

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 955655 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 955655

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
D01F 2/00

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 20.05.1994

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 23.11.1995

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 23.11.1995

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 13.06.2019

(86) Kansainvälinen hakemus - 20.05.1994 PCT/GB1994/001090
Internationell ansökan - International
application

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

24.05.1993 US 067431

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Courtaulds Fibres (Holdings) Limited, 50 George Street London W1A 2BB, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Sellars, Alan, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 •Quigley, Michael Colin, Meriden CV5 9QH, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Papula Oy, Mechelininkatu 1 a, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kehruuliuksen pitoisuuden valvonta tuotevalmistuksessa

Övervakning av spinnlösningens koncentration vid produkttillverkning

KEHRUULIUOKSEN PITOISUUDEN VALVONTA TUOTEVALMISTUKSESA

Keksintö koskee selluloosatuohteen (esim. selluloosakuidun) valmistuksessa selluloosan liuokses-
 5 ta orgaanisessa liuottimessa, erityisesti amiinioksi-
 dissa ja vedessä, käytetyn kehruuliuoksen komponentti-
 en pitoisuuden valvontaa. Tällä tavalla valmistettu
 selluloosa tunnetaan lyocellina ja siihen viitataan
 tämän jälkeen liuoskehrättynä selluloosana tai lyocel-
 10 lina. Tässä hakemuksessa käytetty termi kehruuliuos
 viittaa selluloosan liuokseen vesipitoisessa tertiää-
 risessä amiinioksidissa.

Keksintö pyrkii erityisesti varustamaan lait-
 teen kehruuliuoksen pitoisuuden valvomiseksi, ennen
 15 kuin se viedään kehrättäväksi (esim. säikeiksi, jotka
 on määrä jatkokäsitellä haluttujen kuitujen muodosta-
 miseksi). Lyocell-selluloosan valmistusta kuvataan
 esim. patentissa U.S. 4,416,698, jonka sisältö sisäl-
 lytetään tähän hakemukseen tällä viittauksella. Tämä
 20 patentti julkistaa menetelmän selluloosasäikeiden
 tuottamiseksi liuottamalla selluloosa sopivaan liuot-
 timeen, kuten tertiäärinen amiini(N-)oksidi.

Kuuma selluloosaliuos, s.o. kehruuliuos, suu-
 lakepuristetaan eli kehrätään sopivan suulakkeen kä-
 25 sittävän suutinlaitteiston läpi tuottamaan kehruuliu-
 ossäikeitä, jotka viedään veteen amiinioksidiliuotti-
 men uuttamiseksi suulakepuristetuista säikeistä halu-
 tun suulakepuristetun tuotteen valmistamiseksi.

Keinotekoisesti muodostettujen materiaalisäi-
 30 keiden valmistus suulakepuristamalla eli kehräämällä
 liuos tai neste kehrusuulakkeen läpi säikeiden muo-
 dostamiseksi on tietysti tunnettua. Aluksi valmistet-
 tiin suhteellisen pieni määrä yksittäisiä säikeitä,
 jotka säikeet puolattiin yksittäin käytettäväksi jat-
 35 kuvana säiemateriaalina. Tämä tarkoitti, että jatkuvi-
 en säikeiden määrän, joka tarvitsi tuottaa, määräsi

pääosin niiden säikeiden määrä, jotka voitiin puolata yksittäin joko ennen kuivausta tai sen jälkeen.

Kuitenkin, jos kuitu tuotetaan rohtimena tai tapulikuittuna, silloin soveltuvat erilaiset kriteerit
 5 säikeiden määrään, joka voidaan valmistaa kullakin kerralla. Rohdin koostuu pääasiassa nipusta pääosin yhdensuuntaisia säikeitä, joita ei käsitellä yksit-
 täin. Tapulikuittu koostuu pääosin lyhytkuituisesta massasta. Tapulikuittu voidaan valmistaa katkaisemalla
 10 kuiva rohdin tai se voidaan valmistaa muodostamalla rohdin, katkaisemalla se sen ollessa yhä märkää ja kuivaamalla katkaistu tapulikuittumassa.

Koska rohdin- tai tapulituotteen ollessa ky-
 seessä ei ole tarvetta käsitellä yksittäisiä säikeitä,
 15 voidaan samanaikaisesti tuottaa suuria kuitumääriä.

Jotta kehruuliuos voidaan kehrätä helposti halutuksi lopputuotteeksi, on välttämätöntä varmistaa, että kolmifaasikehreen, s.o. selluloosan, amiinioksi-
 din ja veden, pitoisuus pidetään ennalta määrätyissä
 20 rajoissa. Siten valmistusprosessin alussa sekoitetaan amiinioksidin, vesi ja silputtu selluloosa yhdessä sta-
 bilisaattorin, kuten propyyli-
 25 gallaatin, kanssa esisekoitettuna liuos voidaan viedä ohutkalvohaihduttimen läpi korotetun lämpötilan ja alennetun paineen olosuh-
 teiden käyttämiseksi alentamaan seoksen vesipitoisuut-
 ta ja muodostamaan kuuma viskoosi liuos eli kehruuliu-
 os. Kehruuliuos viedään ohutkalvohaihduttimesta suu-
 tinlaitteistoon muodostamaan kehruuliuossäikeitä, jot-
 30 ka viedään sitten kehruhauteen läpi ja edelleen vesi-
 hauteeseen amiinioksidiliuottimen uuttamiseksi. Tulok-
 seksi saatu tuote (,joka voi olla kuiturohdin,) vie-
 dään sitten jatkotyöstövaiheisiin, esim. pintakäsittel-
 lyyn, kuivaukseen ja kiharrukseen ja/tai varastoin-
 35 tiin.

Säikeistä uutettua amiinioksidia edullisesti kierrätetään. Siten, amiinioksidin talteenottamiseksi,

kehruuhauteen sisältö viedään haihduttimeen amiinioksidin pitoisuuden nostamiseksi alkuperäiselle lähtöaineelle halutuksi. Tämä amiinioksidi syötetään sitten esisekoittajaan lisäselluloosan kanssa jakson käynnistämiseksi uudelleen. Lisäksi voidaan myöhemmän vesihauteen amiinioksidi/vesi johtaa uudelleen kehruuhauteeseen.

Havaitaan, että amiinioksidi/vesi/selluloosapitoisuuksia kehruuliuksessa täytyy valvoa sen varmistamiseksi, että se on vahvuudeltaan oikea hyvän tuotteen valmistamiseksi.

Keksinnön yksi tarkoitus on siksi varustaa valvontalaite sen tarkistamiseksi ja varmistamiseksi, että kuuman viskoosin kehruuliuksen amiinioksidin/vesi/selluloosakonsentraatio on pitoisuudeltaan haluttu, ennen kuin se kulkee suutinlaitteistoon. Valvontaa seuraa edullisesti seoksen säätö haluttuihin pitoisuuksiin.

Keksinnön lisätarkoitus on varustaa valvontalaite myöhemmästä vesihauteesta lasketun amiinioksidin pitoisuuden tarkistamiseksi.

Keksinnön muu lisätarkoitus on varustaa valvontalaite sen tarkistamiseksi ja varmistamiseksi, että kierrätettävän amiinioksidin pitoisuus on halutulla tasolla sen takaisin esisekoittajaan syöttämistä ajatellen. Keksintö perustuu hämmästyttävään toteamukseen, että jos kolmifaasiliuoksen, s.o. selluloosa, amiinioksidi ja vesi, taitekerroin pidetään suhteellisen kapeissa ennalta määrätyissä rajoissa, s.o. jos nämä kolme ainesosaa säädetään siten, että kehruuliuksen taitekerroin pysyy noissa rajoissa, voidaan kehruuliuksesta saada hyvä tuote. Jos kehruuliuksen pitoisuus muuttuu siten, että kehruuliuksen taitekerroimen annetaan mennä noiden rajojen ulkopuolelle, tyydyttävää tuotetta ei saada aikaan. Syitä tähän ei täysin ymmärretä ja on todella hämmästyttävää, että kolmifaasiliuoksen pitoisuutta voidaan säätää tällä

tavalla.

Keksintö varustaa siten yhdessä suoritusmuodossa menetelmän liuoksen pitoisuuden valvomiseksi käytettäväksi ainakin yhden pitkän liuoskehrätyn selluloosaosan valmistuksessa, joka on, tunnettu siitä, että selluloosa liuotetaan amiinioksidein ja veteen kuumen kehruuliuoksen muodostamiseksi, kehruuliuos viedään suutinlaitteistoon suulakepuristettavaksi muodostamaan pitkä osa, pitkä osa viedään amiinioksidin ja veden liuosta sisältävän kehruhauteen läpi, jossa osa pitkän osan amiinioksidista uutetaan kehruhauteeseen ja pitkä osa viedään sitten vesihauteen läpi, jossa jäljelle jäänyt amiinioksidi uutetaan, ainakin yhden liuoksen taitekerroin mitattaessa ja liuoksen pitoisuutta säädettyä, mikäli sen taitekerroin muuttuu ennalta määritetystä arvosta enemmän kuin ennalta määritetyn määrän.

Kehruuliuoksen taitekerroin mitataan edullisesti ennen sen suulakepuristamista ja kehruuliuoksen pitoisuutta säädetään, jos taitekerroin sijoittuu alueen 1,4890-1,4910 ulkopuolelle 60°C:ssa.

Amiinioksidi, vesi ja selluloosa sekoitetaan edullisesti esisekoittajassa ja siten saatu liuos viedään ohutkalvohaihduttimen läpi vesipitoisuuden alentamiseksi muodostamaan kuuma viskoosi kehruuliuos.

Toisessa suoritusmuodossa keksintö varustaa laitteiston liuoskehrätyn selluloosan ainakin yhden pitkän osan valmistuksessa käytettävän liuoksen pitoisuuden valvomiseksi, joka käsittää laitteen kuumen kehruuliuoksen muodostamiseksi selluloosan, amiinioksidin ja veden seoksesta, suulakepuristimen ainakin yhden jatkuvan pitkän osan muodostamiseksi kuumasta kehruuliuoksesta, amiinioksidin ja veden liuosta sisältävän kehruhauteen, jonka läpi pitkä osa voidaan viedä, amiinioksidin ja veden liuosta sisältävän vesihauteen, jonka läpi pitkä osa voidaan viedä ja valvontalaitteen, valvontalaitteen käsittäessä laitteen ai-

nakin yhden liuoksen taitekertoimen mittaamiseksi.

Amiinioksidiliuotin on edullisesti tertiääri-
nen amiini(N-)oksidi. Selluloosan lähde voi olla esim.
paperivilla tai silputtu puumassa. Pieni määrä stabi-
lisaattoria, esim. propyyli-gallaattia, voidaan myös
5 lisätä esisekoittajaan, esim. 0,1-2 p% ainesosista.

Taitekertoimen valvontalaite voi olla manuaalinen, s.o. panoksittainen mittaus, jossa näytteet kuumasta kehruuliuksesta otetaan aikavälein ja vi-
10 dään sopivaan mittariin mittausta varten tai laite voi olla tuotantolinjaan kytketty jatkuvatoiminen mittauslaite. Sopiva mittari prosessiin kytkettyä mittausta varten on esim. K-Patentsin tarjoama Process Refractometer, tyyppi PR-01.

15 Havaitaan, että kehruuliuoksen taitekerroin
muuttuu lämpötilan funktiona. Siksi on välttämätöntä
ottaa huomioon lämpötila ja panoksittaisessa testime-
netelmässä on edullista, että mittaus suoritetaan
60°C:ssa. Kuuman näytteen annetaan siten jäähtyä tuo-
20 hon lämpötilaan ennen kuin lukema otetaan. Jos suori-
tetaan prosessiin kytkettyä valvontaa, silloin on
välttämätöntä, että valvontalaite mittaa myös kehruu-
liuoksen lämpötilan ja että taitekertoimen mittauslai-
te on kalibroitu kompensoimaan lämpötilan vaikutus.

25 On havaittu, että kehruuliukset, joiden tai-
tekerroin on 60°C:ssa alueella 1,4890-1,4910, ovat
tyyydyttäviä käytettäväksi ja johtavat tyydyttäviin
tuotteisiin. Kuten edellä on esitetty, liuoskehrätty-
jen selluloosasäikeiden valmistuksessa voidaan säi-
30 keistä uutettua amiinioksidia kierrättää ja käyttää
tarvittavan pitoisuuden säädön jälkeen liuottamaan li-
sää selluloosaa. Lisäksi suulakepuristimen suulakkees-
ta purkautuvat kuumat säikeet viedään kehruhauteen
läpi, jossa kierrätetään veden ja selluloosan seosta
35 ja amiinioksidin osittainen uuttaminen säikeistä al-
kaa. Kehruuhauteesta säikeet kulkevat sitten vesihau-
teeseen, missä uuttamisprosessi saatetaan loppuun. Ve-

sihauteesta amiinioksidia voidaan siten kierrättää kehruhauteeseen.

Vesihautesta ulos laskettua amiinioksidia voidaan kierrättää prosessiin kytketyn valvonta-aseman
5 kautta, jossa sen pitoisuutta valvotaan jatkuvasti sitä kehruhauteeseen viettäessä.

Amiinioksidia voidaan laskea ulos kehruhauteesta ja sen pitoisuus, esim. vesipitoisuus, säätää
10 vaaditulle tasolle uudelleenkäyttöä varten alun esikoitusvaiheessa lisäselluloosan liuottamiseksi ja pitoisuudeltaan säädetty amiinioksidi voidaan sitten kierrättää prosessiin kytketyn valvonta-aseman kautta, missä sen säädettyä pitoisuutta valvotaan jatkuvasti.

Keksinnön yksittäisiä suoritusesimerkkejä kuvataan nyt edelleen ainoastaan esimerkin avulla viittaamalla liitteen piirroksiin, joissa:

kuva 1 esittää selluloosan kolmifaasidiagrammia N-metyylimorfoliini(N-)oksidissa ja vedessä;

kuva 2 esittää kaaviomaisesti taitekertoimen
20 mittauslaitetta;

kuva 3 esittää kaaviomaisesti liuoskehrätyn selluloosakuiturohtimen, s.o. lyocellkuitujen, eri valmistusvaiheita;

kuva 4 esittää amiinioksidin ja veden liuosten taitekertoimen kuvaajaa 60°C:ssa pitoisuuden muuttuessa; ja

kuva 5 esittää 77,5 % amiinioksidia ja 22,5 % vettä sisältävän liuoksen taitekerrointa lämpötilan muuttuessa.

30 Kuvan 1 kolmifaasidiagrammi osoittaa selvästi, että selluloosan pysymiseksi liuoksessa amiinioksidi/vesifaasissa, näiden kolmen aineen suhteet täytyy pitää tarkasti määritetyillä ja kapeilla pitoisuusalueilla.

35 Kuvassa 2 kuvataan edullisen taitekertoimen mittauksen perusperiaatetta. Prismaan 10, jonka pinta 11 kostutetaan liuoksella, jonka pitoisuutta mitataan,

- kohdistetaan valonsädekimppu 12 lähteestä 13 säteiden ollessa monissa kulmissa pintaan 11 nähden. Jotkut säteistä 12A tahtuvat ja kulkevat prisman pinnan 14 läpi. Muut 12B säteistä heijastuvat ja kulkevat prisman
- 5 pinnan 15 läpi heijastuen vastaanottimelle 16. Vastanottimen osa 16A on varjossa eikä vastaanota lainkaan valonsäteitä, ja osa 16B vastaanottaa valonsäteet 12B. Rajakohdan paikan osien 16A ja 16B välissä määrittää kyseessä olevan liuoksen pitoisuus. Taiteker-
- 10 toimen mittauslaite voidaan siten kalibroida etukäteen käyttäen pitoisuudeltaan tunnettuja liuoksia. Vastanottimen 16 valokennoanturien avulla rajakohtaa varjoalueen ja muun osan välissä voidaan valvoa ja käyttämällä esiohjelmoitua mikroprosessoria eli piirilevyä
- 15 17 ennalta määritetyt ja asetetut arvot ylittävät pitoisuuden muutokset laukaisevat vasteen, joka voi aktivoida tasauslaitteen automaattisesti, tai haluttaessa manuaalisesti, pitoisuuden poikkeaman korjaamiseksi.
- 20 Kuvassa 3 amiinioksidin ja vesi syötetään esisekoittajaan 30 syöttöaukon 31 kautta ja silputtu selluloosa, stabilisaattori ja vesi syötetään esisekoittajaan syöttöaukon 32 kautta. Siten muodostettu seos viedään ohutkalvohaihduttimen 33 läpi, jossa vesipitoisuutta alennetaan ja tuotetaan kuuma kehruliuos. Esim. amiinioksidin/veden 78/22 painosuhteinen seos ja selluloosan/veden 94/6 painosuhteinen seos voidaan syöttää esisekoittajaan suhteissa, jotka antavat selluloosan/veden/amiinioksidin 13/19/68 painosuhteisen
- 25 seoksen. Tuo seos viedään ohutkalvohaihduttimeen 33, jossa seosta lämmitetään ja haihdutetaan ja vesipitoisuutta alennetaan siten, että siellä muodostunut liuos (kehre) on 15/9/76 painosuhteinen selluloosan/veden/amiinioksidin liuos.
- 30 Kalvohaihduttimesta 33 kuuma kehruliuos siirretään kehrusuulakkeeseen 34, jossa se kehrätään jatkuviksi kuitusäikeiksi 35. Kun kuumat säikeet 35

purkautuvat kehrusuulakkeesta 34, ne kulkevat ilmara-
on läpi kehruhauteeseen 36, jossa kierrätetään veden
ja amiinioksidin seosta. Käynnistettäessä kehruhau-
teessa ei ole lainkaan amiinioksidia, mutta sen suhde
5 veteen saattaa nousta n. 25 p%:iin. Kehruuhauteesta 36
säikeet kulkevat telan 37 kautta pesuhauteeseen 38.
Pesuhauteen läpi kulkevat säikeet voivat olla le-
veydeltään esim. 12"-14" (30-35 cm). Pesukylvyssä 38
kehruhauteessa 36 uuttamaton amiinioksidi pestään
10 säikeistä ja vesihauteesta nouseva rohdin 39 on liuos-
kehrätty selluloosarohdin, s.o. lyocellrohdin.

Pesukylvystä 38 rohdin viedään pintakäsitte-
lyvaiheisiin, esim. kylvyn läpi pintakäsittelykemikaa-
lien lisäämiseksi kuituun, kuivaajan läpi ja kiharruk-
15 seen ja/tai varastoon ja/tai katkaisulaitteeseen säi-
keiden lyhentämiseksi tapulikuidun pituuksiin.

Sen varmistamiseksi, että ohutkalvohaihdutti-
mesta 33 kehrusuulakkeeseen kulkevan selluloos-
san/veden/amiinioksidin kehruuliuos on pitoisuudeltaan
20 vaadittu, varustetaan venttiili 50 haihduttimen ja
kehrusuulakkeen väliin siten, että kokeita varten
voidaan liuoksesta ottaa näytteitä. Sopivin aikavälein
otetaan 100 g näytteet (3,5 unssia). Kehruuliuos on
kuuma ja hyvin viskoosi liuos tässä vaiheessa (esim.
25 sen viskositeetti voi olla 1-5000 Pas 105°C:ssa) ja on
havaittu käteväksi kääriä näytteet polyesterikalvoon
niiden siirtämiseksi kuvassa 3 esitettyyn taitekerto-
imen mittausasemaan 40. Taitekertoimen mittauslaittee-
seen 40 asetetaan 100 g:n näytteestä 5 g:n (0,18 uns-
30 sia) 1 mm:n (0,04") paksuinen osa, joka pidetään
60°C:ssa. Kahden minuutin jälkeen antaen näytteen läm-
pötilan saavuttaa 60°C mitataan sen taitekerroin. Mit-
talaite on kalibroitu etukäteen edellä kuvatulla ta-
valla. Selluloosa/vesi/amiinioksidiliuoksen suhteissa
35 19/9/76 taitekerroinmittauksen pitäisi olla 1,4895.
Arvolla 1,4860 huomattava osa selluloosakuiduista on
saostunut liuoksesta ja arvolla 1,4930 tapahtuu kitey-

tyminen. Siten, kuten edellä on esitetty, rajat 1,4890-1,4910 voidaan asettaa hyväksyttäviksi. Näiden rajojen ulkopuolinen lukema tarkoittaa, että esisekoittajan syöttö ja/tai haihduttimen käyttöolosuhteet
5 vaativat säätämistä.

Valmistusprosessin käynnistytksen aikana saat-
taa olla tarpeellista ottaa kuumen kehruuliuksen tai-
tekerroinlukemia joka minuutin tai 10 minuutin välein,
mutta normaalien käyttöolosuhteiden aikana mittaus
10 tunnin välein - 2 tunnin välein saatetaan havaita tyy-
dyttäväksi. Tietysti, mikäli havaitaan ongelmia, esim.
syöttömateriaalien kanssa, on tarpeellista lisätä val-
vontatiheyttä.

Kuvassa 3 esitetty valmistusprosessi sisältää
15 myös kaksi prosessiin kytkettyä taitekertoimen valvon-
ta-asemaa.

Vesi syötetään pesuhauteeseen 38 linjan 100
ja venttiilin 101 kautta. Hauteesta 38 jonkin verran
amiinioksidia sisältävä vesi viedään kierrätys säiliöön
20 102. Säiliön 102 vesi/amiinioksidi pumpataan sitten
pumpulla 103 linjaan 104. Sitten vesi/amiinioksidi
kulkee kehruhauteeseen 36 linjan 105 kautta. Kehruu-
hauteen 36 ylimääräinen vesi ja amiinioksidi kierräte-
tään säiliöön 102 linjan 106 kautta. Taitekertoimen
25 mittauslaite 107 valvoo vesi/amiinioksidisuhdetta lin-
jassa 104, ja amiinioksidin pitoisuuden linjassa kas-
vaessa avataan lisäksi venttiili 101 (liittymän 108,
109 kautta) veden virtauksen lisäämiseksi ja amiiniok-
sidin pitoisuuden alentamiseksi.

30 Ylimääräinen neste säiliöstä 102 siirretään
liuottimen talteenottoon 110:ssa.

Tarvittaessa useampi kuin yksi kuituja val-
mistava linja - esim. linja 111 voi syöttää säiliöön
102. Ainoastaan linjan 111 pesusäiliö 112 ja vesilinja
35 113 on esitetty, mutta se on muutoin sama kuin 34-39.

Taitekertoimen mittauslaite 107 valvoo säi-
löstä 102 kehruhauteeseen 36 kulkevaa amiinioksi-

di/vesipitoisuutta. Nytkin mittauslaite 107 on kalibroitu etukäteen käyttäen sopivia amiinioksid/vesiliuosten pitoisuuksia ja kehruhauteeseen kulkevaa liuosta varten amiinioksidi/vesisuhdetta, esim.

5 25/75 paino-osaa, voidaan edullisesti ylläpitää. Liuoksen taitekertoimen pitäisi olla 1,3676 60°C:ssa. Taitekertoimen mittauslaite kytketään mikroprosessoriyksikköön 120. Tämä voidaan asettaa etukäteen siten, että alueen, esim. 1,3644-1,3708 60°C:ssa, ulkopuolisen taitekertoimen mittaus käynnistää venttiilien, kuten vettä vesihauteeseen 38 syöttävän venttiilin 101 säädön. Tämän laitteen avulla vesi/amiinioksidipitoisuutta voidaan säätää tarkoituksenmukaisesti ja automaattisesti.

15 Kuva 4 osoittaa taitekertoimen lineaarisen muutoksen amiinioksidin pitoisuuden muuttuessa 60 °C:ssa. (Havaitaan, että kehruliuksen vastaava kuvaaja olisi 3-ulotteinen.)

Havaitaan, että kehruhauteeseen kulkevan

20 amiinioksid/vesiliuksen lämpötila ei ole 60°C:n lämpötilassa, jossa edellämäinitut kehruliuksen taitekertoimen mittaukset suoritettiin. Lämpötilan kompensointijärjestelmää täytyy käyttää kalibroimaan taitekertoimen mittaus prosessiin kytkettyä käyttöä varten.

25 Kuva 5 osoittaa taitekerroin/lämpötilariippuvuuden tyypilliselle amiinioksid/vesiliukselle (painosuhte 77,5/22,5). Vastaavia kuvaajia voidaan helposti piirtää ja suorittaa sopiva kalibrointi halutuille pitoisuuksille. Valvonta-asema mittaa siksi myös amiinioksin/veden lämpötilan siten, että mittauslaite käyttää oikeaa kalibrointialuetta.

30

Toinen prosessiin kytketty valvonta-asema 44 on esitetty kuvassa 3.

Säiliöstä 102 otettu amiinioksid/vesiliuos

35 kulkee venttiiliin 46, jossa voidaan lisätä tarvittaessa lisää amiinioksidia, ja sitten haihduttimen 45 läpi, joka voi olla tavanomainen kolmivaihehaihdutin,

- missä amiinioksidin pitoisuus veteen nähden kasvaa halutulle tasolle amiinioksidin uudelleen käyttöä varten, s.o. painosuhteeseen 78/22 edelläkuvatussa esimerkissä. Haihduttimesta 45 amiinioksidi/vesi kulkee
- 5 valvonta-asemaan 44, jossa sen taitekerrointa valvotaan jatkuvasti samalla tavoin kuin on kuvattu edellä viittaamalla asemaan 107. Liuoksen 78/22 taitekertoimen mittauksen, lämpötilakompensoituna edellä kuvatulla tavalla, pitäisi olla 1,4624 60°C:ssa. Jos arvo si-
- 10 joittuu alueen 1,4620-1,4628 ulkopuolelle, mikroprosessori 47, johon taitekertoimen mittausasema on kytketty, voi sen mukaisesti ohjata venttiiliä 46 syöttämään lisää amiinioksidia tai säätää haihduttimen 45 käyttöolosuhteita.
- 15 Havaitaan, että useita suoritusesimerkkejä voidaan muuttaa erkanematta seuraavissa patenttivaatimuksissa määritetystä keksinnön suojapiiristä.
- Erityisesti haluttuja amiinioksidin/veden/selluloosan suhteita voidaan prosessin eri vai-
- 20 heissa vaihdella vastaamaan poikkeavia valmistusolosuhteita ja lopputuotteen vaatimuksia.
- Lisäksi haluttaessa voi useampi kuin yksi valmistuslinja jakaa yhden prosessiin kytketyn, sopivilla hallintalaitteilla varustetun valvonta-aseman
- 25 sen määrittämiseksi, mikä linja kulloinkin vaatii säätämistä.

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä liuoksen pitoisuuden valvomiseksi käytettäväksi ainakin yhden pitkän liuoskehrätyn selluloosaosan valmistuksessa, t u n n e t t u siitä, että selluloosa liuotetaan amiinioksidiin ja veteen kuumen kehruuliuoksen muodostamiseksi, kehruuliuos viedään suutinlaitteistoon (34) suulakepuristettavaksi muodostamaan pitkä osa (35), pitkä osa viedään amiinioksidin ja veden liuosta sisältävän kehruhauteen (36) läpi, jossa osa pitkän osan amiinioksidista uutetaan kehruhauteeseen ja pitkä osa viedään sitten vesihauteen (38) läpi, jossa jäljelle jäänyt amiinioksidi uutetaan, ainakin yhden liuoksen taitekerroin mittausta ja liuoksen pitoisuutta säädettyä, mikäli sen taitekerroin poikkeaa ennalta määritetystä arvosta enemmän kuin ennalta määritetyn määrän.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kehruuliuoksen taitekerroin mitataan ennen sen suulakepuristamista ja kehruuliuoksen pitoisuutta säädetään, jos taitekerroin sijoittuu 60°C:ssa alueen 1,4890-1,4910 ulkopuolelle.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että selluloosa, amiinioksidi ja vesi esisekoitetaan liuoksen muodostamiseksi ja liuos viedään ohutkalvohaihduttimen (33) läpi sen vesipitoisuuden alentamiseksi muodostamaan haluttu kehruuliuos ja taitekertoimen mittausta suoritetaan haihduttimen (33) ja suutinlaitteiston (34) välissä otetulle kehruuliuosnäytteelle.

4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pitkän osan (35) amiinioksidi kierrätetään vesihauteesta (38) kehruhauteeseen (36) ja vesihauteesta (38) kehruhauteeseen (36) kulkevan amiinioksidin/vesiliuoksen pitoisuutta valvotaan liuoksen taitekertoimen mittausten avulla.

5. Jonkin patenttivaatimuksista 1-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kehruhauteen (36) amiinioksidia kierrätetään ja käytetään liuottamaan lisää selluloosaa ja kehruhauteesta (36) kulkevan kierrätettävän amiinioksidin/vesiliuoksen pitoisuutta valvotaan liuoksen taitekertoimen mittausten avulla.

6. Patenttivaatimuksen 4 tai 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että liuoksen taitekerrointa valvotaan jatkuvasti prosessiin kytketyn mittalaitteen (107, 44) avulla ja valvontaan kuuluu myös amiinioksidin/vesiliuoksen lämpötilan mittaaminen ja taitekertoimen arvon kompensoiminen lämpötilavaihteluilla.

7. Patenttivaatimuksen 4, 5 tai 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että amiinioksidin/vesiliuos viedään haihduttimen (45) läpi sen vesipitoisuuden alentamiseksi ennen sen vientiä prosessiin kytkettyyn valvontamittauslaitteeseen.

8. Jonkin patenttivaatimuksista 1-7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pitkät osat muodostetaan jatkuvina säikeinä.

9. Jonkin patenttivaatimuksista 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että soveltuvuus amiinioksidin ja veden seokseen liuotetun selluloosan kehruuliuoksen kehräämiseen, kehruuliuoksen ollessa selluloosan, amiinioksidin ja veden kolmifaasidiagrammin rajoissa, jotka määrittävät ensimmäinen pisteet (85 % amiinioksidia, 15 % vettä, 0 % selluloosaa) ja (31 % selluloosaa, 0 % vettä, 69 % amiinioksidia) yhdistävä suora, toinen pisteet (78 % amiinioksidia, 22 % vettä, 0 % selluloosaa) ja (34 % selluloosaa, 66 % amiinioksidia, 0 % vettä) yhdistävä suora, selluloosan pohjaviiva ja amiinioksidin pohjaviiva, määritetään mittaamalla kehruuliuoksen taitekerroin ja määrittämällä onko kehruuliuoksella ennalta määrättyllä alueella oleva taitekerroin.

10. Laitteisto liuoskehrätyn selluloosan ainakin yhden pitkän osan valmistuksessa käytettävän liuoksen pitoisuuden valvomiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää laitteen (30) kuuman kehruuliuoksen muodostamiseksi selluloosan, amiinioksidin ja veden seoksesta, suulakepuristimen (34) ainakin yhden jatkuvan pitkän osan (35) muodostamiseksi kuumasta kehruuliuoksesta, amiinioksidin ja veden liuosta sisältävän kehruhauteen (36), jonka läpi pitkä osa (35) voidaan viedä, amiinioksidin ja veden liuosta sisältävän vesihauteen (38), jonka läpi pitkä osa voidaan viedä ja valvontalaitteen (40, 107, 44), valvontalaitteen käsittäessä laitteen ainakin yhden liuoksen taitekertoimen mittaamiseksi.

11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että siihen kuuluu haihdutin (33, 45) lämmön ja alennetun paineen vaikutusten kohdistamiseksi yhteen liuoksista, jota kautta sen vesipitoisuutta voidaan alentaa.

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että laite taitekertoimen mittaamiseksi on laite (40) kuuman kehruuliuoksen anosta varten ja varustetaan laite (50) ottamaan näytteet kuumasta kehruuliuoksesta ohutkalvohaihduttimen (33) ja suulakepuristimen suulakkeen (34) välissä.

13. Patenttivaatimuksen 12 mukainen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että laite (40) taitekertoimen mittaamiseksi kalibroidaan suorittamaan mittaus n. 60°C:ssa ja ilmaisemaan taitekertoimen mittaustulos alueen 1,4890-1,4910 ulkopuolella.

14. Jonkin patenttivaatimuksista 10-13 mukainen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että valvontalaite käsittää laitteen (107) vesihauteesta (38) kehruhauteeseen (36) kulkevan amiinioksidi/vesiliuoksen pitoisuuden valvomiseksi mittaamalla sen taitekerroin.

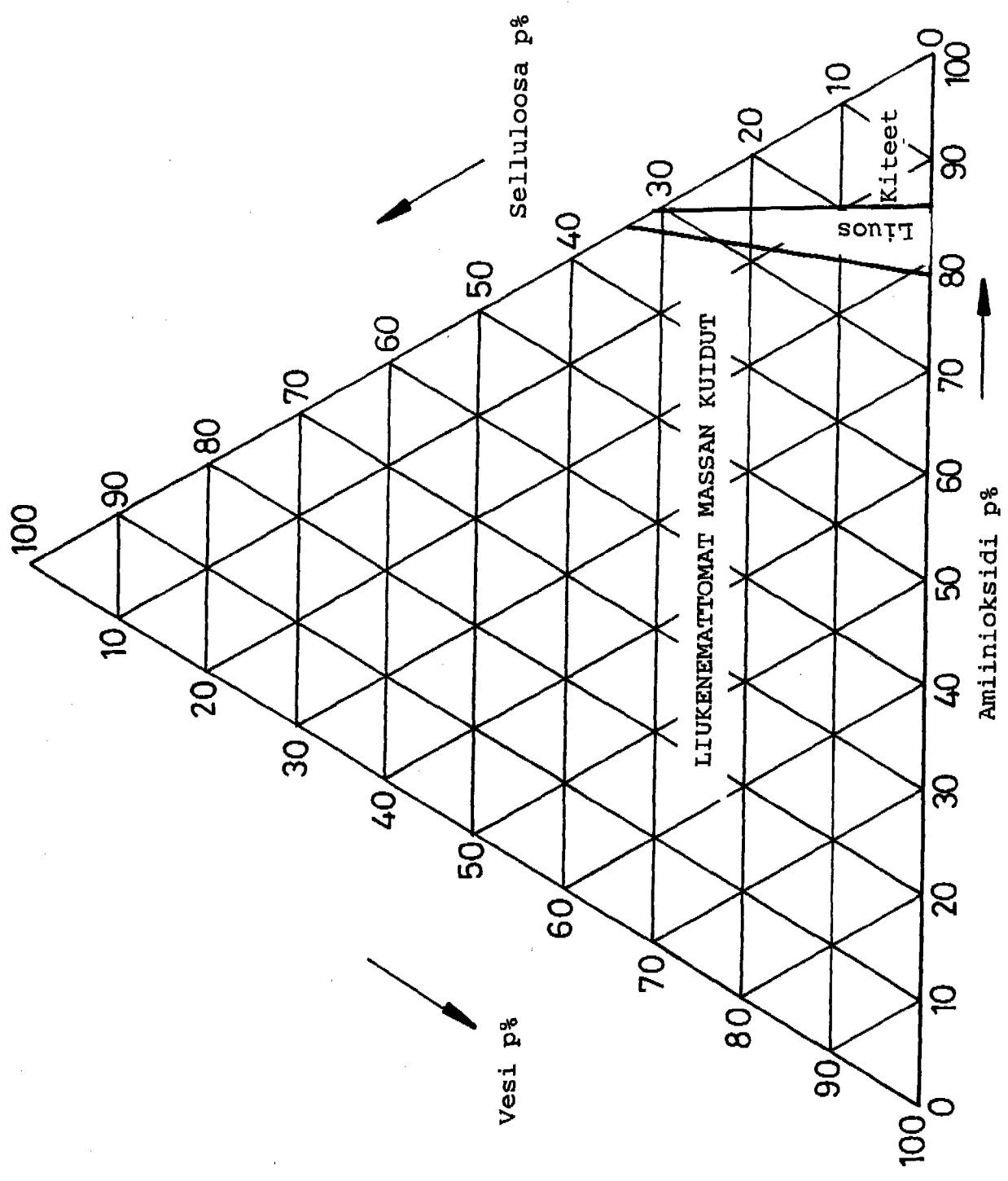
15. Jonkin patenttivaatimuksista 10-14 mukai-

nen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että valvon-
talaite käsittää laitteen (44) vesihauteesta (38) sel-
luloosan, amiinioksidin ja veden sekoittavaan laitteeseen (30) kulkevan amiinioksidi/vesiliuoksen pitoisuus-

5 den valvomiseksi mittaamalla sen taitekerroin.

16. Jonkin patenttivaatimuksista 10-15 mukainen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että valvon-
talaite (107, 44) kytketään mikroprosessoriin (120, 47), joka ohjelmoidaan käynnistämään liuoksen pitoi-
10 suuden säätö, mikäli taitekertoimen arvo sijoittuu en-
nalta määritetyn alueen ulkopuolelle.

Fig.1



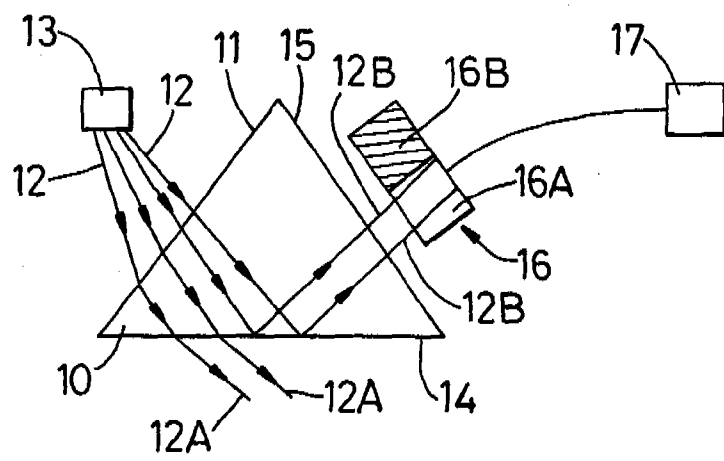


Fig. 2

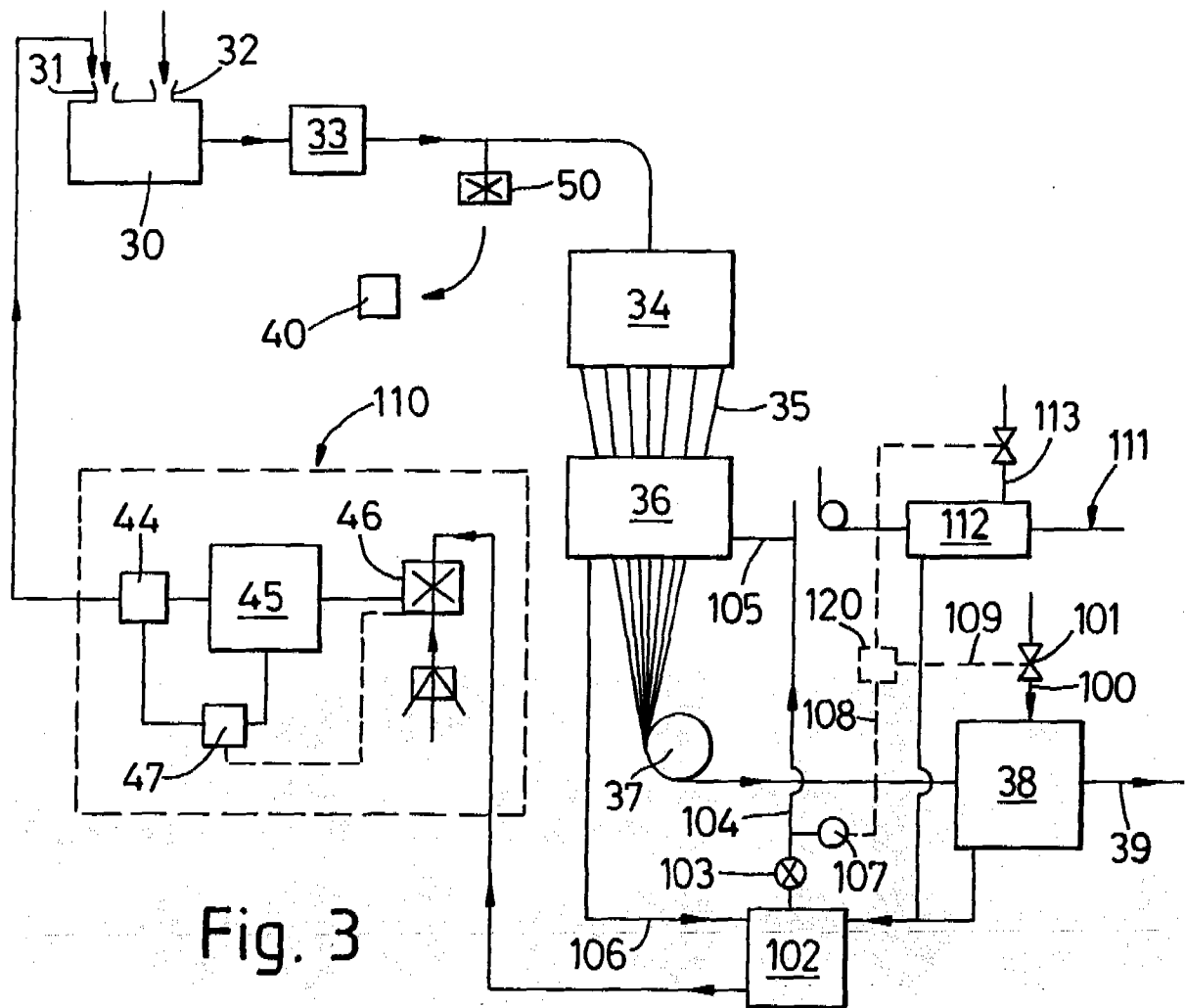
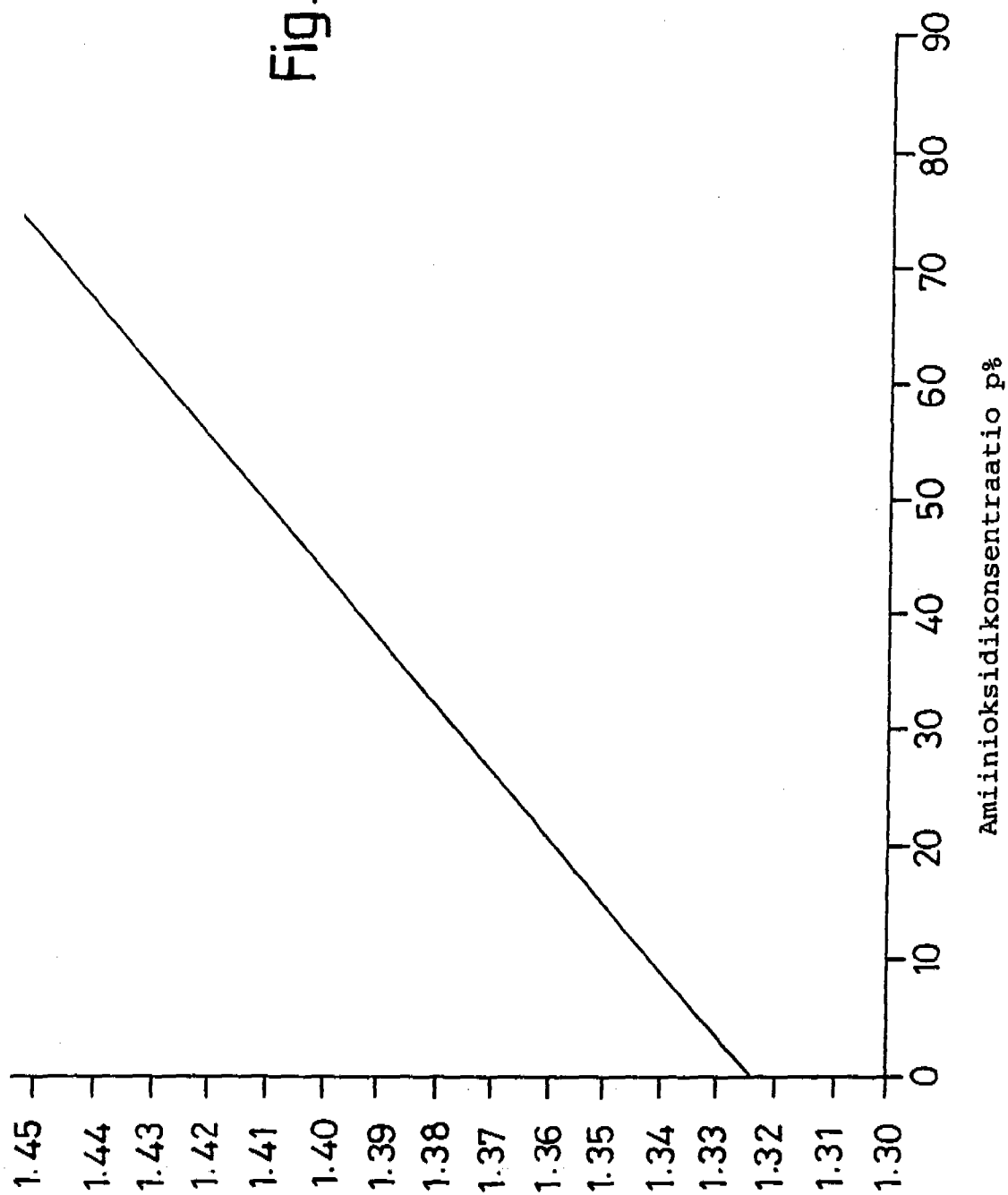


Fig. 3

001195 955056



33.11.88 08.05.16

