



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111334869 B

(45) 授权公告日 2025. 01. 24

(21) 申请号 202010254693.2

(22) 申请日 2020.04.02

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 111334869 A

(43) 申请公布日 2020.06.26

(73) 专利权人 亚太森博(山东)浆纸有限公司

地址 276800 山东省日照市经济技术开发区北京路369号

(72) 发明人 刘斌 魏良红 杨丽君 郝建全

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

专利代理师 刘颖

(51) Int. Cl.

D01D 1/02 (2006.01)

D01F 2/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 105037753 A, 2015.11.11

CN 108486297 A, 2018.09.04

CN 211947299 U, 2020.11.17

RU 2444437 C1, 2012.03.10

审查员 张文

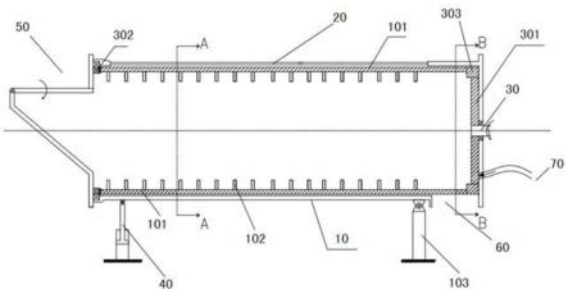
权利要求书1页 说明书9页 附图4页

(54) 发明名称

一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统及方法

(57) 摘要

本发明提供了一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统及方法, 该系统包括溶胀装置和溶解装置, 所述溶胀装置用于NMMO溶液溶胀干浆粕, 所述溶胀装置是转鼓, 所述转鼓长度方向两端分别开设进料口和出料口, 所述转鼓通过转动的形式, 使其内部的物料从底部带到靠近顶部的位置再自由下落回底部, 同时朝出料口输送溶胀后物料。本发明将纤维素干浆粕和NMMO溶液进料至转鼓内, 混合的物料在转鼓内反复摔打, 得到溶胀后物料; 将溶胀后物料从转鼓排出, 并送入溶解装置溶解, 得到莱赛尔纺丝溶液。本发明可处理整片浆粕与溶剂混合, 在转鼓内摔打过程中, 浆粕和溶剂混合更充分。本发明优选采用分段式溶胀, 利于降低白芯数量。本发明为连续式生产, 能耗低。



1. 一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统, 包括溶胀装置和溶解装置, 干浆粕经溶胀装置溶胀后, 进入溶解装置溶解成纺丝原液, 所述溶胀装置用于NMMO溶液溶胀干浆粕, 其特征在于, 所述溶胀装置是转鼓, 所述转鼓长度方向两端分别开设进料口和出料口, 所述转鼓自身具有相对于水平方向的倾斜角, 通过转动的形式, 使其内部的物料从底部带到靠近顶部的位置再自由下落回底部, 同时朝出料口输送溶胀的物料;

所述进料口与出料口之间, 所述转鼓的外壳顶部或靠近顶部的位置设置有喷淋带, 喷淋带沿转鼓的外壳的轴向方向延伸, NMMO溶液从所述喷淋带喷淋至转鼓内; 所述喷淋带包括至少两个用于喷淋不同浓度NMMO溶液的喷淋段, 相邻喷淋段中, 在前的喷淋段喷淋的NMMO浓度低于在后的喷淋段的喷淋浓度;

所述转鼓通过转动的形式具体为: 转鼓的外壳固定, 转鼓的外壳内设置有可转动的拨料部件, 所述拨料部件为固定设有若干打手的拨料横梁, 拨料横梁带动打手, 拨料部件带动物料从转鼓底部到靠近顶部的位置再自由下落回底部;

或者, 所述转鼓通过转动的形式具体为: 转鼓的外壳转动, 转鼓的外壳内设置随其转动的拨料部件, 所述拨料部件为固定设有若干打手的拨料横梁, 拨料横梁与打手随外壳转动, 拨料部件带动物料从转鼓底部到靠近顶部的位置再自由下落回底部。

2. 根据权利要求1所述的制备系统, 其特征在于, 所述喷淋带两端分别延伸至转鼓的外壳的两端。

3. 根据权利要求2所述的制备系统, 其特征在于, 所述转鼓具有 $0\sim 10^{\circ}$ 可调的倾斜角度。

4. 一种使用如权利要求1~3任一项所述制备系统制备莱赛尔纺丝溶液的方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

将干浆粕和NMMO溶液加入转鼓内; 转鼓转动, 使干浆粕和NMMO溶液混合形成的物料在转鼓内反复摔打, 得到溶胀后物料; 所述NMMO溶液通过喷淋组件加入转鼓内, 喷淋组件形成一个沿转鼓轴向延伸的喷淋带;

将溶胀后物料从转鼓排出, 并送入溶解装置溶解, 得到莱赛尔纺丝溶液。

5. 根据权利要求4所述的制备方法, 其特征在于, 所述喷淋带包括两个喷淋段, 分别是在前的第一喷淋段和在后的第二喷淋段; 所述第一喷淋段NMMO的质量浓度为 $72\sim 78\%$, 喷淋温度为 $75\sim 82^{\circ}\text{C}$ 。

6. 根据权利要求5所述的制备方法, 其特征在于, 物料在所述第一喷淋段喷淋混合的时间长于其在第二喷淋段喷淋混合的时间。

一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及莱赛尔纤维生产技术领域,尤其涉及一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统及方法。

背景技术

[0002] 莱赛尔纤维(Lyocell纤维)是采用一种叔胺氧化物(N-甲基吗啉-N-氧化物)溶剂纺丝技术制取的再生纤维素纤维,因溶剂可以回收,被称为21世纪的绿色纤维。

[0003] 在制备Lyocell纤维工艺过程中,纤维素浆粕在一定浓度的NMMO水溶液中的混合、溶胀效果是纤维素溶解完全的关键,混合、溶胀不均匀容易导致溶液中纤维素固含量不均、形成白芯等问题,不利于后续纺丝等工艺,严重影响纺丝质量。纺丝原液的制备主要分为湿法、干法两种工艺。所谓湿法,即:将纤维素浆粕与水混合碎浆,然后把得到的浆粕溶液压榨除水,再经粉碎后与NMMO混合,并在储存罐内溶胀,使NMMO与纤维素充分结合,形成纤维素浆粥。溶胀完成后,将得到的浆粥输送至反应釜(如薄膜蒸发器)内蒸发溶解,形成纺丝原液。

[0004] 申请公布号为CN 108004611 A的中国专利文献公开了一种使用干浆粕制备溶剂法纤维素纤维纺丝原液的方法,其先配制含NaOH的NMMO溶液,然后将浆粕逐步投入该NMMO溶液,混合均匀,得到浆粥状混合物;将所述浆粥状混合物蒸发脱水使纤维素发生溶胀,再向溶胀后的纤维素混合物加入稳定剂和抗氧化剂,混合均匀得预混合物;最后,将预混合物脱水、溶解、脱泡,即得纤维素纺丝原液。

[0005] 上述现有技术属于干法制备莱赛尔纺丝溶液,一般具有以下特点:(1)浆粕不需要粉碎等加工处理,直接以浆板形态与NMMO溶液混合;和湿法相比,这省去了水力碎浆的工序。(2)工艺流程简单;与湿法工艺相比,干浆粕与NMMO溶液混合后,进入薄膜蒸发器,缩短工艺流程。(3)降低薄膜蒸发器能耗,有利于产能的提高;原因在于,干浆粕含水量为6%-7%左右,与湿法工艺浆粕(含水为50%)对比,干浆粕带入的水量大大降低,能够降低薄膜蒸气的能耗,有利于提高产能。(4)降低NMMO溶液蒸发蒸汽单耗;湿法工艺中湿浆粕与NMMO溶液混合时,NMMO浓度大约在80%-84%之间,而干浆粕混合所需的NMMO溶液的浓度为75%-80%之间。NMMO溶液在生产过程中循环使用,低浓度NMMO溶液通过蒸发得到高浓度NMMO溶液,在这一过程中,通过降低最终NMMO溶液蒸发浓度,可以降低蒸汽单耗。(5)干浆粕与NMMO溶液混合,由于NMMO溶液浓度较低,能够降低预溶解的程度,有利于NMMO跟纤维素充分接触溶胀。

[0006] 但是,上述干法制备技术中,采用水力碎浆机提供的机械外力制成纤维素/NMMO/H₂O混合物,生产中发现,用该方法制备的纺丝原液中,仍然可以观察到明显的白芯颗粒,这也说明了干浆粕直接与NMMO溶剂混合存在一定弊端,与湿法相比溶胀和溶解效果有待提高。另外,混合物料具有一定粘度,机械搅拌产生强烈剪切,破坏部分纤维形态也会严重影响纺丝质量。

发明内容

[0007] 有鉴于此,本申请提供一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统和方法,本发明提供的制备系统可连续式生产莱赛尔纺丝溶液,溶胀充分,并且品质较好,提高产量,降低单位丝束的生产成本,利于推广应用。

[0008] 本发明提供一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统,包括溶胀装置和溶解装置,所述溶胀装置用于NMMO溶液溶胀干浆粕,其中,所述溶胀装置是转鼓,所述转鼓长度方向两端分别开设进料口和出料口,所述转鼓通过转动的形式,使其内部的物料从底部带到靠近顶部的位置再自由下落回底部,同时朝出料口输送溶胀后物料。

[0009] 在一些优选实施方案中,所述转鼓通过转动的形式具体为:转鼓的外壳固定,转鼓的外壳内设置有可转动的拨料部件,拨料部件带动物料从转鼓底部到靠近顶部的位置再自由下落回底部。

[0010] 在另一些优选实施方案中,所述转鼓通过转动的形式具体为:转鼓的外壳转动,转鼓的外壳内设置随其转动的拨料部件,拨料部件带动物料从转鼓底部到靠近顶部的位置再自由下落回底部。

[0011] 优选地,所述进料口与出料口之间,所述转鼓的外壳顶部或靠近顶部的位置设置有喷淋带,喷淋带沿转鼓的外壳的轴向方向延伸,NMMO溶液从所述喷淋带喷淋至转鼓内。

[0012] 优选地,所述喷淋带两端分别延伸至转鼓的外壳的两端。

[0013] 优选地,所述转鼓具有 $0 \sim 10^{\circ}$ 可调的倾斜角度。

[0014] 本发明实施例提供一种使用前文所述制备系统制备莱赛尔纺丝溶液的方法,包括以下步骤:

[0015] 将干浆粕和NMMO溶液加入转鼓内;转鼓转动,使干浆粕和NMMO溶液混合形成的物料在转鼓内反复摔打,得到溶胀后物料;

[0016] 将溶胀后物料从转鼓排出,并送入溶解装置溶解,例如蒸发溶解,得到莱赛尔纺丝溶液。

[0017] 优选地,所述NMMO溶液通过喷淋组件加入转鼓内,喷淋组件形成一个沿转鼓轴向延伸的喷淋带,喷淋带包括至少两个用于喷淋不同浓度NMMO溶液的喷淋段,相邻喷淋段中,在前的喷淋段喷淋的NMMO浓度低于在后的喷淋段的喷淋浓度。

[0018] 优选地,所述喷淋带包括两个喷淋段,分别是在前的第一喷淋段和在后的第二喷淋段;进一步地,所述第一喷淋段NMMO的质量浓度优选为72~78%,喷淋温度优选为75~82℃。

[0019] 更进一步地,所述第二喷淋段NMMO的质量浓度优选为78~84%;喷淋温度优选为72~77℃。

[0020] 优选地,物料在所述第一喷淋段喷淋混合的时间长于其在第二喷淋段喷淋混合的时间。

[0021] 本发明实施例还可提供前文所述的方法制备得到的莱赛尔纺丝溶液,在生产莱赛尔纤维中的应用。

[0022] 与现有技术相比,本发明采用转鼓作为干浆粕与NMMO混合、溶胀的主要设备,所述转鼓通过转动的形式,带动内部的物料从转鼓底部带到靠近顶部的位置,继而在重力作用下自由下落摔打在转鼓底部;由于转鼓自身具有一定的倾斜角,转动过程可以向出料口输

送溶胀后物料。实践证明,这种自然摔打过程与水力碎浆机的机械搅拌过程相比,对于浆粕的溶胀效果是有益的。因为混合物料经失重摔打在转鼓底部的过程,能够促使溶剂分子进入纤维素分子链之间。究其原因是,在失重状态下,纤维素的分子链处于舒展状态,分子链之间的间隙是相对均匀的,有利于溶剂分子进入分子链之间。物料撞击底部瞬间,提供了NMMO分子向纤维素分子链间隙渗透的机会,使NMMO溶剂分子顺利的进入纤维素分子链之间,促成NMMO溶剂分子与纤维素充分溶胀。这样显著提高了干浆粕的溶胀率,特别是经过长时间反复摔打,足以使溶剂和纤维素充分均匀溶胀。本发明实施例将溶胀后物料直接送入溶解装置溶解,得到莱赛尔纺丝溶液。本发明可以处理整片浆粕与溶剂混合,在摔打过程中,浆粕和溶剂混合更充分,利于提升产品品质。并且,本发明颠覆性的采用分段式的喷淋溶胀技术手段,进一步降低白芯数量。

[0023] 此外,现有水力碎浆机干法溶胀存在的明显的弊端就是出料困难,水力碎浆机出料只能通过管道出料。但溶胀结束后,物料的状态为粘稠态,流动性很差,且由于搅拌原因,物料不会聚集到一起,导致现有溶胀实现方式出料难度较高。相比之下,本申请转鼓内由于物料自身的粘性,摔打过程中物料会逐渐聚集到一起,最终到达出料口时,物料会呈现类似“面团”状态,出料容易。

附图说明

- [0024] 图1为本发明一些实施例中溶胀装置的结构示意图;
[0025] 图2为图1的A-A示意图;
[0026] 图3为图1的B-B示意图;
[0027] 图4为本发明另一些实施例中溶胀装置的结构示意图;
[0028] 图5为图4的A-A示意图;
[0029] 图6为本发明实施例1的溶胀工艺获得纺丝原液的效果图;
[0030] 图7为本发明实施例2的溶胀工艺获得纺丝原液的效果图。

具体实施方式

[0031] 下面对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0032] 本发明提供了一种莱赛尔纺丝溶液的制备系统,包括溶胀装置和溶解装置,所述溶胀装置用于NMMO溶液溶胀干浆粕,其中,所述溶胀装置是转鼓,所述转鼓长度方向两端分别开设进料口和出料口,所述转鼓通过转动的形式,使其内部的物料从底部带到靠近顶部的位置再自由下落回底部,同时朝出料口输送溶胀后物料。

[0033] 本发明提供的制备系统可连续式生产莱赛尔纺丝溶液,并且品质较好,能耗低,利于推广应用。

[0034] 参见图1-3,图1为本发明一些实施例中溶胀装置的结构示意图,图2、图3分别为A-A、B-B示意图。其中,10为转鼓外壳,101为拨料横梁,102为打手,103为支腿,20为溶剂喷淋带,30为传动轴,301为轮辐,302为入口转轮,303为出口转轮,40为油缸,50为进料口,60为

出料口,70为脉冲高压气体入口。

[0035] 本发明一些实施例所述的莱赛尔纺丝溶液的制备系统包括图1所示的溶胀装置,所述溶胀装置是外壳不动、内部转动结构类型的转鼓,具体结构包括:固定不动的转鼓外壳10及内部设置的可转动的拨料横梁101,优选还设置有若干打手102。外壳10为转鼓外部,可通过固定于地面的支腿103支撑底部;转鼓外壳内部空间用于物料混合、溶胀,拨料横梁101作为拨料部件,结合打手102带动物料从转鼓底部到靠近顶部的位置、再自由下落回底部。

[0036] 在本发明的实施例中,外壳10内部可形成适合喷淋NMMO溶液至转鼓内部的容积和结构。外壳10的内部形成长筒状的混料腔;其长度和口径应根据实际工艺需求定制,比如长度可以选择10米,实际上壳体的长度可能达到数十米,甚至更长,直径可以选择1m、2m等。所述转鼓长度方向上一端为进料端(进料口一端),另一端为出料端(出料口一端)。

[0037] 并且,所述转鼓外壳10顶部或靠近顶部的位置横向(即长度方向)设置有多组溶剂喷淋口,沿转鼓外壳的轴向方向延伸排列形成溶剂喷淋带20,用于在进料端和出料端之间喷淋溶剂,即NMMO溶剂从所述喷淋带喷淋至转鼓内。优选地,所述喷淋带两端分别延伸至转鼓外壳的两端。在喷淋溶剂时,根据喷淋溶剂浓度不同,可以将喷淋带分为多个喷淋段,即喷淋相同浓度溶剂的喷淋区域视为一个喷淋段。本发明喷淋带至少可以形成两个用于喷淋不同浓度溶剂的喷淋段。

[0038] 所述溶胀装置用于NMMO溶液溶胀干浆粕,本发明对NMMO溶液、干浆粕这些物料的进料形式没有特殊限定,可以从进料口进入溶胀装置。其中,所述NMMO溶液可通过喷淋组件加入转鼓内。在本发明的实施例中,喷淋组件形式多样,对各溶剂喷淋口的规格、分段距离等没有特殊限制。示例地,所述转鼓外壳顶部沿转鼓首尾可设置一排狭长的多个喷淋孔,根据不同浓度的溶剂分段喷淋划分第一喷淋段、第二喷淋段;或者,在对应喷淋口的转鼓顶部安装一排喷嘴,进料端喷嘴喷淋一种浓度溶剂,出料端喷嘴喷淋另外一个浓度溶剂。

[0039] 此外,所述转鼓外部可设置有调温夹套或电伴热设备(未在图1中示出),用于独立分段控制温度。所述转鼓进料口一端下面可设置升降设备,控制转鼓进料口一端相对其出料口一端升降,这是必要的,通过调节倾斜角度,调整物料在转鼓内的输送速度,控制混合溶胀时间。

[0040] 在本发明的上述实施例中,转鼓外壳10不动,传动轴30(外部电机驱动)带动轮辐301转动,轮辐301带动出口转轮303转动,转轮303带动拨料横梁101转动,拨料横梁101的左端固定在入口转轮302上,保证拨料横梁101紧贴转鼓外壳内壁可靠的绕转,拨料横梁101带动物料沿着外壳内壁上升,在重力作用下物料下落,如此反复摔打实现物料混合、溶胀,并向后缓慢输送。由于悬浮物物料具有一定的粘性,旋转过程中,物料会聚集在一起,像“面团”一样,不停的摔打,粉碎后聚集。在此摔打过程中,浆粕和溶剂混合更充分。而如果仅通过搅拌叶片等部件进行搅拌混合,物料混合均匀度较差,而且由于存在很多的搅拌死角,进而溶胀效果较差。本发明利用摔打的方式使浆粕和溶剂充分混合、溶胀,效果比叶片搅拌的效果好;所述的转鼓内不存在死角,从而实现溶胀均匀。

[0041] 本发明实施例对所述转鼓外壳、拨料部件等结构设计没有特殊限制,能实现上述拨料、摔打物料作用即可。具体地,转鼓内部设置有多组短棒状的凸起部件(即打手102);打手102直接固定在转鼓拨料横梁101上,拨料横梁101带动打手102,能够把物料顺利拨动到较高的高度,改善了摔打效果。此外,油缸40驱动外壳10升降。转鼓长度方向两端分别开设

进料口50和出料口60,浆粕从进料口50进料至转鼓内部,从出料口60出料,出料口一端还具有脉冲高压气体入口70,在出料口被物料堵塞时,气体入口70喷出高压气体打散堵塞物料团,使物料顺利输出。

[0042] 本发明实施例中所述转鼓的倾斜角度可调,用于调整物料输送速率,例如在大于0、小于10°之间调整。在本发明中,所述转鼓内部设置的打手不仅利于混合、溶胀,而且在倾斜状况下可以使物料向后输送。本发明所述打手为多个相互间隔的短棒状凸起,整体形状优选一致;其远离转鼓的一端可以是方头、圆头、尖头等任意形状,且数量没有特殊限制。其中,采用楔形的尖头打手最好,降低物料被挤压在凸起和转鼓外壳内壁之间的风险。在本发明的优选实施例中,所述多个凸起部件(打手102)固定在相应的拨料横梁101上。此外,本发明对所述的轮辐、转轮等传动结构没有特殊限制,可采用如图3所示的具体结构,也可以采用其他设计。

[0043] 在本发明实施例所述的制备系统中,所述溶胀装置的转鼓通过一定倾斜角度的转动,使其内部的物料从底部带到靠近顶部的位置再自由下落回底部,同时分段喷淋溶剂,溶胀结束,输送溶胀后物料至溶解装置。所述溶解装置是与溶胀装置出料口相连通的反应釜;本发明对所述溶解装置没有特殊限制,例如本领域人员熟知的薄膜蒸发器。溶胀后的物料在反应釜中溶解,所得的纺丝原液再送到纺丝机纺丝,进而生产得到Lyocell纤维。

[0044] 本发明提供的制备系统可连续式生产莱赛尔纺丝溶液,溶胀充分,并且品质较好,提高产量,降低单位丝束的生产成本。

[0045] 本发明另一些实施例中,溶胀装置结构示意图参见图4-5。其中,11为转鼓外壳,111为拨料横梁,112为打手,31为驱动组件,51为进料口,61为出料口。

[0046] 本发明另一些实施例所述的莱赛尔纺丝溶液的制备系统包括图4所示的溶胀装置,所述溶胀装置是外壳转动结构类型的转鼓,具体结构包括:可转动的转鼓外壳11及其内部设置的随之转动的拨料横梁111,优选还设置有若干打手112。转鼓外壳11转动,固定在外壳内壁上的拨料横梁111带动物料在腔内摔打,即带动物料从转鼓底部到靠近顶部的位置再自由下落回底部,并向后缓慢输送。

[0047] 在本发明的实施例中,外壳11内部为混料腔;其长度和口径应根据实际工艺需求定制,比如长度可以选择10米,实际上壳体的长度可能达到数十米,甚至更长,直径可以选择1m、2m等。所述转鼓长度方向上一端为进料端(进料口一端),另一端为出料端(出料口一端)。所述进料口与出料口之间,所述转鼓的混料腔内部可以伸入一个喷淋管,喷淋管设置一排喷淋嘴,这些喷淋嘴形成喷淋带,喷淋带沿转鼓的外壳的轴向方向延伸,可延伸至两端;NMMO溶液从所述喷淋带喷淋至转鼓内。或者,溶剂和浆粕均从进料口进入溶胀装置(如图4所示)。

[0048] 在本发明的这些实施例中,转鼓外壳11通过驱动组件31(驱动组件31是由电机和齿轮组成的常规的传动机构)驱动转动,固定在外壳上的拨料横梁111带动物料在腔内摔打,如此反复摔打实现物料混合、溶胀,并向后缓慢输送。作为优选,转鼓内部设置有多短棒状的凸起部件(即打手112);打手112直接固定在转鼓拨料横梁111上,拨料横梁111与打手112随外壳转动,增强搅拌效果。转鼓长度方向两端分别开设进料口51和出料口61,浆粕和NMMO溶液从进料口51进料至转鼓内部,溶胀后物料从出料口61出料。

[0049] 本发明上述实施例中所述转鼓的倾斜角度也可以调控,例如在大于0、小于10°之

间调整。在本发明中,所述转鼓内部设置的打手不仅利于混合、溶胀,而且在倾斜状况下可以使物料向后输送。本发明所述打手为多个相互间隔的短棒状凸起,整体形状优选一致;其远离转鼓的一端可以是方头、圆头、尖头等任意形状,且数量没有特殊限制。在本发明的优选实施例中,所述多个凸起部件(打手112)固定在相应的拨料横梁111上,沿转鼓周向均匀分布,如图5所示的6组打手;并且纵向成排均匀间隔设置。此外,本发明对所述的驱动组件没有特殊限制。

[0050] 干浆粕经溶胀装置溶胀后,进入溶解装置;所述溶解装置是与溶胀装置出料口相连通的反应釜。本发明对所述溶解装置没有特殊限制,例如本领域人员熟知的薄膜蒸发器。溶胀后的物料在反应釜中溶解,所得的纺丝原液再送到纺丝机纺丝,进而生产得到Lyocell纤维。

[0051] 本发明采用转鼓作为干浆粕与NMMO混合、溶胀的主要设备,所述转鼓通过转动的工作过程,带动内部的物料旋转,可从底部带到靠近顶部的位置、在重力作用下自由下落摔打在底部。本发明可以处理整片浆粕与溶剂混合,在摔打过程中,浆粕和溶剂混合更充分,进而可得到品质较好的纺丝溶液及纤维。

[0052] 本发明实施例提供了一种使用前文所述制备系统制备莱赛尔纺丝溶液的方法,包括以下步骤:

[0053] 将干浆粕和NMMO溶液加入转鼓内;转鼓转动,使干浆粕和NMMO溶液混合形成的物料在转鼓内反复摔打,得到溶胀后物料;

[0054] 将溶胀后物料从转鼓排出,并送入溶解装置溶解,得到莱赛尔纺丝溶液。

[0055] 本发明可连续式生产莱赛尔纺丝溶液,提升品质,降低能耗,适合大规模生产。

[0056] 本发明实施例采用干法制备工艺,以纤维素干浆粕为原料,干浆粕含水量为6%~7%左右。干浆粕带入的水量较低,能够降低薄膜蒸气的能耗,有利于提高产能。本发明一些具体实施例将干浆粕从进料口进料,进料速率可为1.0~1.5t/min。并且,本发明实施例优选将NMMO溶液通过喷淋组件加入转鼓内,喷淋组件形成一个沿转鼓轴向延伸的喷淋带,即浆粕和NMMO溶液加入溶胀装置内混合、溶胀,得到溶胀后物料。

[0057] 其中,所述溶胀装置的结构等内容如前所述。例如,所述溶胀装置倾斜角度在大于0、小于10°之间可调,转鼓的转动频率根据实际工艺要求确定,比如可以是3-5rpm。浆粕的进料量和喷淋的NMMO溶剂应当维持在一定比例,这个比例可以根据实际工艺需求确定。示例地,所形成的溶胀后物料中NMMO/纤维素的质量比值可确定为6.4(也可根据工艺要求,变更配比关系);然后可以根据这个比值确定浆粕的进料速度和溶剂的喷淋速度。

[0058] 本发明实施例所述转鼓内拨动横梁可以拨动物料上升,物料靠近转鼓顶部时,由于自身重力,又回落到转鼓底部,保持此状态,持续反复运动。优选的,在喷淋NMMO溶剂时,所述的喷淋带上形成至少两个用于喷淋不同浓度的喷淋段,相邻喷淋段中,在前的喷淋段喷淋的NMMO浓度低于在后的喷淋段的喷淋浓度。即本发明优选采用分段喷淋溶剂,例如分两段,也可以采用三段或以上的喷淋方式;各段混合时间比例的控制,可通过各段的长度比例确定,即各段喷淋时间与长度成比例关系。

[0059] 在本发明的一些具体实施例中,所述喷淋带包括两个喷淋段,分别是在前的第一喷淋段和在后的第二喷淋段。其中,所述第一喷淋段NMMO的质量浓度优选为72~78%,喷淋温度优选为75~82℃。所述第二喷淋段NMMO的质量浓度优选为78~84%;喷淋温度优选为

72~77℃。在本发明的另一些具体实施例中,所述喷淋带喷淋浓度是一致的。

[0060] NMMO极易溶于水,易溶于乙醇、甲醇等极性有机溶剂,在热丙酮和苯中也有较高的溶解度,不溶于一般的有机溶剂;其可以和1-4个水分子结合,在室温条件下化学性质较为稳定。NMMO水溶液是纤维素优质溶剂,但纤维素具有结晶度高、氢键多的特点而难以顺利溶解在浓NMMO水溶液中。干法工艺中,干浆粕混合所需的NMMO溶液的质量浓度一般在75%-80%之间。NMMO溶液在生产过程中循环使用,低浓度NMMO溶液通过蒸发得到高浓度NMMO溶液,在这一过程中,通过降低最终NMMO溶液蒸发浓度,可以降低蒸汽单耗。

[0061] 对于本发明分段喷淋NMMO溶液,可分段依次加入不同浓度溶剂,即前段喷嘴喷淋一种浓度溶剂,后端喷嘴喷淋另外一个浓度溶剂;本发明优选在前的喷淋浓度低于在后的喷淋浓度,对溶胀也有积极作用。本发明实施例先加入的NMMO浓度较低,再加入浓度比较高的NMMO溶液,这样的好处是,先加入低NMMO浓度溶液后,浆粕已经处于NMMO溶液环境,浆粕内部发生部分溶胀,在这种缓冲作用条件,再加入高NMMO浓度溶液,减弱了NMMO溶剂对浆粕局部溶解形成凝胶的程度,这种凝胶会阻止纤维素的充分溶胀,是不期望发生的。

[0062] 作为优选,物料在所述第一喷淋段喷淋混合的时间长于其在第二喷淋段喷淋混合的时间。本发明实施例中控制浆粕在转鼓内的输送历经的时间也是关键的参数,太快的输送速度意味着浆粕溶胀的时间太短,溶胀难以达到充分的程度,太长的输送时间增加了成本,降低了生产效率。

[0063] 例如,本发明一些实施例将溶胀时间控制为150min(也就是浆粕从进入转鼓到从转鼓排出的时间)。这个时间跟转鼓的长度、内径、转速和倾斜角度有关,因为长度和内径是固定的参数(当然可以更换转鼓调节),本发明可以通过调整倾斜角度和转速,来控制溶胀时间。

[0064] 溶胀结束后,本发明实施例将溶胀后物料直接送入反应釜等溶解装置,进行溶解,制成Lyocell纺丝溶液。

[0065] 其中,本发明对进行溶解的装置如薄膜蒸发器、工艺条件等没有特殊限制,采用本领域常用的蒸发溶解工艺即可。在本发明的实施例中,所得到的纤维素悬浮液中,NMMO/纤维素的质量比例为6~7,例如6.4。

[0066] 本发明还提供了如前所述的制备方法得到的莱赛尔纺丝溶液在生产莱赛尔纤维中的应用;即将得到的莱赛尔纺丝溶液输送到纺丝机进行常规纺丝,生产得到Lyocell纤维。

[0067] 本发明上述方法的溶胀效果好,白芯数量低。并且,本发明工艺流程简单,能耗低,适合大规模生产。

[0068] 为了进一步理解本申请,下面结合实施例对本申请提供的莱赛尔纺丝溶液的制备系统及方法进行具体地描述。但是应当理解,这些实施例是在以本发明技术方案为前提下进行实施,给出了详细的实施方式和具体的操作过程,只是为进一步说明本发明的特征和优点,而不是对本发明权利要求的限制,本发明的保护范围也不限于下述的实施例。

[0069] 实施例1

[0070] 一、主要原料

[0071] 1、作为溶剂的NMMO水溶液,浓度分别是75%、83%;

[0072] 2、浆粕原料:木浆粕(南非Sappi浆,含水6%,聚合度是520)。

[0073] 二、主要设备：

[0074] 1、采用如图1-3所示结构的转鼓，即外壳固定，拨料横梁等拨料部件沿外壳内壁绕动，达到刮起外壳内壁上的物料的目的。转鼓长度20米，直径2米。

[0075] 转鼓的外壳顶部设置有喷淋带，第一喷淋段（即前半部分）喷淋浓度75%的溶剂；第二喷淋段（即后半部分）喷淋83%的溶剂，两个喷淋段长度比例1:1。

[0076] 2、溶胀率的测试设备型号是DD5M低速离心机。

[0077] 三、实施说明

[0078] 向转鼓的进料口连续输送浆粕，进入转鼓的浆粕在转鼓搅拌部件搅动下，沿转鼓向后输送；拨料横梁绕动速度为3-5rpm；

[0079] 转鼓顶部的喷淋带按照预设的浓度向转鼓内喷淋溶剂（即前半部分喷淋浓度为75%的溶剂，后半部分喷淋浓度为83%的溶剂）；全程喷淋，不停歇。

[0080] 在生产中，以1.06t/min的投料速度，将上述浆粕持续投入转鼓内，转鼓保持正常稳定的运转。这样，1.06t/min的浆粕投料速度对应的喷入纯NMMO的速度是6.4t/min（满足NMMO/纤维素=6.4的关系）。本次操作中，设定在喷淋带的前半部分均匀喷淋3.2t/min，在喷淋带的后半部分均匀喷淋3.2t/min。根据各部分喷淋浓度，在喷淋带前半部分喷淋浓度75%的溶剂的喷淋速度是4.27t/min；在喷淋带后半部分喷淋浓度83%的溶剂的喷淋速度是3.86t/min。前半部分喷淋温度为75~82℃；后半部分喷淋温度为72~77℃。前面曾提及，溶剂是以喷淋带的形式喷出，这是必要的，可有效避免集中一点喷淋导致的溶剂局部来不及跟浆粕混合的问题。一点喷淋时来不及混合的溶剂会快速的向后流出，导致无法完成纤维素的溶胀过程。

[0081] 本操作中，将溶胀时间控制在150min（也就是浆粕从进入转鼓到从转鼓排出的时间）。

[0082] 经过本操作，最终溶胀好的物料可以直接进入反应釜蒸发溶解。

[0083] 取3份经本操作溶胀好的物料，每份2kg，进行溶胀率测试。

[0084] 第一份经离心后物料的重量是1.93kg，第二份经离心后物料的重量是1.92kg，第三份经离心后物料的重量是1.94kg。这样，对应的溶胀率分别是96.5%、96.0%和97.0%，平均溶胀率是96.65%。

[0085] 目前现有工艺溶胀率一般为88~92%，如湿法制备的溶胀物料（悬浮液）。对比可见，使用本申请技术制备的纤维素悬浮液具有出色的溶胀效果。

[0086] 另外，溶胀效果差的物料在蒸发溶解制备成纺丝原液后，仍会在溶液中存留较多的白芯。基于此，为了进一步证明上述溶胀效果，在本实施例中获得的纺丝原液中，取出原液小样1份，放在日光极佳的环境下，用放大倍数5倍的放大镜观察，除了少量气泡外，基本没有发现白芯颗粒（如图6）。这对于传统的溶解工艺来讲，几乎是难以做到的。

[0087] 实施例2

[0088] 一、主要原料

[0089] 1、浓度是80%的NMMO水溶液；

[0090] 2、浆粕原料：木浆粕（南非Sappi浆，含水6%，聚合度是520）。

[0091] 二、主要设备

[0092] 1、采用如图4-5所示的转鼓（拨动横梁等拨料部件直接固定在转鼓的外壳内壁上，

转鼓外壳在外部轴承及动力组件的驱动下转动), NMMO溶剂和浆粕从浆粕入口输送至转鼓内。转鼓长度20米, 直径2米。

[0093] 2、溶胀率的测试设备型号是DD5M低速离心机。

[0094] 三、实施说明

[0095] 在生产中, 以1.06t/min的投料速度, 将上述浆粕连续投入转鼓内, 转鼓保持正常稳定的运转, 转鼓转动速度为3-5rpm。这样, 1.06t/min的浆粕投料速度对应的喷入纯NMMO的速度是6.4t/min(满足NMMO/纤维素=6.4的关系)。本操作中, 使用的NMMO浓度是80%, 喷入NMMO水溶液的速度为8.0t/min。溶剂NMMO全部从进料口以8t/min的速度加入, 温度78摄氏度。

[0096] 本操作中, 将溶胀时间控制在150min(也就是浆粕从进入转鼓到从转鼓排出的时间)。

[0097] 经过本操作, 最终溶胀好的物料可以直接进入反应釜蒸发溶解。

[0098] 各取2kg经本操作溶胀好的物料3份, 进行溶胀率测试。

[0099] 第一份经离心后物料的重量是1.89kg, 第二份经离心后物料的重量是1.90kg, 第三份经离心后物料的重量是1.89kg。这样, 对应的溶胀率分别是94.7%、95.0%和94.7%, 平均溶胀率是94.80%。

[0100] 目前现有工艺溶胀率一般为88~92%, 对比可见, 经过本操作获得的溶胀后物料具有出色的溶胀效果。

[0101] 另外, 溶胀效果差的物料在蒸发溶解制备成纺丝原液后, 仍会在溶液中存留较多的白芯。基于此, 为了进一步证明上述溶胀效果, 从经本操作溶解后的溶液取出原液小样1份, 放在日光极佳的环境下, 用放大倍数5倍的放大镜观察, 基本没有发现白芯颗粒(如图7)。这对于传统的溶解工艺来讲, 几乎是难以做到的。

[0102] 测试有力的证明: 通过本发明的制备系统, 浆粕和溶剂形成混合物料, 在自身重力下, 反复摔打, 能够促使溶剂和浆粕充分溶胀, 可能是因为这样的摔打过程, 能够使溶剂反复从不同角度试图进入浆粕的分子间隙, 而且是均匀和柔和的, 避免外力撕拉, 影响纤维素的物化性能。

[0103] 另外, 采用转鼓式的溶胀设备还有一个极大地好处, 那就是大幅度提高纤维素纤维的单线产能。现有工艺中, 无论是背景中提到的干式生产, 还是其它湿式工艺, 均需要使用水力碎浆机或类似水里碎浆机的碎浆设备, 这些不仅容积小, 而且通过叶片的转动直接搅拌物料, 这决定了加入浆粕的重量有限。目前, 年单线产能难以突破2万吨。而采用本发明技术, 单线产能会有质的飞跃, 能达到十几万甚至更多的年产能。这对于现有技术来说是难以预料的, 单线产能的提高, 无疑降低了产品成本, 为产品的推广创造了广阔前景。

[0104] 以上所述仅是本发明的优选实施方式, 应当指出, 对于使本技术领域的专业技术人员, 在不脱离本发明技术原理的前提下, 是能够实现对这些实施例的多种修改的, 而这些修改也应视为本发明应该保护的范围。

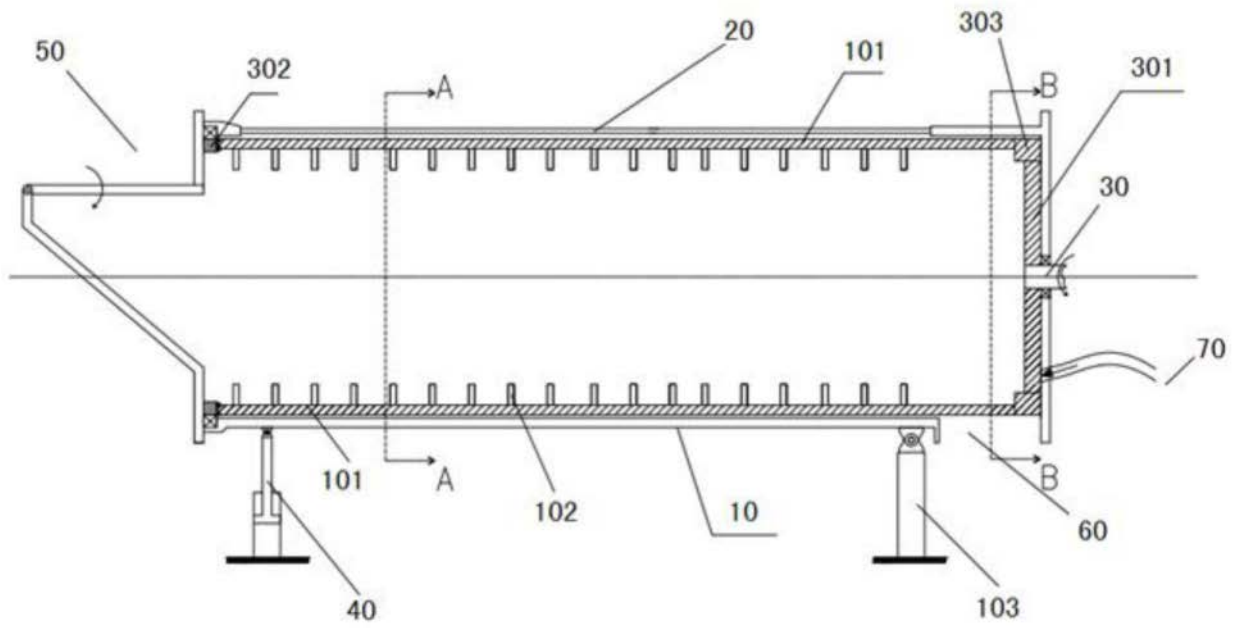


图1

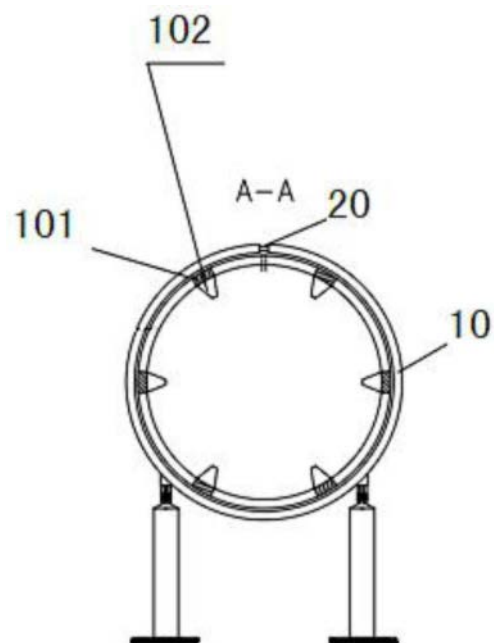


图2

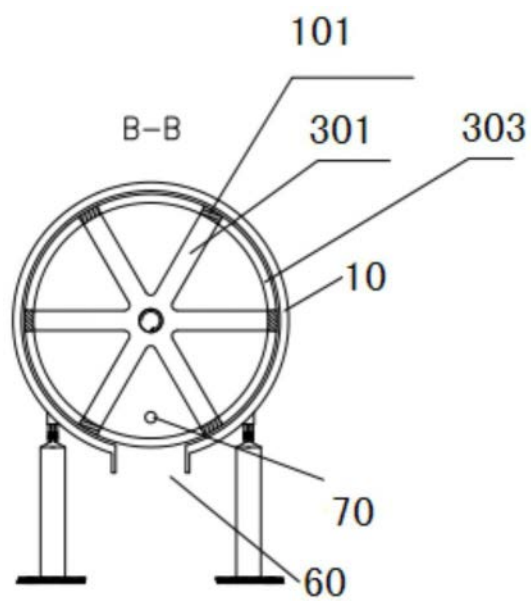


图3

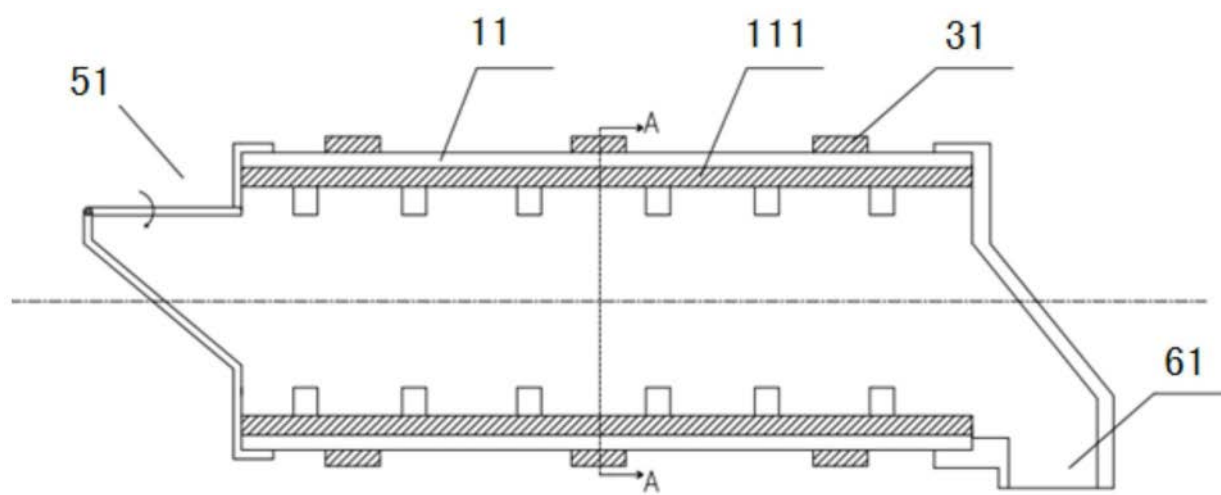


图4

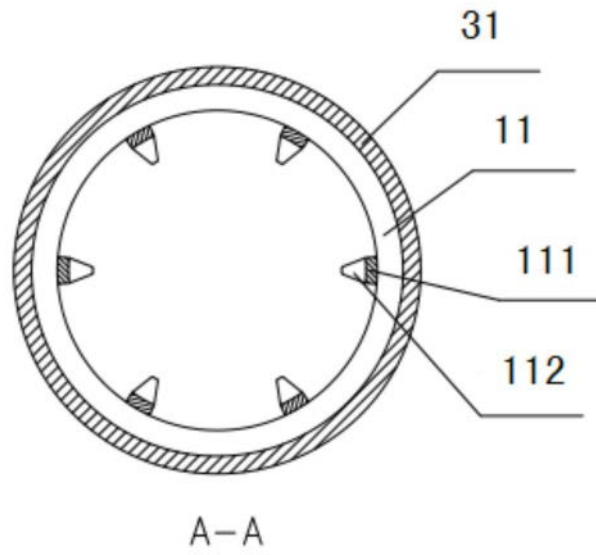


图5

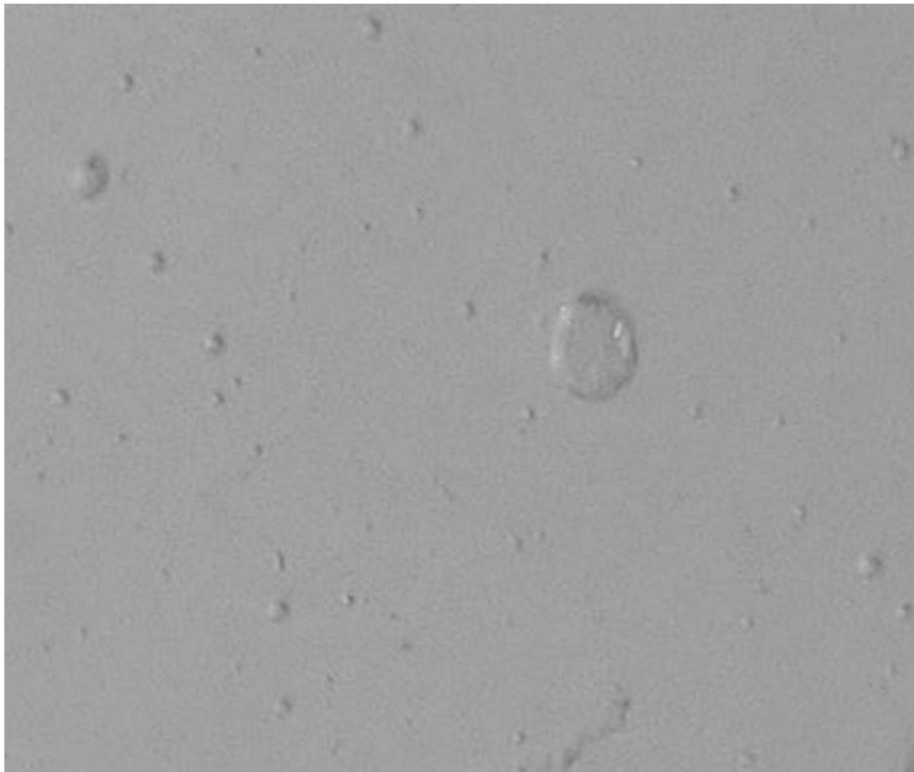


图6

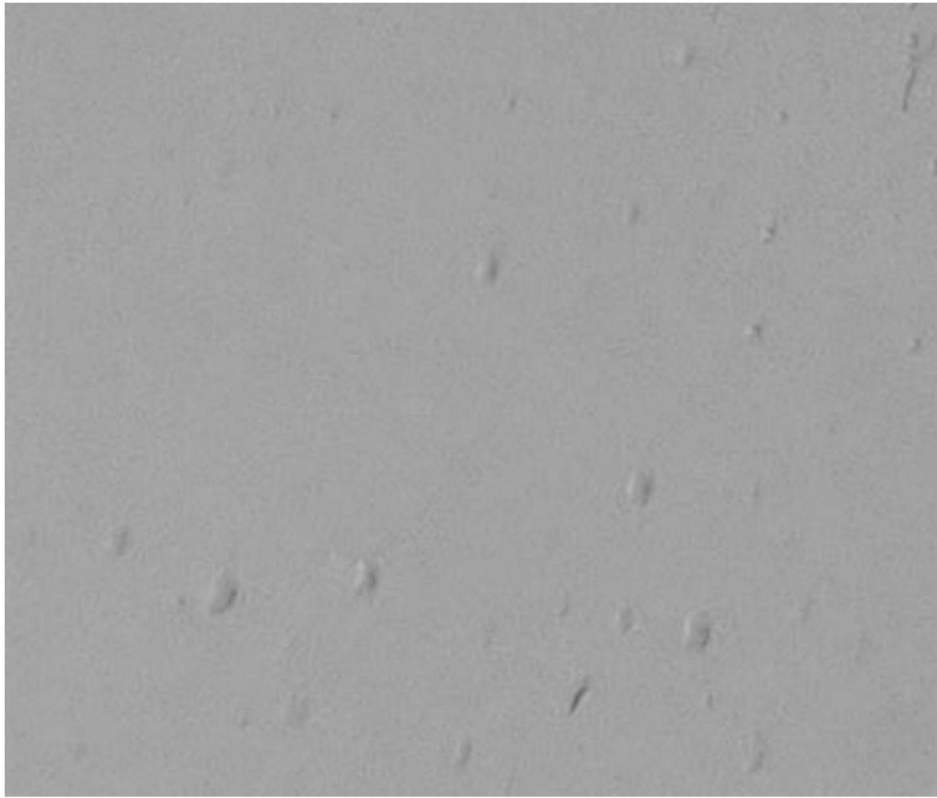


图7