

(12)

Patentschrift

(21) Anmeldenummer:	A 9514/2016	(51) Int. Cl.:	D01F 2/00	(2006.01)
(86) PCT-Anmeldenummer:	PCT/CN16112375		D01D 5/06	(2006.01)
(22) Anmeldetag:	27.12.2016		D01D 1/02	(2006.01)
(45) Veröffentlicht am:	15.02.2023		D01D 10/06	(2006.01)

(30) **Priorität:**
22.07.2016 CN 201610587548.X beansprucht.

(73) **Patentinhaber:**
China Textile Academy
100025 Beijing (CN)

(56) **Entgegenhaltungen:**
US 2013228949 A1
DE 69723582 T2
US 2009152493 A1
CN 101942712 B
CN 101088993 B
CN 101280476 B

(72) **Erfinder:**
Sun Yushan
100025 Beijing (CN)

Weitere Erfinder siehe Beiblatt!

(74) **Vertreter:**
Kliment & Henhapel Patentanwälte OG
1010 Wien (AT)

(54) Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern

(57) Die vorliegende Offenlegung offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern. Das Verfahren umfasst die folgenden Schritte: 1) Mischung von Zellstoff-Pulpe mit einer wässrigen NMMO-Lösung einer Gewichtskonzentration von 60 % - 85 %, vorzugsweise 70 % - 76 %, um eine gleichförmige Mischung zu erhalten; 2) Unterwerfen der erhaltenen gleichförmigen Mischung einer Entwässerung zur Quellung und Auflösung, und Entlüftung, um eine Zellulose-Spinn-Stammlösung zur erhalten; 3) Einbringen der Zellulose-Spinn-Stammlösung in eine Spinnmaschine nach Filtrierung und Wärmeaustausch, und Einbringen in ein Koagulationssystem nach dem Extrudieren durch ein Spinnpaket und Luftkühlung, und hierauf Koagulieren in einem NMMO-Koagulationsbad einer Gewichtskonzentration von 50 % - 72 %, um nasente Fasern zu erhalten; und 4) Unterwerfen der nasenten Fasern einer Waschung, um ein Faser-Filamentbündel zu erhalten und hierauf Durchführung einer Behandlung in einem nachfolgenden Bereich, um Zellulosefasern zu erhalten. Die vorliegende Offenlegung kann die Investitionen in die Apparatur stark erniedrigen, das Verfahren vereinfachen, den Energieverbrauch und die Anwendungskosten erniedrigen, und die sichere Herstellung erleichtern, die Gleichförmigkeit und die mechanischen Eigenschaften der Faser verbessern, so dass das Verfahren für eine industrielle Herstellung mit hoher Effizienz und niedrigem Verbrauch einsetzbar ist.

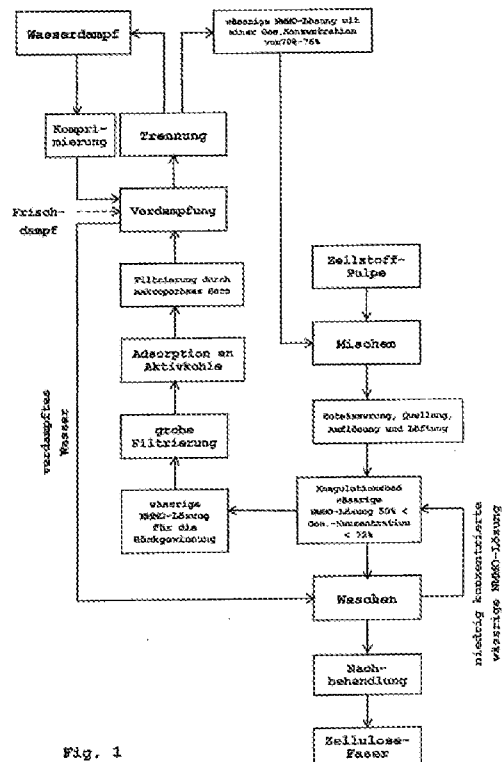


Fig. 1

(72) Erfinder (Fortsetzung):

Li Ting
100025 Beijing (CN)
Cheng Chunzu
100025 Beijing (CN)
Ding Libing
100025 Beijing (CN)
Cai Jian
100025 Beijing (CN)
Luo Qiang
100025 Beijing (CN)
Zhou Yunan
100025 Beijing (CN)
Zhang Dong
100025 Beijing (CN)
Xu Jigang
100025 Beijing (CN)

Beschreibung

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ZELLULOSEFASERN

TECHNISCHER BEREICH

[0001] Die vorliegende Offenlegung betrifft den technischen Bereich der Zellulose und im Besonderen ein Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0002] Beim Prozess der Herstellung von Zellulosefasern durch Auflösen von Zellulose in einer wässrigen Lösung von N-Methyl-morpholin-N-oxid (NMMO) stehen die Quellung der Zellulose und die Lösungsprozesse und die Wirkungen von NMMO auf die Zellulose direkt in Zusammenhang mit der Stabilität des Spinnens und den Eigenschaften des Fertigprodukts. Weiters stehen die Konzentration einer Spinnlösung und der Umstand, ob ein Verarbeitungsverfahren energiesparend ist oder nicht, in direktem Zusammenhang mit dem wirtschaftlichen Nutzen und der industriellen Verbreitung der Verfahrenstechnik. Unter diesen Gesichtspunkten ist ein energiesparendes und hoch effizientes Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern in der industriellen Herstellung von besonderer Bedeutung.

[0003] Nach dem Stand der Technik ist bei dem Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern die Konzentration einer rückzugewinnenden wässrigen NMMO-Lösung niedrig, wie beschrieben in CN101089262A und CN1318115A, im Allgemeinen 10 % - 30 %. Die Konzentration einer wässrigen Ausgangslösung von NMMO, die zur Herstellung einer Spinn-Stammlösung benötigt wird, ist hoch, wie beschrieben in CN1468889A und CN1635203A, im Allgemeinen 80 % - 88 %. Das Volumen des verdampften Wassers, das für die Rückgewinnung benötigt wird, ist riesig, und es wird im Allgemeinen ein energiesparender Multi-Effekt-Verdampfer eingesetzt; das Konzentrieren mit einem großen Konzentrationsunterschied benötigt jedoch immer noch einen Mehrstufen-Verdampfer und verbraucht eine große Menge an Wasser, Elektrizität und Dampf, und die Investitionskosten für einen Multi-Effekt-Verdampfer sind hoch, wodurch die Produktionskosten zu hoch werden und es schwierig ist, eine industrielle Herstellung mit hoher Effizienz und niedrigem Verbrauch zu erzielen.

[0004] Außerdem führt ein einziger Koagulationsschritt bei niedriger Konzentration leicht zu starker Koagulation, was die Bildung einer Struktur der Faser mit Hülle und Kern ergibt, die für die Gleichförmigkeit und die mechanischen Eigenschaften der Faser schädlich ist. Weiters weist die für die Herstellung der Stammlösung erforderliche hochkonzentrierte wässrige NMMO-Lösung hoher Konzentration ein Sicherheitsrisiko beim Verdampfen, der Lagerung und dem Transport auf. Auch gibt es ein Problem des wiederholten Energieverbrauchs während der Herstellung der Stammlösung, und die Apparaturen und der Prozessfluss bei der Herstellung der Stammlösung sind zu aufwendig.

[0005] Aus diesem Grund wird die vorliegende Offenlegung angeboten.

ZUSAMMENFASSUNG

[0006] Gegenstand der vorliegenden Offenlegung ist es, die Nachteile des Standes der Technik zu vermeiden und ein Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern zu bieten. Durch umfassende Verwendung einer wässrigen NMMO-Lösung einer relativ niedrigeren Konzentration zur direkten Quellung der Zellulose, einer wässrigen NMMO-Lösung einer relativ höheren Konzentration als Koagulationsbad zur Koagulierung eines Filament-Bündels, und der Verwendung eines besser Wasser sparenden Schritts zur Waschung und einer besser energiesparenden Technik bei der Konzentration durch Verdampfung kann die vorliegende Offenlegung die Investitionskosten für die Apparaturen stark erniedrigen, das Verfahren vereinfachen, den Energieverbrauch und die Anwendungskosten erniedrigen und die sichere Herstellung erleichtern, die Gleichmäßigkeit und die mechanischen Eigenschaften der Faser verbessern, so dass die Herstellungstechnik

besser für eine industrielle Produktion mit hoher Effizienz und geringem Verbrauch angewendet werden kann.

[0007] Um die oben beschriebenen technischen Probleme zu lösen, ist die technische Lösung der vorliegenden Offenlegung die folgende:

[0008] Ein Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst:

- 1) Mischen der Zellulose-Pulpe mit einer wässrigen NMMO-Lösung einer Gewichtskonzentration von 60 % - 85 %, vorzugsweise 70 % - 76 %, um eine gleichförmige Lösung zu erhalten;
- 2) Entwässern der erhaltenen gleichförmigen Lösung zur Quellung und Auflösung, und Entlüften, um eine Stammlösung zum Spinnen der Zellulose zu erhalten;
- 3) Einbringen der Stammlösung zum Spinnen der Zellulose in eine Spinnmaschine nach Filtern und Wärmeaustausch, und Einbringen in ein Koagulationssystem nach dem Extrudieren durch ein Spinnpaket und Kühlung durch Luft, und hierauf Koagulation in einem NMMO-Koagulationsbad mit einer Gewichtskonzentration von 50 % bis 72 %, um eine naszente Faser zu erhalten; und
- 4) Waschen der naszenten Faser um Faser-Filamentbündel zu erhalten und anschließende Behandlung der erhaltenen Zellulosefaser in einem weiteren Schritt.

[0009] Gemäß dem Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern nach der vorliegenden Offenlegung wird bei dem Schritt der Herstellung der Spinn-Stammlösung die wässrige NMMO-Lösung einer relativ niedrigen Konzentration gleichmäßig direkt mit der Zellstoff-Pulpe gemischt und dadurch die Sicherheitsrisiken während der Verdampfung, Lagerung und dem Transport der hochkonzentrierten wässrigen NMMO-Lösung vermieden, und der für die Herstellung der hochkonzentrierten wässrigen NMMO-Lösung erforderliche Energieverbrauch reduziert. Hierbei wird eine Konzentration der eingespeisten wässrigen NMMO-Lösung von 70 % - 76 % bevorzugt, um das Gleichgewicht zwischen der Gleichförmigkeit der Mischung, die durch Mischen der wässrigen NMMO-Lösung und dem Zellstoff hergestellt wird, und der Zweckmäßigkeit des nachfolgenden Transports in homogener Phase zu gewährleisten. Die Pulpe benötigt keine zusätzliche Behandlung, wodurch das Problem des wiederholten Energieverbrauchs während der Herstellung vermieden wird, die Investitionskosten in die Apparatur stark erniedrigt und die Abläufe bei der Herstellung der Stammlösung insgesamt vereinfacht werden.

[0010] Bei der vorliegenden Offenlegung umfasst die Zellstoff-Pulpe einen oder eine Mischung von mehreren Zellstoffen vom Grad gelöster Zellstoff, Bambus-Zellstoff, Stärke-Zellstoff und Hanf-Zellstoff vom Grad gelöste Pulpe. Die Zellstoff-Pulpe kann eine Mischung verschiedener Polymerisations-Grade und/oder -Arten sein, es ist keine zusätzliche Behandlung erforderlich, und die Gewichtskonzentration der Zellulose beträgt 8 % - 22 %. Die Gewichtskonzentration der NMMO einer wässrigen NMMO-Lösung zur Einspeisung beträgt 60 % - 85 %, vorzugsweise 70 % - 76 %.

[0011] Im Bereich der Ausformung der Zellulosefaser erreicht das Koagulationssystem die Koagulation durch Einsatz einer wässrigen NMMO-Lösung einer relativ höheren Konzentration. Der Koagulationsprozess der Faser wird so verlangsamt und die Bildung von Hülle-Kern-Strukturen der Faser wird vermieden. Zusätzlich wirkt das nicht diffundierte Lösungsmittel als Weichmacher während des Ziehens der Faser, was die Ausbildung einer verdichteten Struktur innerhalb der Faser erleichtert. Das Koagulationssystem ist außerdem günstig für die Homogenisierung der Fasern und die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften.

[0012] In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens der vorliegenden Offenlegung wird im Verlauf des Verfahrens eine, nach dem Waschen erhaltene wässrige NMMO-Lösung niedriger Konzentration kontinuierlich zum dem Koagulationssystem in Schritt 3) zugefügt, eine wässrige NMMO-Lösung hoher Konzentration wird in einen Rückgewinnungs-Bereich abgeleitet, eine Gewichtskonzentration der wässrigen NMMO-Lösung im Koagulationsbad des Koagulationssystems wird konstant gehalten unter der Bedingung der wirksamen Zirkulation der wässrigen

NMMO-Lösung des Koagulationsbads, und die wässrige NMMO-Lösung hoher Konzentration, die in den Rückgewinnungsbereich eintritt, wird einer Rückgewinnungsbehandlung unterzogen und hierauf mit der Zellstoff-Pulpe in Schritt 1) gemischt.

[0013] In der vorliegenden Offenlegung bedeutet die wässrige NMMO-Lösung niedriger Konzentration eine wässrige NMMO-Lösung einer Gewichtskonzentration, die höher ist als 0 % und nicht höher als 50 %; und die wässrige NMMO-Lösung hoher Konzentration bedeutet eine wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration, die höher ist als 50 % und nicht höher als 72 %.

[0014] Bei dem derzeitigen Verfahren ist der Unterschied zwischen der Konzentration der rückzugewinnenden NMMO und der Konzentration, die für die Einspeisung erforderlich ist, zu groß, und ist im Allgemeinen größer als 50 %. Ein Konzentrieren um 50 % entspricht dem Verdampfen der gleichen Menge an Wasser wie reinem Lösungsmittel. Das Volumen des verdampften Wassers ist groß und die Investitionskosten in die Apparatur und der Energieverbrauch sind hoch. Auf dieser Grundlage wird der zu verdampfende Konzentrationsunterschied reduziert und wird in einer bevorzugten Ausführungsform auf unter 26 % reduziert, das Volumen des verdampften Wassers wird um mindestens die Hälfte reduziert, und der Energieverbrauch und die Investitionskosten in die Apparatur werden ebenfalls stark reduziert. In Hinblick auf diesen Konzentrationsunterschied musste ein entsprechendes, geeignetes Herstellungsverfahren gefunden werden, und die vorliegende Offenlegung wurde erhalten, nachdem der Erfinder eine Vielzahl von Versuchen durchgeführt hat. Und zwar wurde eine geeignete Konzentration für die Einspeisung schließlich ermittelt durch möglichst weite Reduzierung der Konzentration der wässrigen NMMO-Lösung, die für die Einspeisung erforderlich ist, bei gleichzeitiger Berücksichtigung der Mischungswirkung und der Stabilität der Gleichförmigkeit und dem Quelleffekt während des nachfolgenden Transports. Dies wurde übereingestimmt mit einem optimalen Schema für die Herstellung der Stammlösung, d.h. eine kontinuierliche schrittweise Entwässerung, und es konnte ein Schema für die Entwässerung ermittelt werden entsprechend den Arbeitsbedingungen, um die gleichförmige Herstellung der Stammlösung unter allen Arbeitsbedingungen zu garantieren. Zusätzlich wurde schließlich der optimale Bereich für die Konzentration des Koagulationsbads ermittelt durch möglichst weite Verbesserung der Konzentration des Koagulationsbads unter Berücksichtigung der Koagulationswirkung und des Einflusses auf die Formung und die Eigenschaften der Fasern. Durch ein unterstützendes mehrstufiges Koagulationssystem, einen besser wassersparenden Waschschritt und eine mehr energiesparende Verdampfungstechnik ist das gesamte Verfahren im Vergleich zur derzeitigen Technik sehr energiesparend, und es können einheitliche Zellulosefasern mit hoher Ausbeute hergestellt werden.

[0015] Weiters wird die wässrige NMMO-Lösung, die im Rückgewinnungsbereich rückgewonnen werden soll, einer groben Filtrierung, Adsorption an Aktivkohle und nacheinander Filterung an einem makroporösen Harz unterworfen, bevor es in den Verdampfungsbereich eintritt, um auf die erforderliche Konzentration der Lösung für die Einspeisung für eine Mischung mit der Zellstoff-Pulpe in Schritt 1) konzentriert wird. Ein Flussdiagramm des Verfahrens ist in Abb.1 dargestellt.

[0016] In der vorliegenden Offenlegung ist die wässrige NMMO-Lösung für die Rückgewinnung im Rückgewinnungsbereich eine wässrige NMMO-Lösung hoher Konzentration, die aus dem Koagulationssystem austritt.

[0017] Im Verdampfungsbereich wird die Zahl der Verdampfungsschritte bestimmt gemäß dem Konzentrationsunterschied zwischen der wässrigen NMMO-Lösung, die rückgewonnen werden soll und einer konzentrierten wässrigen NMMO-Lösung, die zur Einspeisung erforderlich ist,

vorzugsweise ist der Konzentrationsunterschied zwischen der wässrigen NMMO-Lösung, die rückgewonnen werden soll und der wässrigen NMMO-Lösung, die zur Einspeisung erforderlich ist, kleiner als 26 %, und die Zahl der Verdampfungsschritte ist nicht größer als zwei.

[0018] In der vorliegenden Offenlegung wird eine besser energiesparende Verdampfungstechnik gewählt, der verdampfte Wasserdampf wird komprimiert und kehrt dann als Wärmequelle zurück zu einem Verdampfer; nachdem das System stabil ist, wird kein weiterer Rohdampf verbraucht und es wird hauptsächlich relativ billige Elektrizität verbraucht. Das bei der Verdampfung erhal-

tene verdampfte Wasser tritt in einen Waschbereich ein, um eine zyklische Verwendung zu ermöglichen.

[0019] In Schritt 2) umfasst ein Entwässerungsverfahren eine einstufige Entwässerung oder eine kontinuierliche stufenweise Entwässerung,

vorzugsweise umfasst das Entwässerungsverfahren die kontinuierliche stufenweise Entwässerung.

[0020] In der vorliegenden Offenlegung wird die kontinuierliche stufenweise Entwässerung bevorzugt und die Rückhaltezeit jeder Stufe kann eingestellt werden. Durch die kontinuierliche stufenweise Entwässerung wird nicht nur die Mischung gequollen und die Filmbildung verbessert, sondern sie erleichtert auch die nachfolgende Auflösung, wodurch die einheitliche und hochqualitative Herstellung der Stammlösung erleichtert wird; und es fördert die gleichförmige Quellung und Auflösung und die Herstellung der hochkonzentrierten und einheitlichen Spinn-Stammlösung kann erzielt werden, und die Gewichtskonzentration der Zellulose wird verbessert. Für die industrielle Herstellung bedeutet die Verbesserung der Zellulosekonzentration eine Erhöhung der Produktivität, was wirtschaftlich von Vorteil ist.

[0021] Im Schritt 3) ist das Koagulationssystem ein einstufiges Koagulationssystem oder ein mehrstufiges Koagulationssystem, vorzugsweise ist das Koagulationssystem ein mehrstufiges Koagulationssystem; und die Temperatur des Koagulationsbades jeder Stufe kann unabhängig im Bereich von 10 - 80 °C eingestellt werden.

[0022] Bei dem mehrstufigen Koagulationssystem werden die NMMO-Konzentrationen der Koagulationsbäder in jeder Stufe stufenweise niedriger, und die NMMO-Konzentration des Koagulationsbades in der ersten Stufe ist höher als 50 % und niedriger als 72 %,

vorzugsweise nicht niedriger als 51 % und nicht höher als 65 %.

[0023] In Schritt 4) umfasst ein Waschverfahren eine Einbereichs-Wäsche oder eine Mehrbereichs-Wäsche, vorzugsweise ist das Waschverfahren eine Mehrbereichs-Sprühwäsche, und das Waschwasser und die Fasern bewegen sich gegeneinander; und die Temperatur des Spülwassers liegt im Bereich von 10 - 80 °C, vorzugsweise werden die Temperaturen in jedem Bereich stufenweise niedriger. In der vorliegenden Offenlegung wird die Mehrbereichs-Wäsche als bevorzugtes Waschverfahren gewählt; auf Grund der mehrstufigen Anordnung für die Spülung werden die Konzentrationen in jedem Bereich stufenweise niedriger und die Temperaturen des Waschwassers sind für jeden Bereich unterschiedlich, so dass der Verbrauch des Waschwassers möglichst stark gespart wird und die Menge an rückgewonnenem verdampftem Wasser indirekt verringert wird, und der Energieverbrauch stark verringert wird.

[0024] Bei der Mehrbereichs-Sprüh-Waschung wird das Volumen des Sprühwassers in jedem Bereich streng geregelt, und das Waschwasser wird nacheinander in den jeweils vorhergehenden Bereich rückgeführt für die Waschung in dem vorhergehenden Bereich; die Konzentrationen an NMMO im Sprühwasser werden in jedem Bereich stufenweise niedriger, und das Sprühwasser des Endbereichs kommt aus Wasser aus dem rückgewonnenen Wasserdampf.

[0025] Bei Anwendung der oben dargestellten Technik werden im Vergleich zu dem Stand der Technik die folgenden Vorteile durch die vorliegende Offenlegung erzielt.

[0026] Gemäß dem Herstellungsverfahren mit niedrigem Energieverbrauch für Zellulosefasern, wie in der vorliegenden Offenlegung dargelegt, wird im Herstellungsbereich der Stammlösung die wässrige NMMO-Lösung einer relativ niedrigen Konzentration gleichförmig direkt mit der Zellstoff-Pulpe vermischt und damit die Sicherheitsrisiken während der Verdampfung, Lagerung und dem Transport der hochkonzentrierten wässrigen NMMO-Lösung vermieden; und der Zellstoff erfordert keine zusätzliche Behandlung, so dass das Problem des wiederholten Energieverbrauchs während der Herstellung vermieden wird, die Investition in die Apparatur stark vermindert wird und insgesamt die Verfahrensschritte zur Herstellung der Stammlösung vereinfacht werden. Außerdem ist auf Grund einer kontinuierlichen stufenweisen Entwässerung die Quellung und Filmbildung der Mischung besser, die nachfolgende Auflösung wird erleichtert und somit wird die

gleichförmige und hochqualitative Herstellung der Stammlösung erleichtert. Durch diese Technik kann auch die Herstellung der hochkonzentrierten und gleichförmigen Spinn-Stammlösung erzielt werden, und die Gewichtskonzentration der Zellulose verbessert werden; und bei der industriellen Herstellung bedeutet eine erhöhte Produktivität eine Einsparung.

[0027] In der vorliegenden Offenlegung erreicht das Koagulationssystem in dem Formungsbereich der Zellulosefasern eine Koagulation durch Einsatz einer wässrigen NMMO-Lösung mit relativ hoher Konzentration. Dadurch wird der Koagulationsprozess der Faser verlangsamt und die Bildung einer Hülle-Kern-Struktur der Fasern wird vermieden. Außerdem wirkt das nicht diffundierte Lösungsmittel als Weichmacher während des Faserziehens, was die Bildung einer verdichteten Struktur im Inneren der Faser erleichtert. Und das Koagulationssystem ist günstiger für der Homogenisierung der Fasern und die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften.

[0028] In der vorliegenden Offenlegung werden bei einem bevorzugten wassersparenden Waschverfahren, auf Grund einer Mehrbereichs-Ausführung der Sprühwaschung, die Konzentrationen in jedem Bereich stufenweise niedriger, und die Temperaturen der Waschwassers in jedem Bereich sind verschieden, so dass der Verbrauch an Waschwasser weitestgehend gespart wird und die Menge an rückgewonnenem verdampftem Wasser indirekt reduziert und der Energieverbrauch stark vermindert wird. In der vorliegenden Offenlegung wird eine Verdampfungs-technik mit höherer Energieeinsparung gewählt, der verdampfte Wasserdampf wird komprimiert und hierauf in einen Verdampfer als Wärmequelle rückgeführt; sowie das System stabil ist, wird kein weiterer Rohdampf verbraucht und hauptsächlich nur relativ billige Elektrizität verbraucht.

[0029] Zusätzlich wird, gemäß dem Herstellungsverfahren für Zellulosefasern nach der vorliegenden Offenlegung eine wässrige NMMO-Lösung mit einer relativ hohen Konzentration (im Vergleich mit dem konventionellen Verfahren) rückgewonnen, eine wässrige NMMO-Lösung mit einer relativ niedrigen Konzentration (im Vergleich zum konventionellen Verfahren) wird eingespeist, der Konzentrationsunterschied der zu verdampfenden wässrigen NMMO-Lösung wird stark reduziert, die Zahl der Verdampfungsschritte wird reduziert, das Volumen des verdampften Wassers wird stark reduziert, der Verfahrensfluss wird vereinfacht und somit die Investition in die Verdampfungsapparatur stark reduziert und der Energieverbrauch wird stark erniedrigt; in dem gesamten Rückgewinnungssystem sind sowohl die Konzentration an NMMO-Lösungsmittel als auch die Verfahrenstemperatur nicht hoch, wodurch eine sichere Herstellung, Lagerung und ein sicherer Transport ermöglicht werden.

[0030] Somit reduziert die Herstellungstechnik mit niedrigem Energieverbrauch für Zellulosefasern, die durch die vorliegende Offenlegung geboten wird, signifikant die Kosten der Industrie.

[0031] Die speziellen Ausführungsformen der vorliegenden Offenlegung werden weiter unten im Detail mit Hinweisen auf die Abbildungen näher beschrieben.

KURZE BESCHREIBUNG DER ABBILDUNGEN

[0032] Fig.1 ist ein schematisches Flussdiagramm eines bevorzugten Herstellungsverfahrens gemäß der vorliegenden Offenlegung;

[0033] Fig.2 ist ein schematisches Flussdiagramm der Apparatur für das Verfahren gemäß der vorliegenden Offenlegung;

[0034] Fig.3 ist ein schematisches Diagramm der kontinuierlichen stufenweisen Entwässerung des Verfahrens gemäß der vorliegenden Offenlegung;

[0035] Fig. 4 ist ein schematisches Diagramm eines mehrstufigen Koagulationssystems des Verfahrens gemäß der vorliegenden Offenlegung;

[0036] Fig.5 ist ein schematisches Diagramm einer Mehrbereichs-Sprühwaschung des Verfahrens gemäß der vorliegenden Offenlegung;

hierbei sind: 1 - Mischer; 2 - Entwässerungsvorrichtung; 3 - Filter; 4 - Wärmetauscher; 5 - Spinnmaschine (enthaltend eine Spindüse); 6 - Koagulationssystem; 7 - Waschvorrichtung; 8 - Vorrichtung zur Nachbehandlung.

[0037] Es ist zu beachten, dass diese Abbildungen und Beschreibungen nicht gedacht sind, den Umfang der vorliegenden Offenlegung in irgendeiner Weise zu beschränken, sondern dazu dienen, das Konzept der vorliegenden Offenlegung dem Fachmann durch Bezug auf spezielle Ausführungsformen zu erläutern.

GENAUE BESCHREIBUNG

[0038] Um die Gegenstände, technischen Anordnungen und Vorteile der Ausführungsformen der vorliegenden Offenlegung deutlicher zu machen, werden die technischen Anordnungen der Ausführungsformen untenstehend klar und vollständig beschrieben mit Bezug auf die Abbildungen der Ausführungsformen der vorliegenden Offenlegung; die folgenden Ausführungsformen werden zur Beschreibung der vorliegenden Offenlegung verwendet, schränken aber den Bereich der vorliegenden Offenlegung nicht ein.

[0039] Unter Bezug auf Fig.1 bis Fig.5 umfasst das Herstellungsverfahren mit niedrigem Energieverbrauch für Zellulosefasern gemäß der vorliegenden Offenlegung die speziellen Schritte: eine wässrige NMMO-Lösung und unbehandelte Zellstoff-Pulpe werden direkt und gleichmäßig gemischt, und es wurde eine gleichförmige Mischung im Mischer 1 erhalten bei einer bestimmten Temperatur und unter mechanischem Rühren. Die erhaltene gleichförmige Mischung wurde ausreichend verdampft, um sie für die Quellung zu entwässern und in einer Entwässerungsvorrichtung 2 gelöst und entlüftet durch einstufige oder kontinuierliche stufenweise Verdampfungs-Entwässerung, um eine Spinn-Stammlösung von Zellulose zu erhalten. Die hergestellte Spinn-Stammlösung wurde durch die Filter 3 filtriert und einem Wärmeaustausch in einem Wärmetauscher 4 unterworfen und hierauf in eine Spinnmaschine 5 eingebracht und durch ein Spinnpaket extrudiert und mit Luft gekühlt und hierauf in ein Koagulationssystem 6 eingebracht, um naszente Fasern zu erhalten. Die erhaltenen naszenten Fasern wurden mit der Wascheinrichtung 7 gewaschen, um Faser-Filamentbündel zu erhalten, und hierauf die Filamentbündel in eine Vorrichtung zur Nachbehandlung eingebracht, geschnitten, getrocknet, gekräuselt, usw. oder direkt getrocknet und durch Heißwalzen gekräuselt, um Zellulosefasern zu erhalten.

[0040] Unter Bezug auf Fig.1 wird die wässrige NMMO-Lösung in einem Rückgewinnungsbereich einer groben Filtrierung, Adsorption an Aktivkohle und Filtrierung durch makroporöses Harz unterworfen und hierauf in einen Verdampfungsbereich für das Lösungsmittel eingebracht, verdampft, und hierauf in einen Verdampfer eingebracht und danach in einen Separator, der vom Verdampfer erzeugte Wasserdampf und das konzentrierte Produkt mit der gewünschten NMMO-Konzentration, die durch die Konzentrierung durch Verdampfung gewonnen wurden, werden getrennt. Der Wasserdampf wird komprimiert und in den Verdampfer als Wärmequelle rückgeführt, und das konzentrierte Produkt mit der erforderlichen NMMO-Konzentration, das durch die Konzentrierung durch Verdampfung gewonnen wurde, kehrt zurück, um Zellulose zu lösen. Das in der vorliegenden Offenlegung verwendete Verfahren zur Konzentrierung durch Verdampfung komprimiert den aus dem Verdampfer verdampften Wasserdampf und verwendet ihn wieder als Wärmequelle, die in den Verdampfer rückgeführt wird, zusätzlich zur anfänglichen Einbringung von Rohdampf, wobei der Rohdampf nach Stabilisierung nicht mehr verbraucht wird, und wird durch Verdampfung auf die gewünschte NMMO-Konzentration konzentriert um zur Auflösung der Zellulose rückgewonnen zu werden. Die wässrige NMMO-Lösung mit hoher Konzentration, die während der Faserherstellung durch Überlauf verdrängt wird, wird zurückgeführt, um das System im Gleichgewicht zu halten. In den Ausführungsformen ergeben sich die Bedingungen des Energieverbrauchs durch die Konzentrationsunterschiede zwischen der wässrigen NMMO-Lösung, die der Rückgewinnung zugeführt wird, und der konzentrierten wässrigen NMMO-Lösung, die für das Einspeisen benötigt wird, und der Zahl der Verdampfungsschritte.

AUSFÜHRUNGSFORM 1

[0041] Die wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration von 72 % und eine unbehandelte Zellstoff-Pulpe wurden direkt und gleichmäßig vermischt und eine gleichförmige Mischung wurde im Mischer 1 erhalten bei einer bestimmten Temperatur und unter mechanischem Rühren. Hierbei wurde die Pulpe hergestellt durch Mischen von Holz-Zellstoff von hohem und

niedrigem Polymerisationsgrad, wobei das Gewichtsverhältnis Holzzellstoff DP:800 zu Holzzellstoff D:450 8:92 beträgt und die Zellulosekonzentration 12 % beträgt.

[0042] Die erhaltene gleichförmige Mischung wurde ausreichend eingedampft, um sie für die Quellung zu entwässern, und in einer Entwässerungsvorrichtung 2 gelöst und entlüftet durch kontinuierliche zweistufige Verdampfungs-Entwässerung, um eine Zellulose-Stammlösung zur Verspinnung zu erhalten, siehe Fig.3. Der erste Schritt eines Verdampfungs-Entwässerungs-Verfahrens ist vor allem ein Mischprozess zur vollen Quellung, und die Rückhaltezeit betrug 20 min; der zweite Schritt des Verdampfungs-Entwässerungs-Verfahrens dient hauptsächlich zur Entfernung von überzähliger Feuchtigkeit und zum Auflösen der Zellulose in eine Lösung mit homogener Phase, d.h. die Stammlösung zum Verspinnen. Die Spinn-Stammlösung hat einen Brechungsindex von 1,48365 und eine Viskosität von 2026 Pa.s.

[0043] Die hergestellte Spinn-Stammlösung wurde einer zweistufigen Filtrierung (ein 30 mesh Filter wurde bei der groben Filtrierung verwendet; und ein 15 mesh Filter wurde bei der feinen Filtrierung verwendet) im Filter 3 unterworfen, und durch Wärmeaustausch im Wärmetauscher 4 auf eine Temperatur von 90 °C gebracht, und hierauf die Lösung in die Spinnmaschine 5 eingebracht und durch das Spinnpaket extrahiert und mit Luft gekühlt, hierauf in das Koagulationssystem 6 eingebracht, welches ein zweistufiges Koagulationssystem ist, siehe Fig.4. Das Koagulationsbad der ersten Stufe hat eine NMMO-Konzentration von 55 % und eine Temperatur von Raumtemperatur; das Koagulationsbad der zweiten Stufe hat eine NMMO-Konzentration von 30 % und eine Temperatur von 40 °C, wodurch die naszente Faser erhalten wurde. Die stabile Konzentration des Koagulationsbades wurde erreicht durch kontinuierliche Rückführung.

[0044] Die naszenten Fasern wurden einer Waschung in der Waschvorrichtung 7 unterworfen, siehe Abb.5. Die Waschvorrichtung ist eine Vier-Bereichs-Sprühwaschvorrichtung, wobei das Sprühwasser des ersten Bereichs eine Konzentration von 15 % und eine Temperatur von 60 °C aufweist, das Sprühwasser des zweiten Bereichs eine Konzentration von 8 % und eine Temperatur von 50 °C aufweist, das Sprühwasser des dritten Bereichs eine Konzentration von 3 % und eine Temperatur von 40 °C aufweist, das Sprühwasser des vierten Bereichs eine Konzentration von 0 % und eine Temperatur von 40 °C aufweist und aus rückgewonnenem verdampftem Wasser stammt; der Sprühwasser und die Fasern bewegen sich in entgegengesetzter Richtung. Das Waschwasser wurde nacheinander zu der vorhergehenden Stufe zurückgeführt und wird in der vorhergehenden Stufe gesprüht, um Filamentbündel zu erhalten. Die Filamentbündel traten sodann in die Nachbehandlungs-Vorrichtung 8 ein und wurden in den nachfolgenden Bereichen behandelt, um Zellulosefasern zu erhalten.

[0045] Die wässrige NMMO-Lösung im Rückgewinnungsbereich wurde einer groben Filtrierung, Adsorption an Aktivkohle und Filtrierung durch ein makroporöses Harz unterworfen und trat hierauf in den Bereich zur Lösungsmittel-Verdampfung mit einer zweistufigen Verdampfung ein. Es wird eine neuartige Verdampfungstechnik verwendet, bei welcher der verdampfte Wasserdampf komprimiert und hierauf als Wärmequelle in den Verdampfer rückgeführt wurde, und nach der Stabilisierung wird kein weiterer Rohdampf verbraucht und hauptsächlich elektrische Energie verbraucht. Die wässrige NMMO-Lösung wurde auf 72 % NMMO konzentriert und zur Auflösung der Zellulose verwendet. Das verdampfte Wasser aus der Verdampfung trat in den Waschbereich ein als Quelle für das Sprühwasser des letzten Bereichs, um das Ziel einer zyklischen Verwendung zu erreichen.

[0046] Die hergestellten Fasern hatten eine Stärke von 4,43 cN/dtex und einen CV-Wert von 5,13 %.

AUSFÜHRUNGSFORM 2

[0047] Die Zellulosefasern werden unter den gleichen Bedingungen hergestellt wie jene in Ausführungsform 1 mit folgenden Unterschieden:

die wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration von 76 % wurde eingespeist; und die Pulpe wurde hergestellt durch Mischen von Holzzellstoff DP:400 und Bambuszellstoff DP:300

in einem Mischungsverhältnis von 52:48, und die Zellulose-Konzentration betrug 16 %. Die gleichförmige Mischung wurde in der Entwässerungs-Vorrichtung 2 einer kontinuierlichen dreistufigen Verdampfung und Entwässerung unterworfen, um die Zellulose-Spinnlösung zu erhalten, siehe Fig.3, die Rückhaltezeit in jedem der ersten beiden Schritte war 9 min und die Spinn-Stammlösung hatte einen Brechungsindex von 1,48623 und eine Viskosität von 2849 Pa.s.

[0048] Die hergestellte Spinn-Stammlösung wurde durch Wärmeaustausch mittels eines Wärmetauschers 4 auf 90 °C gebracht und hierauf durch das Spinnpaket extrudiert und trat hierauf in das Koagulationssystem 6 ein, wobei das Koagulationssystem ein dreistufiges Koagulationssystem ist, siehe Fig.4. Die erste Stufe des Koagulationsbads hat eine NMMO-Konzentration von 70 % und eine Temperatur von 35 °C; die zweite Stufe des Koagulationsbads hat eine NMMO-Konzentration von 55 % und eine Temperatur von Raumtemperatur und die dritte Stufe des Koagulationsbads hat eine NMMO-Konzentration von 40 % und eine Temperatur von 50 °C.

[0049] Die naszenten Fasern wurden einer Waschung in der Waschvorrichtung 7 unterworfen, wobei die Waschvorrichtung 7 eine Neun-Bereichs-Sprüh-Waschvorrichtung ist, siehe Abb.5. Das Sprühwasser des ersten Bereichs hat eine Konzentration von 31 % und eine Temperatur von 80 °C; das Sprühwasser des zweiten Bereichs hat eine Konzentration von 23 % und eine Temperatur von 80 °C; das Sprühwasser des dritten Bereichs hat eine Konzentration von 17 % und eine Temperatur von 60 °C; das Sprühwasser des vierten Bereichs hat eine Konzentration von 12 % und eine Temperatur von 60 °C; das Sprühwasser des fünften Bereichs hat eine Konzentration von 8 % und eine Temperatur von 50 °C; das Sprühwasser des sechsten Bereichs hat eine Konzentration von 5 % und eine Temperatur von 50 °C; das Sprühwasser des siebten Bereichs hat eine Konzentration von 3 % und eine Temperatur von 40 °C; das Sprühwasser des achten Bereichs hat eine Konzentration von 1 % und eine Temperatur von 40 °C; das Sprühwasser des neunten Bereichs hat eine Konzentration von 0 % und eine Temperatur von Raumtemperatur.

[0050] Die wässrige NMMO-Lösung im Rückgewinnungsbereich wurde einer einstufigen Verdampfung unterworfen und auf 76 % NMMO konzentriert und zur Auflösung der Zellulose verwendet.

[0051] Die hergestellten Fasern haben eine Stärke von 4,31 cN/dtex und einen CV-Wert von 4,58 %.

AUSFÜHRUNGSFORM 3

[0052] Die Zellulosefasern werden unter den gleichen Bedingungen hergestellt wie jene in Ausführungsform 1 mit folgenden Unterschieden:

die wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration von 74 % wurde eingespeist; und die Pulpe wurde hergestellt aus Holzzellstoff DP:300, und die die Zellulose-Konzentration betrug 18 %. Die erhaltene gleichförmige Mischung wurde in der Entwässerungs-Vorrichtung 2 einer kontinuierlichen zweistufigen Verdampfung und Entwässerung unterworfen, um die Zellulose-Spinnlösung zu erhalten, siehe Fig.3, die Rückhaltezeit in dem ersten Schritt war 25 min und die Spinn-Stammlösung hatte einen Brechungsindex von 1,48714 und eine Viskosität von 2415 Pa.s.

[0053] Die hergestellte Spinn-Stammlösung wurde durch Wärmeaustausch mittels eines Wärmetauschers 4 auf 90 °C gebracht und hierauf durch das Spinnpaket extrudiert und trat hierauf in das Koagulationssystem 6 ein, wobei das Koagulationssystem 6 ein dreistufiges Koagulationssystem ist, siehe Fig.4. Die erste Stufe des Koagulationsbads hat eine NMMO-Konzentration von 65 % und eine Temperatur von 30 °C; die zweite Stufe des Koagulationsbads hat eine NMMO-Konzentration von 35 % und eine Temperatur von 40 °C; und die dritte Stufe des Koagulationsbads hat eine NMMO-Konzentration von 15 % und eine Temperatur von 70 °C.

[0054] Die naszenten Fasern wurden einer Waschung in der Waschvorrichtung 7 unterworfen, wobei die Waschvorrichtung 7 eine Drei-Bereichs-Sprüh-Waschvorrichtung ist, siehe Abb.5. Das Sprühwasser des ersten Bereichs hat eine Konzentration von 7 % und eine Temperatur von 60 °C; das Sprühwasser des zweiten Bereichs hat eine Konzentration von 3 % und eine Tempe-

ratur von 50 °C; das Sprühwasser des dritten Bereichs hat eine Konzentration von 0 % und eine Temperatur von Raumtemperatur.

[0055] Die wässrige NMMO-Lösung im Rückgewinnungsbereich wurde einer einstufigen Verdampfung unterworfen und auf 74 % NMMO konzentriert und zur Auflösung der Zellulose verwendet.

[0056] Die hergestellten Fasern haben eine Stärke von 4,13 cN/dtex und einen CV-Wert von 4,79 %.

AUSFÜHRUNGSFORM 4

[0057] Die Zellulosefasern werden unter den gleichen Bedingungen hergestellt wie jene in Ausführungsform 1 mit folgenden Unterschieden:

die wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration von 75 % wurde eingespeist; und die Pulpe wurde hergestellt durch Mischen von Baumwollzellstoff DP:300 und Hanf-Zellstoff DP:300 in einem Mischungsverhältnis von 80:20, und die Zellulose-Konzentration betrug 20 %. Die erhaltene gleichförmige Mischung wurde in der Entwässerungs-Vorrichtung 2 einer kontinuierlichen zweistufigen Verdampfung und Entwässerung unterworfen, um die Zellulose-Spinnlösung zu erhalten, siehe Fig.3, die Rückhaltezeit in dem ersten Schritt war 35 min und die Spinn-Stammlösung hatte einen Brechungsindex von 1,48910 und eine Viskosität von 3920 Pa.s.

[0058] Die hergestellte Spinn-Stammlösung wurde durch Wärmeaustausch mittels eines Wärmeaustauschers 4 auf 100 °C gebracht und hierauf durch das Spinnpaket extrudiert und trat in das Koagulationssystem 6 ein, wobei das Koagulationssystem 6 ein einstufiges Koagulationssystem ist, siehe Fig.4. Das Koagulationsbad hat eine NMMO-Konzentration von 51 % und eine Temperatur von Raumtemperatur.

[0059] Die naszenten Fasern wurden einer Waschung in der Waschvorrichtung 7 unterworfen, wobei die Waschvorrichtung 7 eine Vier-Bereichs-Sprüh-Waschvorrichtung ist, siehe Fig.5. Das Sprühwasser des ersten Bereichs hat eine Konzentration von 25 % und eine Temperatur von 70 °C; das Sprühwasser des zweiten Bereichs hat eine Konzentration von 9 % und eine Temperatur von 50 °C; das Sprühwasser des dritten Bereichs hat eine Konzentration von 3 % und eine Temperatur von Raumtemperatur; das Sprühwasser des vierten Bereichs hat eine Konzentration von 0 % und eine Temperatur von Raumtemperatur.

[0060] Die wässrige NMMO-Lösung im Rückgewinnungsbereich wurde einer zweistufigen Verdampfung unterworfen und auf 75 % NMMO konzentriert und zur Auflösung der Zellulose verwendet.

[0061] Die hergestellten Fasern haben eine Stärke von 4,22 cN/dtex und einen CV-Wert von 7,51 %.

AUSFÜHRUNGSFORM 5

[0062] Die Zellulosefasern werden unter den gleichen Bedingungen hergestellt wie jene in Ausführungsform 1 mit folgenden Unterschieden:

die wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration von 70 % wurde eingespeist; die erhaltene gleichförmige Mischung wurde in der Entwässerungs-Vorrichtung 2 einer kontinuierlichen zweistufigen Verdampfung und Entwässerung unterworfen, um die Zellulose-Spinnlösung zu erhalten, siehe Fig.3, die Rückhaltezeit in dem ersten Schritt war 22 min und die Spinn-Stammlösung hatte einen Brechungsindex von 1,48315.

[0063] Die wässrige NMMO-Lösung im Rückgewinnungsbereich wurde einer einstufigen Verdampfung unterworfen und auf 70 % NMMO konzentriert und zur Auflösung der Zellulose verwendet.

[0064] Die hergestellten Fasern haben eine Stärke von 4,42 cN/dtex und einen CV-Wert von 5,21 %.

AUSFÜHRUNGSFORM 6

[0065] Die Zellulosefasern werden unter den gleichen Bedingungen hergestellt wie jene in Ausführungsform 1 mit folgenden Unterschieden:

die wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration von 60 % wurde eingespeist; die erhaltene gleichförmige Mischung wurde in der Entwässerungs-Vorrichtung 2 einer kontinuierlichen dreistufigen Verdampfung und Entwässerung unterworfen, um die Zellulose-Spinnlösung zu erhalten, siehe Fig.3, die Rückhaltezeit in den ersten beiden Schritten war 20 min und die Spinn-Stammlösung hatte einen Brechungsindex von 1,48432.

[0066] Die wässrige NMMO-Lösung im Rückgewinnungsbereich wurde einer einstufigen Verdampfung unterworfen und auf 60 % NMMO konzentriert und zur Auflösung der Zellulose verwendet.

[0067] Die hergestellten Fasern haben eine Stärke von 4,40 cN/dtex und einen CV-Wert von 5,37 %.

AUSFÜHRUNGSFORM 7

[0068] Die Zellulosefasern werden unter den gleichen Bedingungen hergestellt wie jene in Ausführungsform 1 mit folgenden Unterschieden:

die wässrige NMMO-Lösung mit einer Gewichtskonzentration von 85 % wurde eingespeist; die erhaltene gleichförmige Mischung wurde in der Entwässerungs-Vorrichtung 2 einer kontinuierlichen einstufigen Verdampfung und Entwässerung unterworfen, um die Zellulose-Spinnlösung zu erhalten, siehe Fig.3, und die Spinn-Stammlösung hatte einen Brechungsindex von 1,48613.

[0069] Die wässrige NMMO-Lösung im Rückgewinnungsbereich wurde einer zweistufigen Verdampfung unterworfen und auf 85 % NMMO konzentriert und zur Auflösung der Zellulose verwendet.

[0070] Die hergestellten Fasern haben eine Stärke von 4,38 cN/dtex und einen CV-Wert von 5,53 %.

[0071] Gemäß dem von Ausführungsformen der vorliegenden Offenlegung gebotenen Verfahren mit niedrigem Energieverbrauch zur Herstellung von Zellulosefasern kann die vorliegende Offenlegung, durch umfassende Verwendung einer wässrigen NMMO-Lösung mit einer relativ niedrigen Konzentration zur direkten Quellung der Zellulose und einer wässrigen NMMO-Lösung mit einer relativ höheren Konzentration als Koagulationsbad um Filamentbündel zu koagulieren, und unter Verwendung eines besser wassersparenden Verfahrens zur Waschung und einer besser energiesparenden Technik der Konzentrierung durch Verdampfung, die Investitionskosten für die Apparatur stark vermindern, das Verfahren vereinfachen, den Energieverbrauch und die Anlagekosten senken, und die sichere Herstellung erleichtern, die Gleichförmigkeit und die mechanischen Eigenschaften der Fasern verbessern, so dass die Verfahrenstechnik besser zur industriellen Herstellung mit hoher Effizienz und geringem Verbrauch eingesetzt werden kann. Obwohl die bevorzugten Ausführungsformen der vorliegenden Offenlegung beschrieben werden, können zusätzliche Änderungen und Modifizierungen dieser Ausführungsformen vom Fachmann durchgeführt werden, sobald das grundlegende erfinderische Konzept bekannt ist. Die angeschlossenen Ansprüche sollen daher erklären, dass diese Ansprüche die bevorzugten Ausführungsformen umfassen, sowie alle Änderungen und Modifikationen, die in den Bereich der vorliegenden Offenlegung fallen.

[0072] Es ist offensichtlich, dass verschiedene Änderungen und Modifizierungen an der vorliegenden Offenlegung vom Fachmann gemacht werden können, ohne vom Geist und Umfang der vorliegenden Offenlegung abzuweichen. Demgemäß ist es die Absicht der vorliegenden Offenlegung, alle derartigen Änderungen und Modifizierungen einzuschließen, vorausgesetzt, dass diese Änderungen und Modifizierungen der vorliegenden Offenlegung in den Bereich der Ansprüche der vorliegenden Offenlegung und äquivalenten Techniken davon fallen.

Patentansprüche

1. Ein Verfahren zur Herstellung von Zellulosefasern, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst:
 - 1) Mischen von Zellstoff-Pulpe mit einer wässrigen NMMO-Lösung einer Gewichtskonzentration von 60 % - 85 % zur Erzeugung einer gleichförmigen Mischung;
 - 2) Verdampfen der so erzeugten gleichförmigen Mischung zur Entwässerung, Quellung und Auflösung zur Erzeugung einer Zellulose-Lösung sowie Entlüften der Zellulose-Lösung zur Erzeugung einer Zellulose-Spinn-Stammlösung;
 - 3) Einbringen der Zellulose-Spinn-Stammlösung in eine Spinnmaschine nach Durchführung einer Filtration und eines Wärmeaustausches, und Extrudieren mittels eines Spinnpakets und Kühlung durch Luft, und anschließendes Einbringen in ein mehrstufiges Koagulationssystem zur Koagulation, um eine naszente Faser zu erhalten; wobei das mehrstufige Koagulationssystem ein Koagulationsbad einer ersten Stufe und ein Koagulationsbad einer zweiten Stufe umfasst;
eine NMMO-Konzentration des Koagulationsbads der ersten Stufe höher als 50 % und niedriger als 72 % ist;
eine NMMO-Konzentration des Koagulationsbads der zweiten Stufe niedriger als die NMMO-Konzentration des Koagulationsbads der ersten Stufe ist;
eine Temperatur des Koagulationsbads der ersten Stufe in einem Bereich von Raumtemperatur bis 80 °C ist; und
 - 4) Unterwerfen der naszenten Faser einer Waschung mit Wasser, um Faserfilamentbündel zu erhalten, und hierauf Durchführen einer Behandlung, um eine Zellulosefaser zu erhalten.
2. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei während des Ablaufs des Verfahrens eine wässrige NMMO-Lösung, die nach dem Waschen erhalten wird, kontinuierlich in ein Koagulationsbad einer letzten Stufe des mehrstufigen Koagulationssystems in Schritt 3) zugegeben wird, eine wässrige NMMO-Lösung aus dem Koagulationsbad der ersten Stufe in einen Rückgewinnungsbereich eingebracht wird,
eine Gewichtskonzentration einer wässrigen NMMO-Lösung in dem mehrstufigen Koagulationssystem unter der Bedingung einer wirksamen Zirkulation der wässrigen NMMO-Lösung stabil gehalten wird, und
die wässrige NMMO-Lösung des Koagulationsbads der ersten Stufe, die in den Rückgewinnungsbereich eintritt, einer Rückgewinnungsbehandlung unterworfen und hierauf mit der Zellstoffpulpe in Schritt 1) gemischt wird.
3. Das Verfahren gemäß Anspruch 2, wobei die im Rückgewinnungsbereich rückzugewinnende wässrige NMMO-Lösung nacheinander einer groben Filtrierung unter Verwendung eines Filternetzes, Adsorption an Aktivkohle und an makroporösem Harz unterworfen wird, und hierauf in einen Verdampfungsbereich eintritt, um bis zu einer Gewichtskonzentration von 60%-85% für die Mischung mit der Zellulose-Pulpe in Schritt 1) konzentriert zu werden.
4. Das Verfahren gemäß Anspruch 3, wobei in dem Verdampfungsbereich,
wenn der Konzentrationsunterschied zwischen der rückzugewinnenden wässrigen NMMO-Lösung und der wässrigen NMMO-Lösung mit einer für die Einspeisung erforderlichen Konzentration geringer als 26 % ist, die Zahl der Verdampfungsschritte nicht größer als zwei ist.
5. Das Verfahren gemäß Anspruch 4, wobei in dem Verdampfungsbereich der durch das Verdampfen erzeugte Wasserdampf komprimiert wird und hierauf in einen Verdampfer als Wärmequelle rückgeführt wird.
6. Das Verfahren gemäß irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, wobei im Schritt 2) ein Entwässerungsverfahren eine einstufige Entwässerung oder eine kontinuierliche schrittweise Entwässerung umfasst,
vorzugsweise das Entwässerungsverfahren die kontinuierliche schrittweise Entwässerung umfasst; und die Retentionszeit für jeden Schritt eingestellt werden kann.

7. Das Verfahren gemäß Anspruch 6, wobei die Gewichtskonzentration der wässrigen NMMO-Lösung in einem Bereich von 70 % bis 76 % ist.
8. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei die NMMO-Konzentration des Koagulationsbads der ersten Stufe gleich oder höher als 51 % und gleich oder niedriger als 65 % ist.
9. Das Verfahren gemäß irgendeinem der Ansprüche 1 bis 8, wobei im Schritt 4) ein Waschverfahren eine Ein-Bereichs-Wäsche oder eine Mehrbereichs-Wäsche umfasst, vorzugsweise das Waschverfahren eine Mehrbereichs-Sprühwäsche ist, und das Waschwasser und die Fasern sich in entgegengesetzten Richtungen bewegen; und die Temperatur des Waschwassers im Bereich von 10 - 80 °C liegt, und vorzugsweise die Temperaturen aller Bereiche stufenweise niedriger werden.
10. Das Verfahren gemäß Anspruch 9, wobei bei der Mehrbereichs-Sprühwäsche das Volumen des Sprühwassers jedes Bereichs streng geregelt ist und das Waschwasser nacheinander zur Waschung im vorhergehenden Bereich in den vorhergehenden Bereich rückgeführt wird; und die NMMO-Konzentrationen des Sprühwassers in allen Bereichen stufenweise niedriger werden und das Waschwasser des letzten Bereichs aus dem durch Rückgewinnung von Wasserdampf erhaltenen Wasser stammt.

Hierzu 3 Blatt Zeichnungen

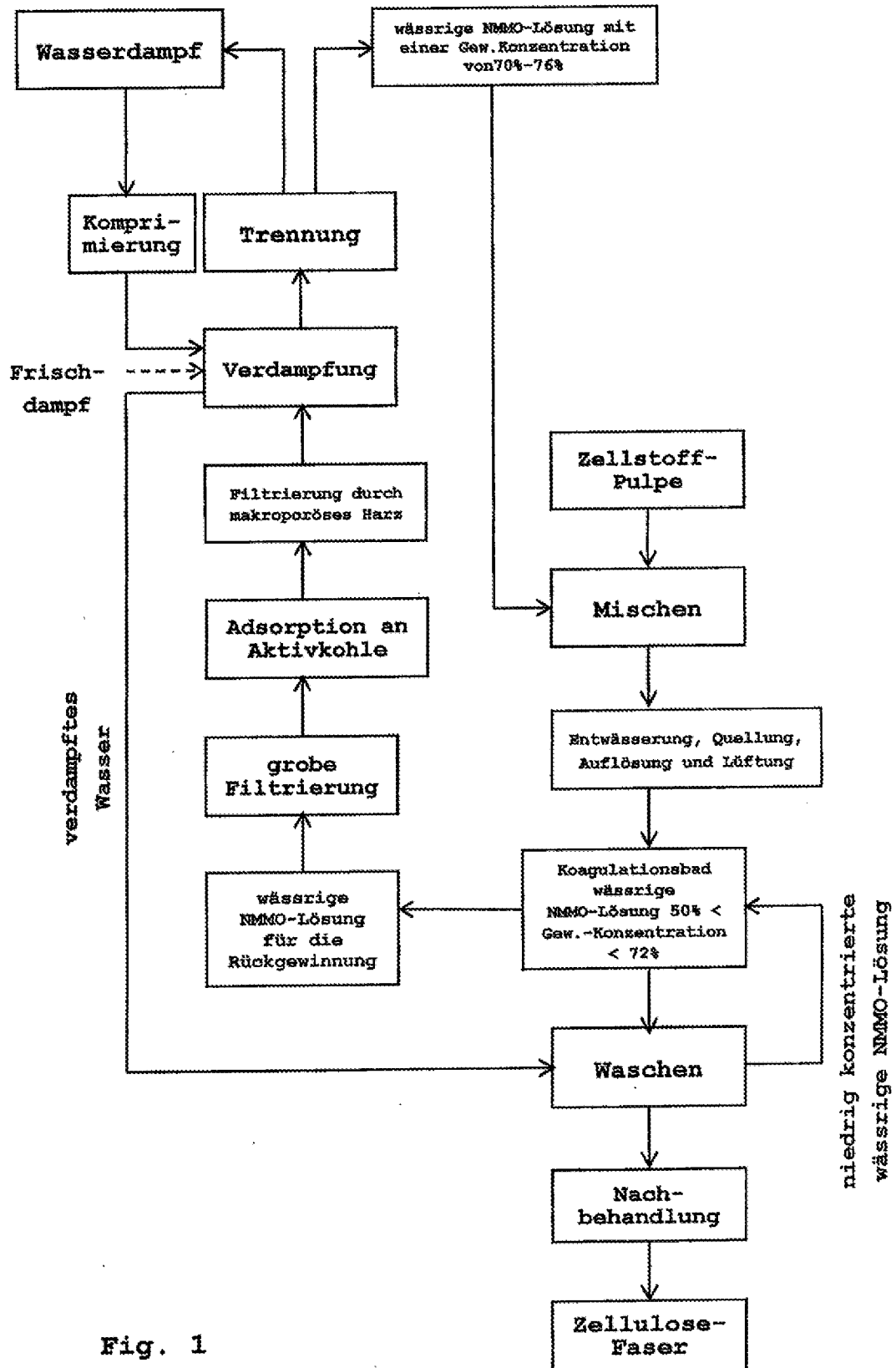


Fig. 1

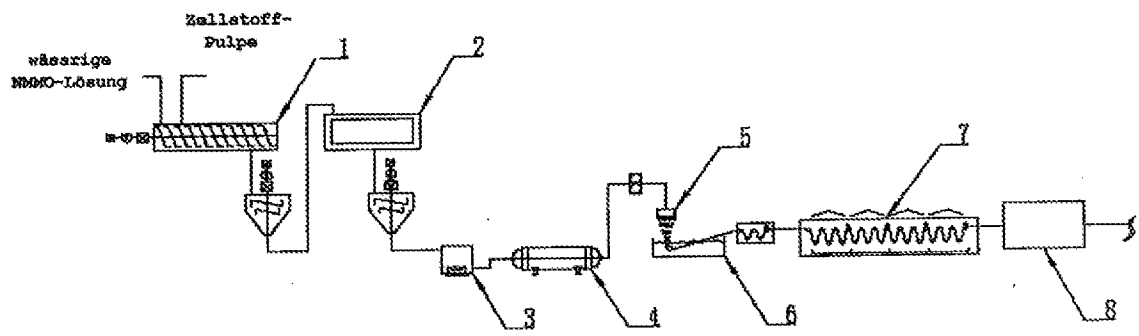


Fig. 2

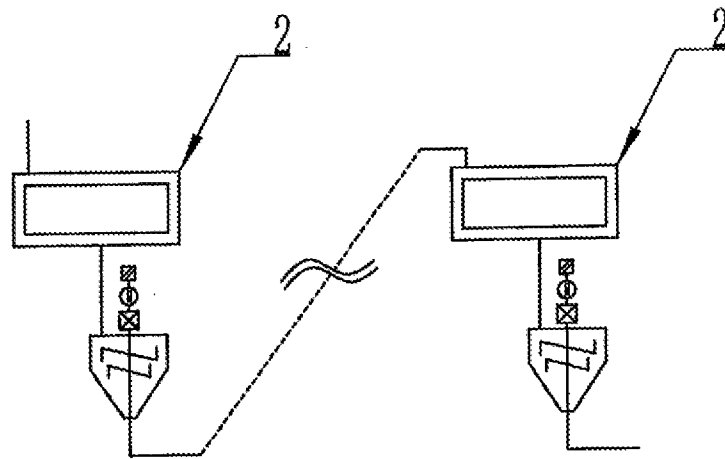


Fig. 3

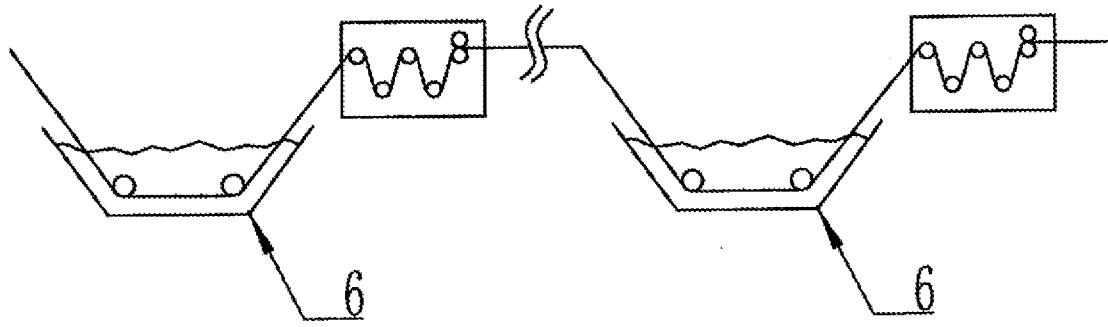


Fig. 4

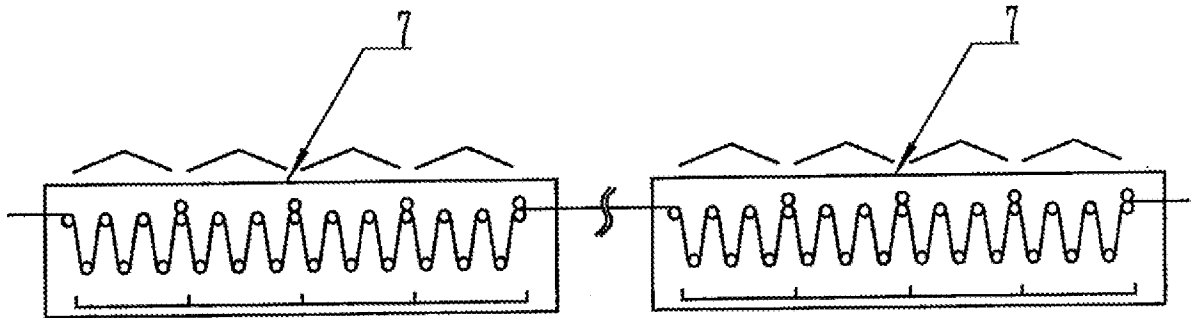


Fig. 5