiert wird.

Es hat sich gezeigt, daß sich das erfindungsgemäße Verfahren besonders gut eignet, eine Lösung von Cellulose in einem wäßrigen, tertiären Aminoxid zu transportieren, wobei die Celluloselösung am besten in X_n Teilströme aufgeteilt und zu X Formwerkzeugen, insbesondere Spinnndüsen, transportiert wird.

Die Teilung der viskosen Masse wird am besten in einem Rohrleitungsbauteil vorgenommen, der in der beigefügten Zeichnung gezeigt ist.

In der Zeichnung ist ein Rohrleitungselement zum Aufteilen eines Massestroms dargestellt. Der Transportrichtung der Masse ist mit Pfeilen dargestellt.

Das Rohrleitungselement besteht aus einem Kreuzstück 1, in welchem der Massestrom in zwei gleiche Teilströme aufgeteilt wird. Die Zuführung der Masse bzw. die Ableitungen der Teilströme erfolgt zweckmäßigerweise mittels Förderorganen, wie z.B. Pumpen. Wenn hochviskose Massen gefördert werden, wie dies im NMMO-System der Fall ist, erfolgt die Förderung durch Zwangsförderorgane, wie z.B. Zahnradpumpen etc. Zwischen den Kreuzstücken können auch diverse Einbauten, wie z.B. Mischer, Wärmetauscher und Pumpen, vorgesehen sein.

Das Kreuzstück 1 ist auf herkömmliche Weise über einen Flansch 2 an einer Zuführleitung 3 angebracht. Zwischen der Zuführleitung 3 und dem Kreuzstück 1 ist eine Dichtung 4 vorgesehen. In ähnlicher Weise ist das Kreuzstück 1 an seinen Ableitungen 5a und 5b über Flansche 6a und 6b an

Gegenflanschen 7a bzw. 7b von Ableitungen 8a und 8b angebracht. Zwischen den Flanschen 6a, 6b bzw. 7a, 7b sind Dichtungen 9a bzw. 9b vorgesehen.

Im Kreuzstück 1 ist ein Mantel 10 für ein Heizmedium bzw. ein Kühlmedium vorgesehen, mit welchem die Temperatur der strömenden, viskosen Masse eingestellt und kontrolliert werden kann. Derartige Heizmäntel sind auch in den Gegenflanschen 7a, 7b der Ableitungen 5a bzw. 5b und im Flansch der Zuführleitung 3 vorgesehen. Als Heizmedium kann Wasser, Dampf oder Thermoöl eingesetzt werden. Als Kühlmedium kann Wasser oder Thermoöl eingesetzt werden.

Durch Hintereinanderschalten des in der Zeichnung dargestellten Kreuzstückes kann der Massestrom in weitere Teilströme aufgeteilt werden, wobei erfindungsgemäß - je nach Anzahl der verwendeten Kreuzstücke - 4, 8, 16, 32 usw. Teilströme gebildet werden. In diesem Fall ist in der obigen mathematischen Beziehung die Zahl Q somit 2.

Obwohl die oben beschriebene Ausführungsform bevorzugt ist, ist es auch möglich, den Massestrom jeweils in 3 Teilströme zu teilen, wodurch 3, 9, 27 usw. Teilströme gebildet werden. In diesem Fall ist Q somit die Zahl 3.

Ferner kann vorgesehen werden, daß Q bei den Teilungen verschiedene Zahlen bedeutet, also beispielsweise bei einem Teil der Teilungen die Zahl 2 und bei den restlichen Teilungen die Zahl 3.



Patentansprüche:

1. Verfahren zum Transportieren einer thermisch instabilen, viskosen Masse durch Rohrleitungen, dadurch gekennzeichnet, daß

(a) die Masse während des Transportes in X_1 Teilströme T_1 geteilt wird, wobei sich X_1 aus der Beziehung

$$X_1 = Q^{(N-1)} \quad (I)$$

errechnet, in welcher Q und N voneinander unabhängig positive, ganze Zahlen bedeuten, und

(b) die viskose Masse in den Teilströmen mit gleicher Geschwindigkeit transportiert wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die X_1 Teilströme T_1 weiter in X_2 Teilströme T_2 geteilt werden, wobei sich X_2 aus der Beziehung

$$X_2 = X_1 \cdot Q^{(N-1)} \quad (II)$$

errechnet, in welcher Q und N voneinander unabhängig positive, ganze Zahlen bedeuten.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die X_2 Teilströme T_2 weiter in X_3 Teilströme T_3 geteilt werden, wobei sich X_3 aus der Beziehung

$$X_3 = X_2 \cdot Q^{(N-1)} \quad (III)$$

errechnet, in welcher Q und N voneinander unabhängig positive, ganze Zahlen bedeuten.



4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß jeder der Teilströme T_3 mindestens ein weiteres Mal geteilt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß Q die Zahl 2 bedeutet.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß Q in den Beziehungen (I), (II) und (III) verschiedene ganze Zahlen bedeutet.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß N eine ganze Zahl zwischen 2 und 12, vorzugsweise zwischen 5 und 10, bedeutet.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß pro Zeiteinheit in jedem der X_1 Teilströme T_1 , in jedem der X_2 Teilströme T_2 , und in jedem der X_3 Teilströme T_3 gleich viel viskose Masse transportiert wird.
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß als thermisch instabile, viskose Masse eine Lösung von Cellulose in einem wäßrigen, tertiären Aminoxid eingesetzt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die X_n Teilströme der Celluloselösung zu X Formwerkzeugen, insbesondere Spinddüsen, transportiert werden.

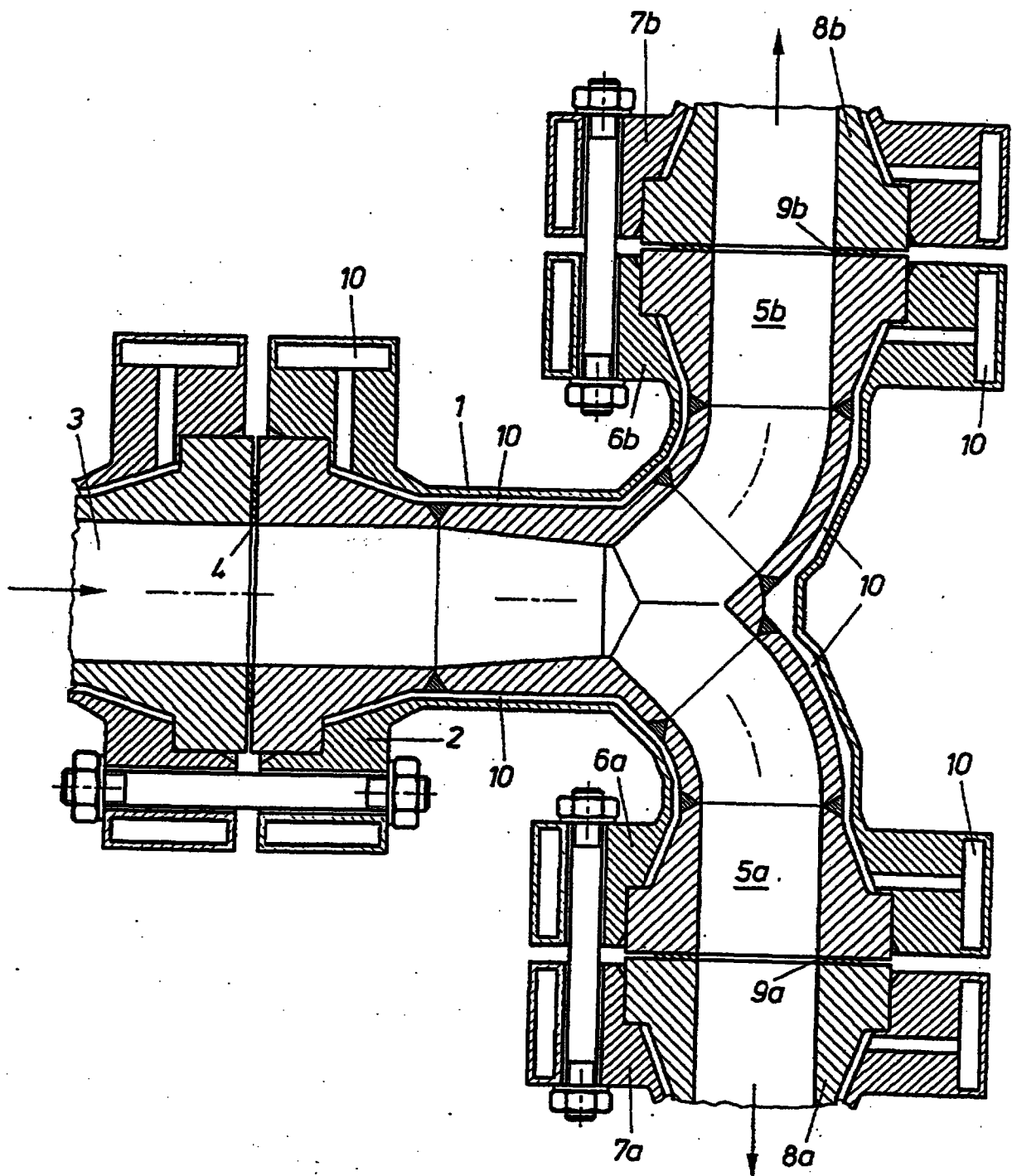


FIG.



PCT
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : D01D 1/06, D01F 2/00	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 97/05305 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 13. Februar 1997 (13.02.97)		
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;"> (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT96/00133 (22) Internationales Anmeldedatum: 23. Juli 1996 (23.07.96) (30) Prioritätsdaten: A 1279/95 26. Juli 1995 (26.07.95) AT (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LENZING AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Werkstrasse 2, A-4860 Lenzing (AT). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): ZIKELI, Stefan [AT/AT]; Schacha 14, A-4844 Regau (AT). LONGIN, Michael [AT/AT]; Waldstrasse 27/8, A-4860 Lenzing (AT). ECKER, Friedrich [AT/AT]; St. Annastrasse 10, A-4850 Timelkam (AT). (74) Anwälte: SCHWARZ, Albin usw.; Wipplingerstrasse 32/22, A-1010 Wien (AT). </td> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;"> (81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, ARIPO Patent (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht. </td> </tr> </table>			(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT96/00133 (22) Internationales Anmeldedatum: 23. Juli 1996 (23.07.96) (30) Prioritätsdaten: A 1279/95 26. Juli 1995 (26.07.95) AT (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LENZING AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Werkstrasse 2, A-4860 Lenzing (AT). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): ZIKELI, Stefan [AT/AT]; Schacha 14, A-4844 Regau (AT). LONGIN, Michael [AT/AT]; Waldstrasse 27/8, A-4860 Lenzing (AT). ECKER, Friedrich [AT/AT]; St. Annastrasse 10, A-4850 Timelkam (AT). (74) Anwälte: SCHWARZ, Albin usw.; Wipplingerstrasse 32/22, A-1010 Wien (AT).	(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, ARIPO Patent (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT96/00133 (22) Internationales Anmeldedatum: 23. Juli 1996 (23.07.96) (30) Prioritätsdaten: A 1279/95 26. Juli 1995 (26.07.95) AT (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LENZING AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Werkstrasse 2, A-4860 Lenzing (AT). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): ZIKELI, Stefan [AT/AT]; Schacha 14, A-4844 Regau (AT). LONGIN, Michael [AT/AT]; Waldstrasse 27/8, A-4860 Lenzing (AT). ECKER, Friedrich [AT/AT]; St. Annastrasse 10, A-4850 Timelkam (AT). (74) Anwälte: SCHWARZ, Albin usw.; Wipplingerstrasse 32/22, A-1010 Wien (AT).	(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, ARIPO Patent (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.			
(54) Title: PROCESS FOR TRANSPORTING THERMALLY UNSTABLE, VISCOUS COMPOUNDS (54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM TRANSPORTIEREN THERMISCH INSTABILER, VISKOSER MASSEN (57) Abstract The invention relates to a process for transporting a thermally unstable viscous compound through pipes, in which: (a) the compound is divided during transport into X_1 partial streams T_1, where X_1 is calculated by the relation (I) $X_1 = Q^{(N-1)}$, where Q and N are mutually independent positive whole numbers; and (b) the viscous compound is transported in the partial streams at the same speed. (57) Zusammenfassung Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Transportieren einer thermisch instabilen, viskosen Masse durch Rohrleitungen und ist dadurch gekennzeichnet, daß (a) die Masse während des Transportes in X_1 Teilströme T_1 geteilt wird, wobei sich X_1 aus der Beziehung (I) $X_1 = Q^{(N-1)}$ errechnet, in welcher Q und N voneinander unabhängig positive, ganze Zahlen bedeuten, und (b) die viskose Masse in den Teilströmen mit gleicher Geschwindigkeit transportiert wird.				

PROCESS FOR TRANSPORTING THERMALLY UNSTABLE VISCOUS MASSES

The invention is concerned with a process for transporting thermally unstable viscous masses. In particular, the present invention is concerned with a process for transporting a dope containing cellulose and an aqueous tertiary amine-oxide.

For the purposes of the present specification and claims, the term dope is used for any viscous mass containing cellulose and an aqueous tertiary amine-oxide able to be processed to cellulose moulded bodies of any shape, particularly fibres and films.

Tertiary amine-oxides have been known as alternative solvents for cellulose. It is known for instance from US-PS 2,179,181 that tertiary amine-oxides are capable of dissolving cellulose without derivatisation and that from these solutions cellulose moulded bodies, such as fibres, may be produced by precipitation. From EP-A - 0 553 070 of the applicant, further tertiary amine-oxides are known. In the following, all tertiary amine-oxides capable of dissolving cellulose are meant when, for the sake of simplicity, only NMMO (= N-methylmorpholine-N-oxide) is cited.

As alternative solvents, tertiary amine-oxides are advantageous insofar as the cellulose is dissolved by the NMMO without derivatisation, contrary to the viscose process. Thus the cellulose does not have to be chemically regenerated, the NMMO remains chemically unchanged and passes during its precipitation into the precipitation bath and may be recovered from the latter and reused for the preparation of new solution. Therefore the NMMO process offers the possibility of a closed solvent cycle. Additionally, NMMO has an extremely low toxicity.

However, when cellulose is dissolved in NMMO, the polymerisation degree of the cellulose decreases. Moreover, particularly the presence of metal ions (such as Fe^{3+}) leads to radically initiated chain cleavages and thus to a

-2-

significant degradation of the cellulose and the solvent (Buijtenhuijs et al. The Degradation and Stabilization of Cellulose Dissolved in N-Methylmorpholin-N-Oxide (NMM), in "Das Papier", Volume 40, number 12, pages 615-619, 1986).

On the other hand, amine-oxides generally have only a limited thermal stability which varies depending on their structure. Under normal conditions, the monohydrate of NMMO is present as a white crystalline solid, which melts at 72°C. Its anhydric compound however melts at no less than 172°C. When heating the monohydrate, strong discoloration will occur from 120/130°C up. From 175°C up, an exothermal reaction is initiated, the melted mass being completely dehydrated and great amounts of gas developing which eventually lead to an explosion, the temperatures rising to far over 250°C.

It is known that metallic iron and copper and particularly their salts significantly reduce the decomposition temperature of NMMO, while the decomposition rate is simultaneously increased.

Moreover, additionally to the problems mentioned above, there is another difficulty, i.e. the thermal instability of the NMMO/cellulose solutions themselves. This means that at the elevated processing temperatures (approximately 110-120°C), uncontrollable decomposition processes are initiated in the solutions which due to the development of gases may lead to strong deflagrations, fires and even explosions.

It is evident that the decomposition products of the cellulose and the amine-oxide have a negative effect on the mechanical properties of the cellulose moulded body. This applies particularly to the production of fibres and films. Thus efforts are made on the one hand to prevent the formation of decomposition products by adding stabilizers and on the other to keep the residence time of the cellulose solution to be processed as short as possible. These efforts however have a limit, since at an industrial scale usually

significantly more cellulose solution per time unit is produced than can be taken up by e.g. a spinneret. When several spinnerets are used, the problem of dividing the dope arises, a number of partial streams or flows being provided wherein different decomposition processes will occur, the products of which will influence the mechanical properties of each of the moulded bodies in a different way. This means again that the production of moulded bodies having uniform properties cannot be assured by the industrial process.

This is the starting point of the present invention: It is its object to provide a process for transporting thermally unstable viscous masses, particularly a process for transporting a dope containing cellulose and an aqueous tertiary amine-oxide, which do not exhibit the above problems.

The process according to the invention for transporting a thermally unstable viscous mass through pipes is characterized in that

- (a) during transportation, the mass is divided into X_1 partial flows T_1 , X_1 being calculated according to the relation

$$X_1 = Q(N-1), \quad (I)$$

wherein Q and N indicate positive integers independent from each other, and

- (b) the viscous mass in the partial flows is transported at the same rate.

It has been shown that when the mass is divided into partial flows it is of vital importance to transport the mass in the partial flows at the same rate through the pipes. Thus it is assured that the mass which finally arrives at the forming tool has the same thermal history, so that moulded bodies having uniform properties may be produced.

From WO 94/28208 it is known to transport a solution of cellulose in NMMO through a branching valve whereby the solution is optionally directed to one of two filters. Under normal operation, one filter is always in a "stand-by" position. To provide a continuous operation while the filter is changed, during the time one filter is being changed the other filter is operated. Moreover, it is mentioned that by adjusting the branching valve in an intermediate position, the solution may be divided into two flows and transported to two filters. To those skilled in the art however, it is not evident from WO 94/28208 that the cellulose solutions are to be transported at the same rate, thus allowing a uniform quality of the moulded bodies.

To promote the uniform thermal history of the mass, static mixers may be employed to level the temperature and viscosity differences possibly present in the mass.

When dividing the mass into partial flows, it is best assured by means of a reduction of the pipe diameters that the rate does not drop due to the reduction of its volume when the mass is divided. Thus a uniform rate profile is achieved which is particularly advantageous regarding an equal residence time.

A preferred embodiment of the process according to the invention consists in that the X_1 partial flows T_1 are further divided into X_2 partial flows T_2 , X_2 being calculated according to the relation

$$X_2 = X_1 \cdot Q^{(N-1)}, \quad (II)$$

wherein Q and N denote positive integers independent from each other.

-5-

It is further preferred to divide the X_2 partial flows T_2 into X_3 partial flows T_3 , X_3 being calculated according to the relation

$$X_3 = X_2 \cdot Q^{(N-1)}, \quad (\text{III})$$

wherein Q and N denote positive integers independent from each other.

Each of the partial flows T_3 may be divided at least one more time.

Q denotes preferably the number 2.

It is further preferred that in the relations (I), (II) and (III), Q refers to different integers.

N denotes preferably an integer between 2 and 12, preferably between 5 and 10.

A preferred embodiment of the process according to the invention consists in transporting the same amount of viscous mass per time unit in each of the X_1 partial flows T_1 , in each of the X_2 partial flows T_2 and in each of the X_3 partial flows T_3 .

It has been shown that the process according to the invention is particularly appropriate to transport a solution of cellulose in an aqueous, tertiary amine-oxide, the cellulose solution being best divided into X_n partial flows and being transported to X forming tools, particularly spinnerets.

The dividing of the viscous mass is best carried out in a pipe component shown in the attached drawing.

In the drawing, a pipe element for dividing a mass flow is shown. The transport direction of the mass is indicated by arrows.

The pipe element consists of a crosspiece 1 whereby the mass flow is divided into two equal partial flows. The feeding of the mass and the branching of the partial flows is carried out conveniently by means of transportation elements such as pumps. When highly viscous masses are transported, as is the case in the NMMO system, transportation will be carried out by forced transportation elements such as gear pumps etc. Between the crosspieces, different elements such as mixers, heat exchangers and pumps may be incorporated.

Crosspiece 1 is attached to a feeding pipe 3 by means of a flange 2 in a conventional manner. Between feeding pipe 3 and crosspiece 1 a seal 4 is provided. Similarly, crosspiece 1 is attached at its branchings 5a and 5b to counterflanges 7a and 7b respectively of branchings 8a and 8b by means of flanges 6a and 6b. Between flanges 6a, 6b and 7a, 7b respectively, seals 9a and 9b respectively are provided.

In crosspiece 1, a jacket 10 for a heating medium or a cooling medium is provided, whereby the temperature of the flowing viscous mass may be adjusted and controlled. Such heating jackets are also provided in counterflanges 7a, 7b of branchings 5a and 5b respectively and in the flange of feeding pipe 3. As a heating medium, water, vapour or thermo oil may be employed. As a cooling medium, water or thermo oil may be employed.

By means of providing crosspieces as the one shown in the drawing subsequently to each other, the mass flow may be divided into additional partial flows. Thus, according to the invention, 4, 8, 16, 32 etc. partial flows may be provided, depending on the number of crosspieces used. In this case, the number Q in the above mathematical relation therefore is 2.

Although the embodiment described above is preferred, it is also possible to divide the mass flow into 3 partial flows,

-7-

whereby 3, 9, 27 etc. partial flows are provided. Therefore, in this case Q is the number 3.

Furthermore it may be provided that Q denotes different numbers in the divisions, e.g. the number 2 for a part of the divisions and the number 3 for the rest of the divisions.



CLAIMS:

THIS SHEET HAS BEEN REPLACED

1. A process for transporting a thermally unstable viscous mass through pipes, characterized in that

(a) during transportation, said mass is divided into X_1 partial flows T_1 , X_1 being calculated according to the relation

$$X_1 = Q^{(N-1)},$$

(I)

$$Q = 1 \quad N = 2$$

2	3
3	4

wherein Q and N indicate positive integers independent from each other, and

(b) the viscous mass in said partial flows is transported at the same rate.

$$X_1 = 1 \quad X_1 = 2 \quad X_1 = 3$$

2	4	9
3	8	27

2. A process according to Claim 1, characterized in that said X_1 partial flows T_1 are further divided into X_2 partial flows T_2 , X_2 being calculated according to the relation

$$X_2 = X_1 \cdot Q^{(N-1)},$$

(II)

wherein Q and N denote positive integers independent from each other.

3. A process according to Claim 2, characterized in that said X_2 partial flows T_2 are further divided into X_3 partial flows T_3 , X_3 being calculated according to the relation

$$X_3 = X_2 \cdot Q^{(N-1)},$$

(III)

wherein Q and N denote positive integers independent from each other.

This Sheet Has Been Replaced



-9-

4. A process according to Claim 3, characterized in that each of said partial flows T_3 is divided at least one more time.
5. A process according to one of the Claims 1 to 4, characterized in that Q denotes the number 2.
6. A process according to one of the Claims 1 to 4, characterized in that in the relations (I), (II) and (III), Q denotes different integers.
7. A process according to one of the Claims 1 to 6, characterized in that N denotes an integer between 2 and 12, preferably between 5 and 10.
8. A process according to one of the Claims 1 to 7, characterized in that the same amount of viscous mass per time unit is transported in each of said X_1 partial flows T_1 , in each of said X_2 partial flows T_2 and in each of said X_3 partial flows T_3 .
9. A process according to one or more of the Claims 1 to 8, characterized in that as a thermally unstable, viscous mass, a solution of cellulose in an aqueous, tertiary amine is used.
10. A process according to one of the Claims 1 to 9, characterized in that said X_n partial flows of said cellulose solution are transported to X forming tools, particularly spinnerets.



This Sheet Has Been Replaced



Abstract

The invention is concerned with a process for transporting a thermally unstable viscous mass through pipes and is characterized in that

- (a) during transportation, the mass is divided into X_1 partial flows T_1 , X_1 being calculated according to the relation

$$X_1 = Q(N-1), \quad (I)$$

wherein Q and N indicate positive integers independent from each other, and

- (b) the viscous mass in the partial flows is transported at the same rate. (Fig.)

01 JUN 1999

8

90490-3

1902 (019)



CLAIMS:

1. A process for transporting solutions of cellulose in an aqueous tertiary amine-oxide through pipes, characterized in that
 - (a) during transportation, said cellulose solution is divided into X_1 partial flows T_1 flowing through the pipes, X_1 being calculated according to the relation

$$X_1 = Q^{(N-1)}, \quad (I)$$

wherein Q and N indicate positive integers ≥ 2 independent from each other,

 - (b) the cellulose solution in said partial flows is transported at the same rate, and
 - (c) the residence time of the cellulose solution of the partial flows is equal in the pipes.
2. A process according to Claim 1, characterized in that said X_1 partial flows T_1 are further divided into X_2 partial flows T_2 , X_2 being calculated according to the relation

$$X_2 = X_1 \cdot Q^{(N-1)}, \quad (II)$$

wherein Q and N denote positive integers ≥ 2 independent from each other.
3. A process according to Claim 2, characterized in that said X_2 partial flows T_2 are further divided into X_3 partial flows T_3 , X_3 being calculated according to the relation

$$X_3 = X_2 \cdot Q^{(N-1)}, \quad (III)$$

wherein Q and N denote positive integers ≥ 2 independent from each other.
4. A process according to Claim 3, characterized in that each of said partial flows T_3 is divided at least one more time.
5. A process according to one of the Claims 1 to 4, characterized in that Q denotes the number 2.
6. A process according to one of the Claims 1 to 4, characterized in that in the relations (I), (II) and (III), Q denotes different integers.

REPLACEMENT SHEET

01 JUN 1999

9

REPLACEMENT SHEET



7. A process according to one of the Claims 1 to 6, characterized in that N denotes an integer between 2 and 12, preferably between 5 and 10.
8. A process according to one of the Claims 1 to 7, characterized in that the same amount of cellulose solution per time unit is transported in each of said X_1 partial flows T_1 , in each of said X_2 partial flows T_2 and in each of said X_3 partial flows T_3 .
9. A process according to one of the Claims 1 to 8, characterized in that said X_n partial flows of said cellulose solution are transported to X forming tools, particularly spinnerets.