

SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
EIDGENÖSSISCHES INSTITUT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(11) **CH 700 932 B1**

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(51) Int. Cl.: **D01D 1/02** (2006.01)  
**B29C 47/38** (2006.01)  
**B29C 47/58** (2006.01)  
**D01F 6/60** (2006.01)

(12) **PATENTSCHRIFT**

(21) Anmeldenummer: 00801/07

(22) Anmeldedatum: 14.05.2007

(24) Patent erteilt: 15.11.2010

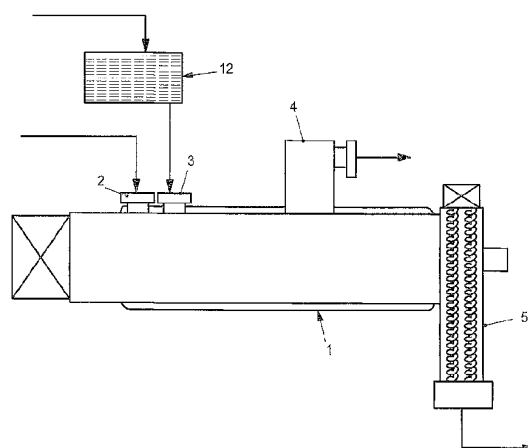
(45) Patentschrift veröffentlicht: 15.11.2010

(73) Inhaber:  
List Holding AG, Berstelstrasse 42  
4422 Arisdorf (CH)

(72) Erfinder:  
Reinhard Geisler, 79650 Schopheim (DE)  
Pierre Liechti, 4132 Muttenz (CH)

(54) **Verfahren und Anlage zum Herstellen einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser.**

(57) Bei einem Verfahren zum Herstellen einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser, insbesondere einer p-Aramid-Faser, wobei das Polymer mit einem Lösungsmittel versetzt, vermischt, aufgeschmolzen, homogenisiert und entgast und sodann ausgetragen wird, soll als Lösungsmittel flüssige Schwefelsäure verwendet werden und zumindest das Mischen, Homogenisieren und Entgasen in einem vorzugsweise kontinuierlich betriebenen Ein- oder Zweiwellenreaktor (1) erfolgen.



## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser, insbesondere einer Aramid-Faser, wobei das Polymer mit einem Lösungsmittel versetzt, vermischt, aufgeschmolzen, homogenisiert und entgast und sodann ausgetragen wird, sowie eine Anlage hierfür.

## Stand der Technik

[0002] Für viele Fälle im privaten und industriellen Bereich werden heute Kunststofffasern benötigt. Beispielsweise gilt dies für alle Arten von Kleidungsstücken, Verstärkungsgewebe, technische Textilien, Verschleissbeläge, Filter usw. Zu diesem Zweck wird das entsprechende Polymer, welches meist stückig oder in Pulverform vorliegt, mit einem Lösungsmittel vermischt, aufgeschmolzen, homogenisiert, entgast und dann im noch viskosen Zustand oder nach Zwischentransport wieder aufgeschmolzen Düsen zugeführt, aus denen es dann zur Bildung der Faser mit hohem Druck ausgepresst wird.

[0003] Aus der US 5 882 563 ist beispielsweise ein Verfahren zur Herstellung von Fasern aus poly (p-Phenylenterephthalamide) bekannt, bei denen Schwefelsäure, die unter ihren Koagulationspunkt gekühlt wurde, als Eis mit p-Aramid vermischt wird, um eine Feststoffmischung zu erhalten. Danach wird diese Feststoffmischung wieder aufgeheizt und geschmolzen und diese Flüssigkeit durch Spindüsen unter Druck ausgebracht. Das Aufheizen dieser Feststoffmischung geschieht in zwei separaten Zonen, nämlich einer Schmelzzone und einer Druckaufbauzone, wobei das Polymer zumindest in der Schmelzzone geknetet und gemischt wird.

## Aufgabe

[0004] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist, ein Verfahren und eine Anlage der o.g. Art zu beschreiben, die dem Produkt eine lange Verweilzeit zur Verfügung stellen, bei gleichzeitiger Erhöhung der Scherraten in der Anlage und grösstmöglicher Flexibilität, Prozesssicherheit und verminderten Anlagenbestandteilen.

## Lösung der Aufgabe

[0005] Zur Lösung der Aufgabe führt, dass als Lösungsmittel flüssige Schwefelsäure verwendet wird und zumindest das Mischen, Homogenisieren und Entgasen in einem vorzugsweise kontinuierlich betriebenen Ein- oder Zweiwellenreaktor erfolgt.

[0006] Damit entfällt das bisher erforderliche Kühlen der Schwefelsäure unter den Koagulationspunkt, was das ganze Verfahren wesentlich vereinfacht und verbilligt.

[0007] Ferner wurden bisher in der Regel Einwellenreaktoren verwendet, die jedoch eine begrenzte Scherrate aufweisen und auch in der Drehmomentaufnahme begrenzt sind. Mit dem Zweiwellenreaktor, beispielsweise vom Typ CRP oder CKR der Firma List, beschrieben in der EP 0 517 068, lassen sich dagegen wesentlich bessere Resultate erzielen, vor allem, was die Verweilzeit des Produktes in dem Reaktor, das höhere Volumen des Reaktors, die freie Produktoberfläche und die Robustheit des Systems anbelangt. Hervorzuheben ist vor allem, dass die drei Prozessschritte, nämlich Mischen, Homogenisieren und Entgasen in einem einzigen Reaktor erfolgt. Lediglich für das Vormischen kann u. U. auch ein separater Mischer vorgesehen werden.

[0008] Durch die grosse Produktoberfläche ergibt sich ein gutes Entgasen und eine intensive Oberflächenenerneuerung beim Kneten. Ferner hat das Produkt gegenüber den bisherigen Verfahren eine wesentlich grössere Verweilzeit im Knetapparat.

[0009] Bei Zweiwellen-Knetapparaten können die beiden Wellen mit gleichen oder auch mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten betrieben werden, wodurch die Scherrate und das Mischen des Produktes wesentlich besser ist als in einem Einwellenreaktor. Des Weiteren gibt es in einem Zweiwellenreaktor kaum tote Zonen, in denen sich Produktablagerungen aufbauen können, die dann in dem Reaktor verbleiben und zu einer Degradation des Produktes führen können.

[0010] Ein weiteres Merkmal der vorliegenden Erfindung bezieht sich besonders auf die Abfolge der Eingabe von flüssiger Schwefelsäure und Polymerpulver. Es wurde festgestellt, dass gerade die Abfolge der Dosierreihenfolge zu wesentlichen Verbesserungen führt. Das Polymerpulver, welches zuerst eingegeben wird, kann sich mit der später eingegebenen Schwefelsäure wesentlich intensiver vermischen. Die Pulverbestandteile werden gleichmässig von der Schwefelsäure ummantelt.

## Figurenbeschreibung

[0011] Weitere Vorteile, Merkmale und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele sowie anhand der Zeichnung; diese zeigt in

Fig. 1 eine schematische, blockschaltbildliche Darstellung des erfindungsgemässen Verfahrens zum Herstellen einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser;

- Fig. 2 eine schematische, blockschaltbildliche Darstellung eines weiteren Ausführungsbeispiels eines erfindungsgemässen Verfahrens zur Herstellung einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser;
- Fig. 3 eine schematische, blockschaltbildliche Darstellung eines weiteren Ausführungsbeispiels einer Anlage zum Herstellen einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser.

[0012] Eine erfindungsgemässe Anlage zum Herstellen einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser weist zentral einen zweiwelligen Reaktor 1 auf, wie er beispielsweise in der EP 0517 068 beschrieben ist. Dieser Reaktor 1 besitzt zwei Eingabestutzen 2 und 3, wobei der Eingabestutzen 3 für flüssige Schwefelsäure und der Eingabestutzen 2 für die Zugabe des Polymers in Pulverform benutzt wird. In die Zuleitung für das Lösungsmittel kann noch ein Vorkühler 12 eingeschaltet sein.

[0013] Ferner ist auf dem Reaktor noch ein Brüdendom 4 erkennbar, über den beim Mischen und Homogenisieren des Produktes in dem Reaktor 1 noch vorhandene Gase abgezogen werden.

[0014] An den Reaktor 1 schliesst eine Austrageeinrichtung 5 an. Diese ist im vorliegenden Ausführungsbeispiel als zweiwellige Austrageeinrichtung ausgebildet. Durch sie gelangt das Mischprodukt aus dem Reaktor 1 zu einer nicht näher gezeigten Pumpe, welche dann das Mischprodukt durch entsprechende Düsen zur Herstellung der Fasern auspresst.

[0015] Das Ausführungsbeispiel der erfindungsgemässen Vorrichtung gemäss Fig. 2 unterscheidet sich von demjenigen nach Fig. 1 dadurch, dass eine Vormischung von Polymer und Schwefelsäure vor dem Reaktor 1 in einem Mischer 6 erfolgt und dann das Mischprodukt bereits vorgemischt und bevorzugt dosiert durch einen einzigen Eingabestutzen 11 in den Reaktor 1 eingeführt wird. Polymer und Schwefelsäure werden in den Mischer 6 durch zwei Dosierstutzen 7 und 8 eingebracht.

[0016] Das Ausführungsbeispiel einer erfindungsgemässen Anlage gemäss Fig. 3 unterscheidet sich von demjenigen nach Fig. 2 dadurch, dass an den Reaktor 1 eine einwellige Austragsschnecke 5.1 anschliesst, deren Achse 9 axial zu dem Reaktor 1 verläuft. Hierdurch wird ein Druck zwischen einer Austragsöffnung 10 und dem Inneren des Reaktors 1 aufgebaut, so dass das Mischprodukt kontinuierlich aus dem Reaktor 1 ausgetragen werden kann.

[0017] Die Funktionsweise der vorliegenden Erfindung ist folgende:

In dem gezeigten Ausführungsbeispiel gemäss Fig. 1 wird in einem kontinuierlichen Reaktor 1, insbesondere in einem Mischknetter der Firma List vom Typ CRP oder CKR, durch die Eingabestutzen 2 und 3 Schwefelsäure und Polymerpulver, insbesondere p-Polyphenyl-Terephthalamid (PPTA) eingegeben. Dieser Reaktor arbeitet mit zwei waagrecht angeordneten Wellen mit entsprechenden Knetelementen, wobei sowohl der Aussenmantel als auch die Wellen und ggf. die Knetelemente beheizbar sind.

[0018] Das Polymerpulver, welches in intensivem Kontakt mit dem Lösungsmittel, in diesem Fall Schwefelsäure, kommt, setzt eine gewisse Lösungsenthalpie frei. Diese Wärmemenge kombiniert mit der Kontaktwärmemenge durch die Reaktorwände und Knetwellen führt zu einer schnellen Aufheizung und Schmelze der Mischung.

[0019] Dabei wird es gleichzeitig von den Eingabestutzen 2, 3 in Richtung der Austrageeinrichtung 5 transportiert. Während diesem Transport findet wiederum ein Entgasen des Mischproduktes statt, wobei die Gase durch den Brüdendom 4 abgezogen werden. Das so innig durchmischte Produkt wird dann durch die Austrageeinrichtung 5 ausgetragen.

[0020] Nach dem Ausführungsbeispiel gemäss Fig. 2 erfolgt ein Vormischen des Polymerpulvers mit der Schwefelsäure. Dabei hat es sich herausgestellt, dass bei dieser Abfolge die Mischung zwischen Polymerpulver und Schwefelsäure wesentlich intensiver wird. Erst danach wird das bereits vorgemischte Produkt in den Reaktor 1 eingegeben, wo es homogenisiert und entgast wird. Der Austrag erfolgt wiederum durch die Austrageeinrichtung 5, jedoch kann auch, wie in Fig. 3 gezeigt, eine einwellige Austragsvorrichtung 5.1 benutzt werden.

#### Bezugszeichenliste

##### [0021]

- 1 Reaktor
- 2 Eingabestutzen
- 3 Eingabestutzen
- 4 Brüdendom
- 5 Austrageeinrichtung
- 6 Mischer
- 7 Dosierstutzen

- 8 Dosierstutzen
- 9 Achse
- 10 Austragsöffnung
- 11 Eingabestutzen
- 12 Vorkühler

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer Spinnlösung für die Herstellung einer Polymerfaser, insbesondere einer p-Aramid-Faser, wobei das Polymer mit einem Lösungsmittel versetzt, vermischt, aufgeschmolzen, homogenisiert und entgast und sodann ausgetragen wird, dadurch gekennzeichnet, dass als Lösungsmittel flüssige Schwefelsäure verwendet wird und eine Behandlung beinhaltend zumindest das Mischen, Homogenisieren und Entgasen in einem vorzugsweise kontinuierlich betriebenen Ein- oder Zweiwellenreaktor (1) erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlung des Polymers und der Schwefelsäure unter Vakuum erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Schwefelsäure mit dem Polymer in einem Mischer (6) vorgemischt und sodann dosiert einem Reaktor (1) zugeführt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Lösungsenthalpie der Mischung gleichzeitig zum Aufheizen des Produktes aus Polymer und Lösungsmittel genutzt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass eine gleichmässige Entgasung über eine gesamte Knetzonenlänge erfolgt.
6. Anlage zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Ein- oder Zweiwellenreaktor (1) einen Eingabestutzen (11) für eine Mischung des Polymers und der Schwefelsäure oder zwei getrennte Eingabestutzen (2, 3) für das Polymer und die Schwefelsäure aufweist.
7. Anlage nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Zweiwellenreaktor (1) die beiden Wellen gleichläufig drehen.
8. Anlage nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass dem Reaktor (1) ein Mischer (6) vorgeschaltet ist.
9. Anlage nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass an den Reaktor (1) eine ein- oder zweiwellige Austrageeinrichtung (5) mit bevorzugt variabler Drehzahl anschliesst.
10. Anlage nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass an den Reaktor (1) eine einwellige Austragsschnecke (5.1) anschliesst, deren Drehachse (9) achsparallel zur Achse des Reaktors (1) verläuft und die Schnecke fest mit einer der beiden Knetwellen verbunden ist.

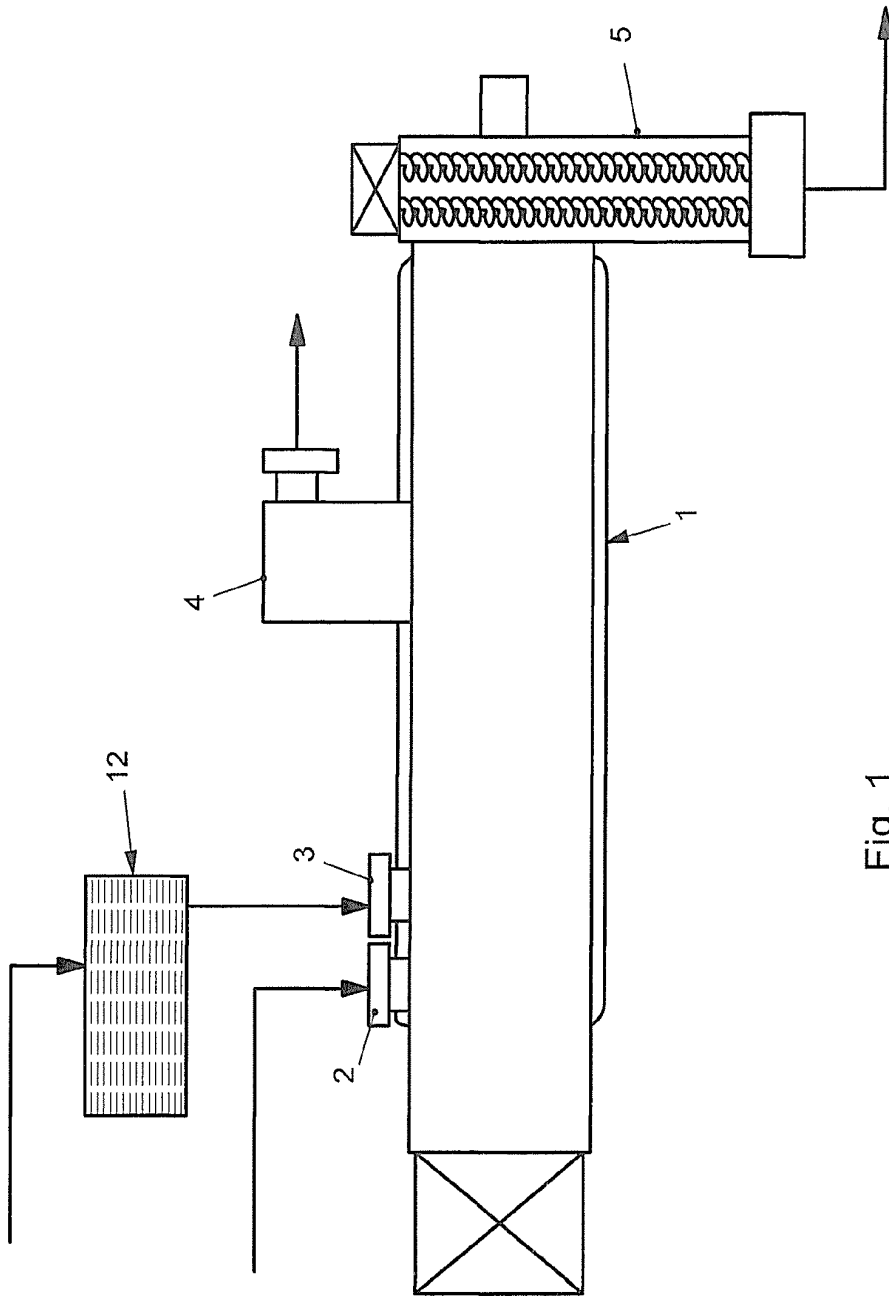


Fig. 1

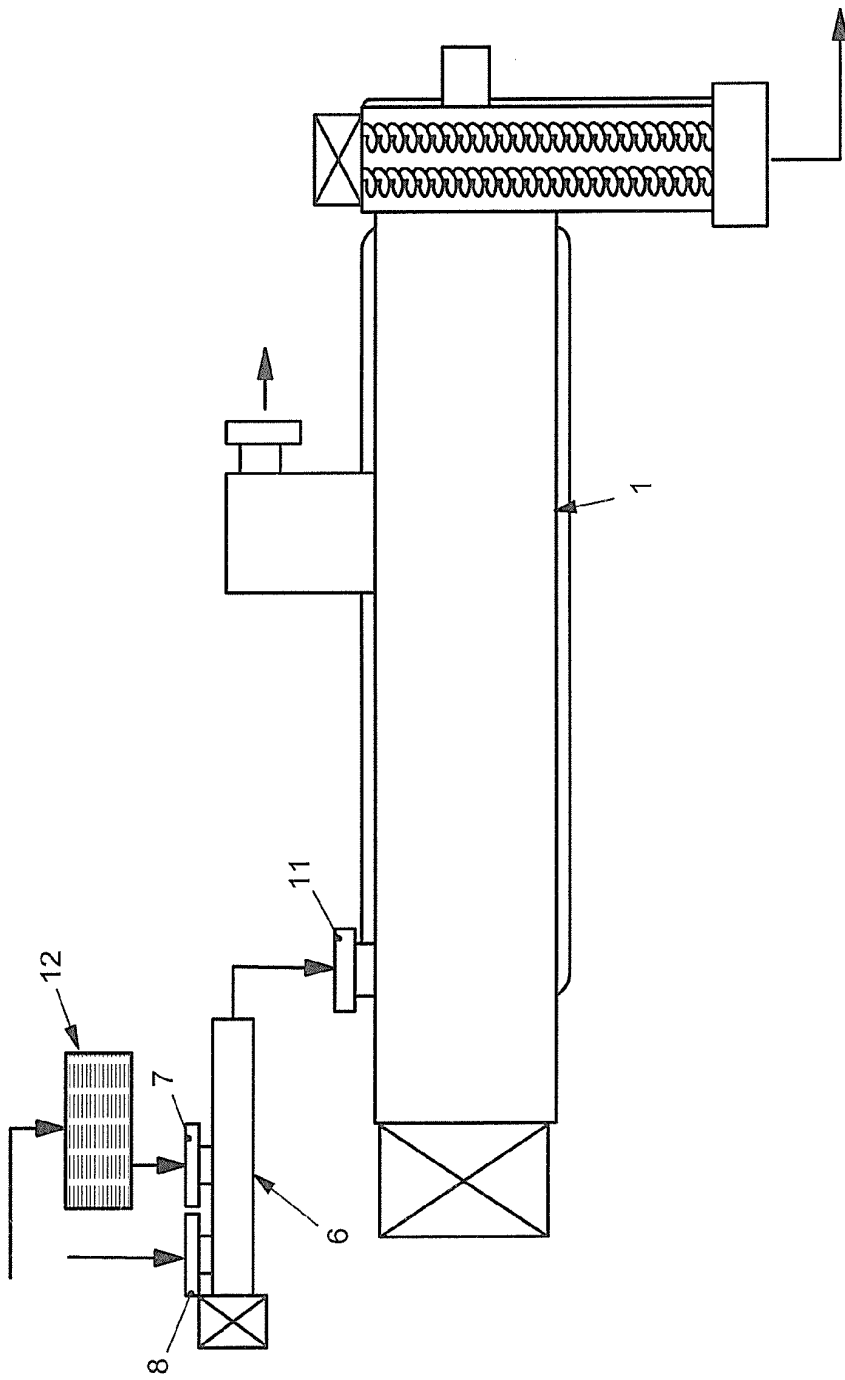


Fig. 2

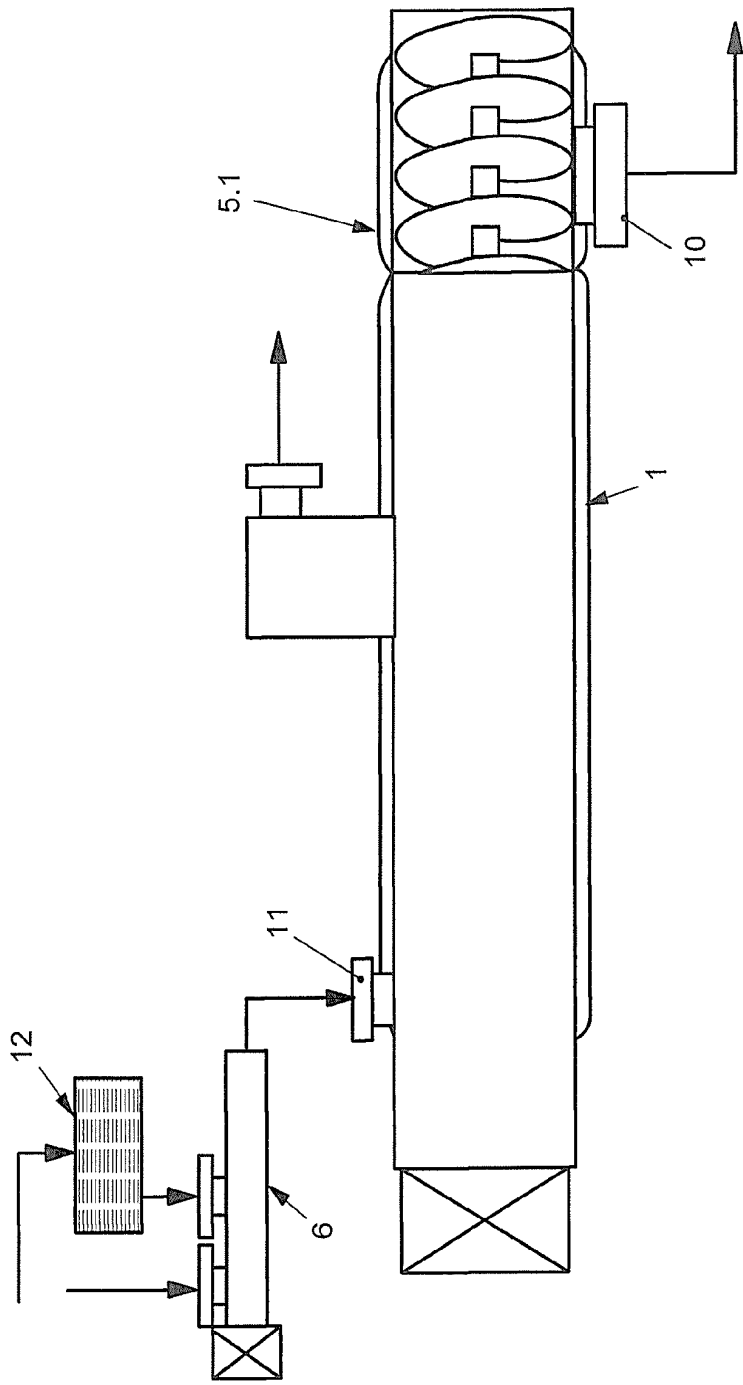


Fig. 3