

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 Verfahren 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 Spinddüsen, 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.