

(12)

Patentschrift

(21)	Anmeldenummer:	A 9240/2016	(51)	Int. Cl.:	C08J 3/09	(2006.01)
(86)	PCT-Anmeldenummer:	PCT/CN16081488			D01D 1/02	(2006.01)
(22)	Anmeldetag:	10.05.2016			D01F 2/00	(2006.01)
(45)	Veröffentlicht am:	15.08.2023			D21C 9/08	(2006.01)
					D21C 9/18	(2006.01)
					D21H 11/20	(2006.01)

(30) Priorität:
01.06.2015 CN 201510293004.8 beansprucht.

(56) Entgegenhaltungen:
DE 69412606 T2
CIBIK, Tevfik "Untersuchungen am System
NMMO/H₂O/Cellulose" Dissertation TU Berlin,
2003 <URL: https://depositonce.tu-berlin.de/bitstream/11303/1063/1/Dokument_23.pdf>, abgerufen am 14.12.2021
EP 0765407 B1
CN 101435114 B

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

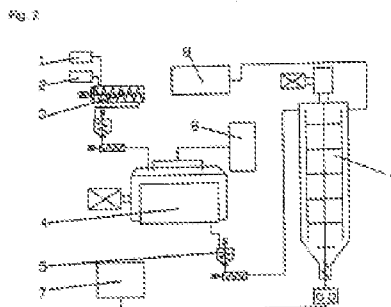
(72) Erfinder:
Zhou Yun'an
100025 Beijing (CN)
Sun Yushan
100025 Beijing (CN)
Wang Genli
100025 Beijing (CN)
Cheng Chunzu
100025 Beijing (CN)
Wu Zhenxing
100025 Beijing (CN)
Chi Kedong
100025 Beijing (CN)
Hou Songxin
100025 Beijing (CN)
Pang Yu
100025 Beijing (CN)

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

(54) Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung und Gerät dafür

(57) Die vorliegende Erfindung sieht einen Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung vor. NMMO mit einer relativ geringen Konzentration und nicht aktivierte Masse werden kontinuierlich online gemischt, die gemischte Vormischung wird in einem Verdampfungsentwässerungsgerät entwässert, bis eine NMMO-Konzentration erreicht wird, die zum Quellen geeignet ist, dann wird ein ausreichendes Quellen unter dieser Bedingung ausgeführt und die gleichförmig gemischte und ausreichend gequollene Vorquelllösung wird einer druckentlasteten Verdampfungsentwässerung und Auflösung durch ein Dünnschicht-Verdampfungsgerät unterzogen, wodurch eine gleichförmig aufgelöste Zelluloselösung hoher Konzentration und ausgezeichneter Gleichförmigkeit erhalten wird. Die vorliegende Erfindung sieht ferner ein kontinuierliches Herstellungsgerät für den Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung vor. Gemäß der vorliegenden Erfindung wird der Konflikt zwischen einer gleichförmigen Mischung und ausreichenden Quellen während der Herstellung einer Zelluloselösung hoher

Konzentration gelöst und Probleme bei Lagerung und Transportsicherheit werden vermieden, die durch Verwendung von NMMO hoher Konzentration in den herkömmlichen Technologien verursacht werden. Und die verwendete Masse muss nicht aktiviert werden, sodass der Energieverbrauch gering ist. Gemäß dem durch die vorliegende Erfindung vorgesehenen Prozess ist der technologische Prozess sicherer, energiesparender und effizienter und eine kontinuierliche industrielle Produktion wird erleichtert.



Beschreibung

PROZESS ZUR HERSTELLUNG EINER ZELLULOSELÖSUNG UND GERÄT DAFÜR

TECHNISCHES GEBIET

[0001] Die vorliegende Erfindung gehört zu einem Gebiet von Zellulose und betrifft insbesondere einen Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung und ein Gerät für das Verfahren.

HINTERGRUND

[0002] Zellulosefasern werden von Menschen wegen ihrer Eigenschaften als wiederverwendbares Rohmaterial, ausgezeichneten Leistung, umfassenden Anwendung und so weiter bevorzugt. Bearbeitungstechnologien von Zellulosefaser sind jedoch nach wie vor durch das gegenwärtige herkömmliche Viskoseverfahren dominiert. Die Umweltverschmutzung, die durch die Prozesse während der Produktion erzeugt wird, wird langsam von Menschen berücksichtigt, sodass eine grüne und umweltfreundliche Bearbeitungstechnologie dringend entwickelt werden muss. In den 90ern des letzten Jahrhunderts löst eine Bearbeitungstechnologie, die eine Stammlösung durch direktes Auflösen von Zellulose mit einem organischen Lösemittel, d.h., N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO), herstellt und dann ein Spinnen durchführt, das Problem einer Umweltverschmutzung des Viskoseverfahrens gründlich. Und Fasern, die durch diese Technologie hergestellt werden, werden von BISFA (The International Bureau for Standardization of Man-made Fibers) als Lyocell bezeichnet.

[0003] Während des Prozesses zur Herstellung von Lyocell-Fasern durch Auflösen von Zellulose mit einer wässrigen NMMO-Lösung hängen die Quell- und Auflösungsprozesse von Zellulose durch NMMO und Wirkungen direkt mit einer Spinnstabilität und Leistung von Endprodukten zusammen. Und die Konzentration einer Spinnlösung und ob ein technischer Prozess energiesparend ist oder nicht, hängen direkt mit dem ökonomischen Nutzen der Prozesstechnologie zusammen. Angesichts der Bedeutung der Stammlösung für das Spinnen während der Herstellung der Lyocell-Fasern ist ein energiesparendes und effizientes Verfahren zur Herstellung einer gut verteilten Zellulosestammlösung in hoher Konzentration für das Spinnen dringend erforderlich.

[0004] Während der Herstellung einer Zelluloselösung müssen mehrere Stufen, d.h., Mischen, Quellen und Auflösen einer Masse und NMMO, in verschiedenen Vorrichtungen ausgeführt werden. Und angesichts der mehreren Stufen und des gesamten Prozesses des Quellens und AuflöSENS sind in verschiedenen Patenten verschiedene Verfahren zum Quellen und Auflösen und Vorrichtungen beschrieben.

[0005] In Herstellungsverfahren von Lyocell-Faser, die von CN1635203A, CN1981075A und CN1635203A offenbart sind, wird die gesamte Masse durch aktivierendes Enzym aktiviert und mit NMMO gemischt und gequollen und dann unter Dekompression entwässert und wird aufgelöst, um die Lösung zum Spinnen zu erhalten.

[0006] Ein Verfahren zur Herstellung einer Zelluloselösung ist in CN1468889A offenbart und ist dadurch gekennzeichnet, dass eine Zelluloselösung aus Zellulosepulver mit einem Durchmesser von nicht mehr als 1000 um und NMMO mit einer Konzentration von 88% durch Erwärmen, Mischen, Kneten, Auflösen und Homogenisieren in einem Doppelschneckenextruder hergestellt wird.

[0007] Eine Vorrichtung zum Produzieren von Zellulosefilmen und Fasern und eine integrierte Anlage sind in CN1157012A offenbart, wobei die Herstellung einer Zelluloselösung durch zwei Dünnschicht-Verdampfungsvorrichtungen ausgeführt wird, die in Reihe verbunden sind und zum Ausführen einer Druckentlastung und Erwärmung an einem flüssigen Gemisch aus Masse und NMMO verwendet werden, um ein Quellen bzw. Auflösen zu erreichen, wodurch die Zelluloselösung erhalten wird.

[0008] Für die bestehenden Hauptverfahren zur Herstellung einer Zelluloselösung kann die Mas-

se aktiviert oder nicht aktiviert sein. Und Lösemittel können eine hohe Konzentration oder eine gewisse Konzentration aufweisen und Mischungs-, Quell- und Auflösungsprozesse für die Masse und das Lösemittel können separat durchgeführt oder in demselben Gerät vollendet werden. Gegenwärtig verwenden alle offenbarten und industriell ausgeführten Verfahren, wie CN1635203A, CN1981075A und CN1635203A NMMO in hoher Konzentration (80% bis 86,7%) und aktivierte Masse und umfassen die Schritte zum Ausführen von Mischen und Quellen in einem Mischungsgerät und dann Ausführen einer Auflösung durch ein Dünnschichtverdampfungsgerät.

[0009] Obwohl die Erzeugung von Gelpartikeln bis zu einem gewissen Grad verringert werden kann, führt die aktivierte Masse ein großes Volumen an Feuchtigkeit ein, das Problem eines Energieverbrauchs, das durch wiederholte Verdampfung verursacht wird, entsteht, und gewisse Sicherheitsrisiken sind in Zusammenhang mit Verdampfung, Lagerung und Abgabe von Lösemitteln in hoher Konzentration vorhanden. Falls zerkleinerte übliche Masse und NMMO in hoher Konzentration verwendet und einem Mischen, Quellen und Auflösen in einem Schneckenextruder unterzogen werden, kann das Problem einer Feuchtigkeitseinführung während der Aktivierung verhindert werden, aber die Anforderungen an eine zerkleinerte Partikelgröße sind zu hoch, eine Ausführung in großem Maßstab ist schwierig und das Problem einer Staubverunreinigung während der Zerkleinerung ist auch schwer zu vermeiden.

[0010] Falls für Quellen geeignetes NMMO in hoher Konzentration verwendet wird, bestehen zusätzlich die Probleme eines hohen Quellungsgrades und eines relativ geringen Flottenverhältnisses während des Mischens und Quellens und es ist schwierig, eine homogene Lösung in hoher Konzentration (12% bis 15%) zum Spinnen herzustellen. Durch Anwenden eines Verfahrens zum Mischen von NMMO einer gewissen Konzentration mit Masse und Durchführen eines Quellens und Auflöserns der Masse durch die zwei Dünnschichtverdampfer wird theoretisch NMMO mit einer relativ geringen Konzentration verwendet und das Problem einer schlechten Gleichförmigkeit, die durch ein unzureichendes Flottenverhältnis während der Herstellung einer Lösung hoher Konzentration zum Spinnen verursacht wird, kann effektiv gelöst werden. Während der tatsächlichen Ausführung dieses Verfahrens bestehen jedoch Probleme, dass Filme schwer in einem flüssigen Gemisch zu bilden sind und eine Phasenteilung eintritt, wenn eine Festphase abfällt und eine Flüssigphase eine Wand entlang strömt, wenn das flüssige Gemisch einem druckentlasteten Entwässern und Quellen in einer Erststufen-Dünnschichtverdampfungsanordnung ausgesetzt wird, so dass die Gleichförmigkeit einer vorab aufgelösten Lösung schwer zu garantieren ist.

[0011] DE 69412606 T2 offenbart, dass Aminoxid, Wasser und Zellulose in einer Ummischvorrichtung gemischt werden, um eine Lösung zu erhalten, die anschließend durch einen Dünnschichtverdampfer entwässert wird.

[0012] Die Dissertation „Untersuchungen am System NMMO/H₂O/Cellulose von T. Cibik aus 2003 (TU Berlin) offenbart, dass Zellulose mit einem System NMMO/H₂O gemischt wird.

[0013] EP 0765407 B1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung einer Zelluloselösung.

[0014] CN 101435114 B offenbart eine Anlage zum kontinuierlichen Mischen von Materialien, Zerkleinern von Zellstoff und Einstellen der Temperatur, um eine Polymervorlösung mit gleichmäßigem Quellungsgrad und gutem viskosen Fluss zu erhalten.

KURZDARSTELLUNG

[0015] Die vorliegende Erfindung hat eine Verbesserung bestehender Mischungs-, Quell- und Auflösungsprozesse von Zellulose zum Ziel, um die Probleme in einem Konflikt zwischen gleichförmigem Mischen und ausreichendem Quellen und Energieverbrauch während der Mischungs-, Quell- und Auflösungsprozesse von NMMO hoher Konzentration und aktivierter Masse in dem technologischen Prozess nach dem Stand der Technik zu lösen und eine homogene Lösung hoher Konzentration zum Spinnen aus NMMO mit einer relativ geringen Konzentration und nicht aktivierter Masse online und in kontinuierlicher Weise herzustellen.

[0016] Ein technisches Schema der vorliegenden Erfindung ist wie folgt:

[0017] Ein Prozess zum Herstellen einer Zelluloselösung umfasst die folgenden Schritte:

[0018] (1) Gleichförmiges Mischen von Zellulosemasse und einer wässrigen NMMO-Lösung mit einer Temperatur von 70°C bis 100°C, um eine Vormischung zu erhalten, wobei eine Masse der wässrigen NMMO-Lösung 5 bis 10 Mal jene der Zellulosemasse ist, und die wässrige NMMO-Lösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 28:72 bis 60:40 hat;

[0019] (2) Unterziehen der Vormischung einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung bei einer Entwässerungstemperatur in einem Bereich von 80°C bis 110°C unter einem Entwässerungsdruck in einem Bereich von 4 kPa bis 10 kPa, um eine Vorquelllösung zu erhalten, wobei die Vorquelllösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 16:84 bis 28:72 hat;

[0020] (3) Unterziehen der Vorquelllösung einer Wärmekonservierung in einem Quellungsgefäß, wobei die Vorquelllösung bei einer Temperatur in einem Bereich von 55°C bis 95°C für eine Verweilzeit in einem Bereich von 3 min bis 60 min ausreichend gequollen wird, um eine gequollene Lösung zu erhalten; und

[0021] (4) Unterziehen der gequollenen Lösung einer Entwässerung durch druckentlastete Dünnschicht-Verdampfung und Auflösung bei einer Entwässerungstemperatur in einem Bereich von 100°C bis 150°C unter einem Entwässerungsdruck in einem Bereich von 4 kPa bis 10 kPa bei einer linearen Dünnschichtwischgeschwindigkeit in einem Bereich von 2 m/s bis 6 m/s, um die Zelluloselösung zu erhalten.

[0022] Die Zellulosemasse ist trocken geschnittene Masse oder trocken gerissene Masse und kann auch nass zerkleinerte Masse sein. Und die Varietät der Zellulosemasse umfasst, ohne aber darauf beschränkt zu sein, eines oder mehrere von Holzstoff, Bambusmasse und Baumwollmasse.

[0023] Gemäß der vorliegenden Erfindung werden NMMO mit einer relativ geringen Konzentration und nicht aktivierte Masse kontinuierlich online gemischt, die gemischte Vormischung wird in einem Verdampfungsentwässerungsgerät entwässert, bis eine NMMO-Konzentration, die zum Quellen geeignet ist, erreicht ist, dann wird ein ausreichendes Quellen unter den Bedingungen durchgeführt und die gleichförmig gemischte und ausreichend gequollene Vorquelllösung wird einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung durch ein Verdampfungsentwässerungsgerät unterzogen, wodurch eine gleichförmig aufgelöste Zelluloselösung ausgezeichneter Gleichförmigkeit mit einer Konzentration in einem Bereich von 12% bis 15% erhalten wird.

[0024] Im Forschungsprozess stellten Forscher der vorliegenden Erfindung fest, dass durch ein gründliches Mischen einer wässrigen NMMO-Lösung relativ geringer Konzentration in einem Bereich von 70°C bis 100°C mit der Zellulosemasse die Zellulosemasse rasch und gleichförmig in der wässrigen NMMO-Lösung dispergiert werden kann, ein gleichförmiges Mischen der Masse und der NMMO-Lösung garantiert ist und eine Grundlage für ein ausreichendes Quellen und Auflösen der Zellulosemasse errichtet wird.

[0025] In wässrigen NMMO-Lösungen mit einer relativ geringen Konzentration ist jedoch das Quellen der Zellulosemasse unzureichend. Die NMMO-Konzentration wird in der vorliegenden Erfindung durch Entwässern durch druckentlastete Verdampfung auf einen Bereich erhöht, der zum Quellen geeignet ist, die Zellulosemasse wird in einer kürzeren Zeit bei einer geringeren Temperatur ausreichend gequollen und die Produktion der Zelluloselösung in einem kontinuierlichen großen Maßstab wird erleichtert.

[0026] Durch Anwendung des technologischen Prozesses werden die Gleichförmigkeit des Mischens und das ausreichende Quellen effektiv garantiert, der Konflikt zwischen gleichförmigem Mischen und ausreichendem Quellen in der Herstellung einer Zelluloselösung hoher Konzentration wird gelöst, die Erzeugung einer großen Menge an Gelpartikeln während der Auflösung wird verhindert, die Spinnstabilität der Zelluloselösung wird verbessert und der Druck eines Spinnfiltergeräts wird gemindert. Und durch Verwendung einer nicht aktivierten Masse wird das Problem des Energieverbrauchs, das aus einer wiederholten Verdampfung entsteht, verhindert.

[0027] In Schritt (1) hat die wässrige NMMO-Lösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 28:72 bis 50:50.

[0028] Vorzugsweise hat in Schritt (1) die wässrige NMMO-Lösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 28:72 bis 35:65.

[0029] In Schritt (2) hat die Vorquellungslösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 18:82 bis 27:73.

[0030] Vorzugsweise hat in Schritt (2) die Vorquellungslösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 19:81 bis 25:75.

[0031] In Schritt (1) ist die Masse der wässrigen NMMO-Lösung das 8- bis 10-Fache jener der Zellulosemasse und die wässrige NMMO-Lösung hat eine Temperatur von 80°C bis 90°C.

[0032] In Schritt (1) umfasst ein Prozess zum gleichförmigen Mischen der Zellulosemasse und der wässrigen NMMO-Lösung ein Zugeben der Zellulosemasse und der wässrigen NMMO-Lösung in ein kontinuierliches Mischgerät und ein Ausführen eines kontinuierlichen Mischens über 5 min bis 30 min bei einer linearen Rührgeschwindigkeit in einem Bereich von 60 m/min bis 180 m/min.

[0033] Wie weiter oben erwähnt, wird in Schritt (2) erfindungsgemäß ein Prozess zum Entwässern durch Verdampfungsentwässerung durch Entwässern durch druckentlastete Verdampfung bei einer Entwässerungstemperatur von 80°C bis 110°C unter einem Entwässerungsdruck von 4 kPa bis 10 kPa ausgeführt.

[0034] Durch Anwenden einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung kann die Entwässerungstemperatur gesenkt werden, die Entwässerungseffizienz kann erhöht werden und der kontinuierliche Ablauf der gesamten Herstellung der Zelluloselösung wird erleichtert.

[0035] In Schritt (3) wird die Vorquelllösung erfindungsgemäß ausreichend bei einer Temperatur in einem Bereich von 55°C bis 95°C für eine Verweilzeit in einem Bereich von 3 min bis 60 min gequollen, um eine gequollene Lösung im Quellungsgefäß zu erhalten.

[0036] Vorzugsweise wird die Vorquelllösung in Schritt (3) ausreichend bei einer Temperatur in einem Bereich von 65°C bis 95°C für eine Verweilzeit in einem Bereich von 10 min bis 45 min gequollen, um eine gequollene Lösung im Quellungsgefäß zu erhalten.

[0037] Besonders bevorzugt wird die Vorquelllösung in Schritt (3) ausreichend bei einer Temperatur in einem Bereich von 75°C bis 85°C für eine Verweilzeit in einem Bereich von 15 min bis 30 min gequollen, um eine gequollene Lösung im Quellungsgefäß zu erhalten.

[0038] Das Quellungsgerät, das in der vorliegenden Erfindung zum Vorquellen verwendet wird, ist ein Quellungsgerät der horizontalen Strömungsrührart, sodass die Zellulosemasse dieselbe Verweilzeit hat, die kontinuierliche Herstellung der Zelluloselösung erleichtert wird und die hergestellte gequollene Lösung ausreichend und gleichförmig gequollen ist.

[0039] In Schritt (4) ist erfindungsgemäß ein Prozess zur Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung eine Dünnschichtverdampfungsentwässerung und -auflösung und wird bei einer Entwässerungstemperatur in einem Bereich von 100°C bis 150°C unter einem Entwässerungsdruck in einem Bereich von 4 kPa bis 10 kPa bei einer linearen Dünnschichtwisch-Geschwindigkeit von 2 m/s bis 6 m/s ausgeführt.

[0040] Ein kontinuierliches Herstellungsgerät bzw. ein Gerät in kontinuierlicher Betriebsweise für eine Zelluloselösung umfasst ein kontinuierliches Einspeisungsgerät, einen kontinuierlichen Mischer, ein kontinuierliches Druckentlastungs- und Heizgerät, ein Quellungsgefäß und ein Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät, die der Reihe nach durch einen Strang verbunden sind, wobei das kontinuierliche Einspeisungsgerät eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung und eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung umfasst und die kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung und die kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung jeweils mit Einspeisungsabschnitten des kontinuierlichen Mixers verbunden sind.

[0041] Der kontinuierliche Mischer ist ein Gerät mit kontinuierlicher Mischfunktion, wie ein kontinuierlicher Einzelwellenmischer, ein kontinuierlicher Doppelwellenmischer oder ein kontinuierlicher Doppelschneckenmischer vom Knettyp und kann für ein rasches und ausreichendes Mischen von NMMO und Zellulosemasse verwendet werden, und nach dem Mischen wird eine Vormischung erhalten.

[0042] Das kontinuierliche Druckentlastungs- und Heizgerät ist aus einem kontinuierlichen Mischer, der mit einer Vakuumheizvorrichtung ausgestattet ist, ausgewählt.

[0043] Das kontinuierliche Druckentlastungs- und Heizgerät kann für ein weiteres intensives Rühren und Mischen der Vormischung verwendet werden. Eine Rührkomponente des Geräts kann zum Erwärmen der Vormischung durch eine Kontaktfläche verwendet werden und die Vormischung wird einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung unter einem gewissen Vakuum unterzogen, bis ein vorgegebenes Volumen Feuchtigkeit verdampft ist, sodass eine Konzentration von NMMO einen optimalen Quellkonzentrationsbereich erreicht, und eine Vorquelllösung erhalten wird.

[0044] Das Quellungsgefäß ermöglicht, dass die Vorquelllösung, deren Konzentration von NMMO den optimalen Quellkonzentrationsbereich erreicht, ausreichend bei einer passenden Temperatur nach einer gewissen Verweilzeit gequollen wird, und die Vorquelllösung in die gequollene Lösung umgesetzt wird. Das Quellungsgefäß ist mit einer Rührvorrichtung vom horizontalen Strömungstyp versehen, sodass die flüssige Mischung einem First-in und First-out Prinzip unterliegt und dieselbe Quellverweilzeit hat und die Temperatur eines Außenmantels (einer Innenwand) des Quellungsgefäßes durch ein Heizmedium reguliert und kontrolliert werden kann.

[0045] Das Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät ist ein Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät vom vertikalen Typ und die gequollene Lösung kann auf der Oberfläche einer vertikalen Innenwand des Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgeräts verteilt werden, um eine Dünnschichtform zu bilden, und wird unter richtigen Temperatur- und Vakuumbedingungen entwässert und in eine Zelluloselösung mit einer Konzentration von 10% bis 15% umgesetzt.

[0046] Das kontinuierliche Herstellungsgerät für die Zelluloselösung, das durch die vorliegende Erfindung vorgesehen ist, umfasst ferner ein Formungsgerät, wobei das Formungsgerät zum Umsetzen der Zelluloselösung zum Spinnen in Produkte wie Fasern, Filme und Vliesstoffe verwendet werden kann.

[0047] Das kontinuierliche Herstellungsgerät für die Zelluloselösung umfasst ferner ein Lagerungsgefäß und eine erste Förderpumpe, wobei das Lagerungsgefäß und die erste Förderpumpe der Reihe nach auf einem Strang zwischen dem kontinuierlichen Mischer und dem kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgerät angeordnet sind.

[0048] Das kontinuierliche Herstellungsgerät für die Zelluloselösung umfasst ferner eine zweite Förderpumpe, wobei die zweite Förderpumpe auf einem Strang zwischen dem Quellungsgefäß und dem Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät angeordnet ist.

[0049] Die vorliegende Erfindung offenbart einen Prozess zum Herstellen einer Zelluloselösung und ein Gerät für den Prozess. Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ein kontinuierlicher Beschickungsmodus angewendet, eine wässrige NMMO-Lösung mit geringer Konzentration wird mit Zellulosemasse, Zusatzstoffen usw. in einem Mischgerät vorgemischt, dann tritt die Vormischung in ein kontinuierliches Druckentlastungs- und Heizgerät vom horizontalen Typ und wird einer druckentlasteten Entwässerung unterzogen, sodass die NMMO-Konzentration einen optimalen Quellkonzentrationsbereich erreichen kann. Und die Zellulosemasse wird für eine gewisse Zeit bei einer gewissen Temperatur ausreichend gequollen und dann werden ferner ein Entwässern und Auflösen in einem Dünnschichtverdampfer vom vertikalen Typ ausgeführt, indem eine Dünnschichtverdampfungstechnologie angewendet wird, um eine Lösung mit guter Prozessfähigkeit zu bilden.

[0050] Verglichen mit dem Stand der Technik hat der Prozess zum Herstellen der Zelluloselösung, der durch die vorliegende Erfindung offenbart ist, die Vorteile, dass der Konflikt zwischen

gleichförmigem Mischen und ausreichendem Quellen während der Herstellung einer Zelluloselösung hoher Konzentration gelöst ist und sowohl ein gleichförmiges Mischen wie auch ausreichendes Quellen erreicht wird.

[0051] Durch Verwendung von NMMO geringer Konzentration werden Probleme bei Lagerung und Transportsicherheit vermieden, die durch die Verwendung von NMMO hoher Konzentration in den herkömmlichen Technologien verursacht wurden.

[0052] Die verwendete Masse muss nicht aktiviert werden, sodass das Problem eines Energieverbrauchs vermieden wird, der sich aus der wiederholten Verdampfung ergibt, die durch ein großes Volumen an Feuchtigkeit verursacht wird, das durch Aktivierung eingeführt wird.

[0053] Daher hat das Verfahren, das durch die vorliegende Erfindung vorgesehen ist, im Vergleich zum Stand der Technik die Vorteile, dass die hergestellte Lösung gleichförmiger ist, der gesamte technologische Prozess sicherer, energiesparender und effizienter ist und eine kontinuierliche industrielle Produktion erleichtert ist.

[0054] Die Zelluloselösung, die durch den Prozess der vorliegenden Erfindung hergestellt wird, hat eine höhere Konzentration in einem Bereich von 12% bis 15%, die Lösung ist gleichförmig und von ausgezeichneter Gleichförmigkeit, Gelpartikel sind von geringer Partikelgröße und von schmaler Partikelgrößenverteilung. Ein Spinnen wird mit einem Entwurfsvielfachen von 5 durchgeführt, um Fasern herzustellen, die Spinnstabilität ist ausgezeichnet und es sind keine gebrochene Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden vorhanden. Die durch den Prozess hergestellte Zelluloselösung ist zur Produktion von Produkten wie Zellulosefasern, Zellulosefilmen und Vliesstoffen geeignet und hat extrem weitreichende Marktanwendungsaussichten.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

[0055] Fig. 1 ist ein Ablaufdiagramm eines Prozesses der vorliegenden Erfindung.

[0056] Fig. 2 ist eine schematische Strukturdarstellung eines kontinuierlichen Herstellungsgäräts für eine Zelluloselösung der vorliegenden Erfindung.

BEZUGSZEICHEN:

- 1 kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung
- 2 kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung
- 3 kontinuierlicher Mischer
- 4 kontinuierliches Druckentlastungs- und Heizgerät
- 5 Quellungsgefäß
- 6 Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät
- 7 Formungsgerät
- 8 Vakuumvorrichtung

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG

AUSFÜHRUNGSFORM 1

[0057] (1) 20 kg Zellulosemasse (trocken geschnittene Masse COSMO DP500, Feuchtigkeitsgehalt 6%) und 167 kg wässrige NMMO-Lösung von 70°C wurden kontinuierlich in einen kontinuierlichen Mischer 3 durch eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung 1 bzw. eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 zugegeben und 30 min im kontinuierlichen Mischer 3 bei einer linearen Rührgeschwindigkeit von 60 m/min gerührt, um gleichförmig gemischt zu werden, um eine Vormischung zu erhalten. Die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 28:72.

[0058] (2) Die Vormischung wurde kontinuierlich in ein Druckentlastungs- und Heizgerät 4 ge-

pumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. In dem kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgerät 4 war ein Entwässerungsdruck 6 kPa und eine Entwässerungstemperatur war 105°C. Und die Vorquelllösung an einem Auslass des Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 19:81.

[0059] (3) Die Vorquelllösung wurde kontinuierlich in ein Quellungsgefäß 5 eingespeist. Die Vorquelllösung wurde ausreichend bei der Temperatur von 80°C für die Verweilzeit von 15 min im Inneren des Quellungsgefäßes gequollen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0060] (4) Die gequollene Lösung wurde kontinuierlich in das Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um eine Zelluloselösung mit einer Zellulosekonzentration von 12% zu erhalten. Im Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 war eine Entwässerungstemperatur 100°C, ein Entwässerungsdruck war 4 kPa und eine Dünnschichtwischgeschwindigkeit war 2 m/s.

[0061] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinngerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 2

[0062] (1) 20 kg Zellulosemasse (trocken geschnittene Masse, Bambusmasse DP500, Feuchtigkeitsgehalt 6%) und 200 kg wässrige NMMO-Lösung von 85°C wurden kontinuierlich in einen kontinuierlichen Mischer 3 durch eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung 1 bzw. eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 zugegeben und 20 min im kontinuierlichen Mischer 3 bei einer linearen Rührgeschwindigkeit von 120 m/min gerührt, um gleichförmig gemischt zu werden, um eine Vormischung zu erhalten. Die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 40:60.

[0063] (2) Die Vormischung wurde kontinuierlich in ein Druckentlastungs- und Heizgerät 4 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. In dem kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgerät 4 war ein Entwässerungsdruck 4 kPa und eine Entwässerungstemperatur war 110°C. Und die Vorquelllösung an einem Auslass des Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 21:79.

[0064] (3) Die Vorquelllösung wurde kontinuierlich in ein Quellungsgefäß 5 eingespeist. Die Vorquelllösung wurde ausreichend bei der Temperatur von 85°C für die Verweilzeit von 30 min im Inneren des Quellungsgefäßes gequollen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0065] (4) Die gequollene Lösung wurde kontinuierlich in das Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um eine Zelluloselösung mit einer Zellulosekonzentration von 12% zu erhalten. Im Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 war eine Entwässerungstemperatur 120°C, ein Entwässerungsdruck war 6 kPa und eine Dünnschichtwischgeschwindigkeit war 4 m/s.

[0066] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinngerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 3

[0067] (1) 20 kg Zellulosemasse (trocken geschnittene Masse, Baumwollmasse DP500, Feuchtigkeitsgehalt 6%) und 168 kg wässrige NMMO-Lösung von 90°C wurden kontinuierlich in einen kontinuierlichen Mischer 3 durch eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung 1 bzw.

eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 zugegeben und 5 min im kontinuierlichen Mischer 3 bei einer linearen Rührgeschwindigkeit von 180 m/min gerührt, um gleichförmig gemischt zu werden, um eine Vormischung zu erhalten. Die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 35:70.

[0068] (2) Die Vormischung wurde kontinuierlich in ein Druckentlastungs- und Heizgerät 4 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. In dem kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgerät 4 war ein Entwässerungsdruck 4 kPa und eine Entwässerungstemperatur war 80°C. Und die Vorquelllösung an einem Auslass des Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 25:75.

[0069] (3) Die Vorquelllösung wurde kontinuierlich in ein Quellungsgefäß 5 eingespeist. Die Vorquelllösung wurde ausreichend bei der Temperatur von 55°C für die Verweilzeit von 60 min im Inneren des Quellungsgefäßes gequollen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0070] (4) Die gequollene Lösung wurde kontinuierlich in das Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um eine Zelluloselösung mit einer Zellulosekonzentration von 13% zu erhalten. Im Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 war eine Entwässerungstemperatur 150°C, ein Entwässerungsdruck war 10 kPa und eine Dünnschichtwischgeschwindigkeit war 34 m/s.

[0071] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinngerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 4

[0072] (1) 20 kg Zellulosemasse (trocken geschnittene Masse, COSMO DP450, Feuchtigkeitsgehalt 6%) und 100 kg wässrige NMMO-Lösung von 100°C wurden kontinuierlich in einen kontinuierlichen Mischer 3 durch eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung 1 bzw. eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 zugegeben und 15 min im kontinuierlichen Mischer 3 bei einer linearen Rührgeschwindigkeit von 120 m/min gerührt, um gleichförmig gemischt zu werden, um eine Vormischung zu erhalten. Die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 45:55.

[0073] (2) Die Vormischung wurde kontinuierlich in ein Druckentlastungs- und Heizgerät 4 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. In dem kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgerät 4 war ein Entwässerungsdruck 4 kPa und eine Entwässerungstemperatur war 90 °C. Und die Vorquelllösung an einem Auslass des Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 22:78.

[0074] (3) Die Vorquelllösung wurde kontinuierlich in ein Quellungsgefäß 5 eingespeist. Die Vorquelllösung wurde ausreichend bei der Temperatur von 95°C für die Verweilzeit von 3 min im Inneren des Quellungsgefäßes gequollen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0075] (4) Die gequollene Lösung wurde kontinuierlich in das Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um eine Zelluloselösung mit einer Zellulosekonzentration von 15% zu erhalten. Im Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 war eine Entwässerungstemperatur 120°C, ein Entwässerungsdruck war 6 kPa und eine Dünnschichtwischgeschwindigkeit war 6 m/s.

[0076] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinngerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 5

[0077] (1) 25 kg Zellulosemasse (Nasspulver-Masse, COSMO DP500, Feuchtigkeitsgehalt 25%) und 167 kg wässrige NMMO-Lösung von 85 °C wurden kontinuierlich in einen kontinuierlichen Mischer 3 durch eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung 1 bzw. eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 zugegeben und 30 min im kontinuierlichen Mischer 3 bei einer linearen Rührgeschwindigkeit von 120 m/min gerührt, um gleichförmig gemischt zu werden, um eine Vormischung zu erhalten. Die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 28:72.

[0078] (2) Die Vormischung wurde kontinuierlich in ein Druckentlastungs- und Heizgerät 4 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. In dem kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgerät 4 war ein Entwässerungsdruck 5 kPa und eine Entwässerungstemperatur war 105°C. Und die Vorquelllösung an einem Auslass des Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 20:80.

[0079] (3) Die Vorquelllösung wurde kontinuierlich in ein Quellungsgefäß 5 eingespeist. Die Vorquelllösung wurde ausreichend bei der Temperatur von 80°C für die Verweilzeit von 25 min im Inneren des Quellungsgefäßes gequollen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0080] (4) Die gequollene Lösung wurde kontinuierlich in das Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 gepumpt und wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um eine Zelluloselösung mit einer Zellulosekonzentration von 12% zu erhalten. Im Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 war eine Entwässerungstemperatur 130°C, ein Entwässerungsdruck war 10 kPa und eine Dünnsfilmwischgeschwindigkeit war 4 m/s.

[0081] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinnergerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 6

[0082] Ein Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung umfasst die folgenden Schritte:

[0083] (1) Zellulosemasse und eine wässrige NMMO-Lösung von 70°C wurden gleichförmig gemischt, um eine Vormischung zu erhalten, wobei die Masse der wässrigen NMMO-Lösung das Fünffache jener der Zellulosemasse war und die wässrige NMMO-Lösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 60:40 hatte.

[0084] (2) Die Vormischung wurde einer Entwässerung durch Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. Die Vorquelllösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 16:84.

[0085] (3) Die Vorquelllösung wurde einer Wärmekonservierung in einem Quellungsgefäß für ein ausreichendes Quellen unterzogen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0086] (4) Die gequollene Lösung wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um die Zelluloselösung zu erhalten.

[0087] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinnergerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 7

[0088] Ein Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung umfasst die folgenden Schritte:

[0089] (1) Zellulosemasse und eine wässrige NMMO-Lösung von 100°C wurden gleichförmig gemischt, um eine Vormischung zu erhalten. Die Masse der wässrigen NMMO-Lösung war das Zehnfache jener der Zellulosemasse; und die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 35:65.

[0090] (2) Die Vormischung wurde einer Entwässerung durch Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. Die Vorquelllösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 27:73.

[0091] (3) Die Vorquelllösung wurde einer Wärmekonservierung in einem Quellungsgefäß für ein ausreichendes Quellen unterzogen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0092] (4) Die gequollene Lösung wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um die Zelluloselösung zu erhalten.

[0093] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinnergerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 8

[0094] Ein Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung umfasst die folgenden Schritte:

[0095] (1) Zellulosemasse und eine wässrige NMMO-Lösung von 85°C wurden gleichförmig gemischt, um eine Vormischung zu erhalten. Die Masse der wässrigen NMMO-Lösung war das Achtfache jener der Zellulosemasse; und die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 28:72.

[0096] (2) Die Vormischung wurde einer Entwässerung durch Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. Die Vorquelllösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 19:81.

[0097] (3) Die Vorquelllösung wurde einer Wärmekonservierung in einem Quellungsgefäß für ein ausreichendes Quellen unterzogen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[0098] (4) Die gequollene Lösung wurde einer druckentlasteten Entwässerung durch Verdampfung und Auflösung unterzogen, um die Zelluloselösung zu erhalten. Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinnergerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 9

[0099] Ein Prozess zur Herstellung einer Zelluloselösung umfasst die folgenden Schritte:

[00100] (1) Zellulosemasse und eine wässrige NMMO-Lösung von 90°C wurden gleichförmig gemischt, um eine Vormischung zu erhalten. Die Masse der wässrigen NMMO-Lösung war das Neunfache jener der Zellulosemasse und die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 29:62.

[00101] (2) Die Vormischung wurde einer Entwässerung durch Verdampfung unterzogen, um eine Vorquelllösung zu erhalten. Die Vorquelllösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 20:79.

[00102] (3) Die Vorquelllösung wurde einer Wärmekonservierung in einem Quellungsgefäß für ein ausreichendes Quellen unterzogen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[00103] (4) Die gequollene Lösung wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um die Zelluloselösung zu erhalten.

[00104] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine herausragende Gleichförmigkeit. Unter der Bedingung, dass die hergestellte Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinngerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Zelluloselösung eine ausgezeichnete Spinnstabilität und wies keine gebrochenen Enden in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

AUSFÜHRUNGSFORM 10

[00105] Unter Bezugnahme auf Fig. 2 umfasst ein kontinuierliches Herstellungsgerät für eine Zelluloselösung, wie durch die vorliegende Erfindung vorgesehen, ein kontinuierliches Einspeisungsgerät, einen kontinuierlichen Mischer 3, ein kontinuierliches Druckentlastungs- und Heizgerät 4, ein Knetgefäß 5 und ein Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6. Wobei das kontinuierliche Einspeisungsgerät eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung 1 und eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 umfasst und die Massenbeschickungsvorrichtung 1 und die kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 jeweils mit Einspeisungsabschnitten des kontinuierlichen Mixers 3 verbunden sind. Ein Abgabeende des kontinuierlichen Mixers 3 ist mit einem Beschickungsende des kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 durch einen Strang verbunden. Ein Abgabeende des kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 ist mit einem Beschickungsende des Quellungsgefäßes 5 durch einen Strang verbunden und ein Abgabeende des Quellungsgefäßes 5 ist mit einem Beschickungsende des Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgeräts verbunden.

[00106] Der kontinuierliche Mischer 3 kann mit einer kontinuierlichen Mischfunktion ausgestattet sein, wie einem kontinuierlichen Einzelwellenmischer, einem kontinuierlichen Doppelwellenmischer oder einem kontinuierlichen Doppelschneckenmischer vom Knettyp.

[00107] Das kontinuierliche Druckentlastungs- und Heizgerät 4 ist ausgewählt aus einem kontinuierlichen Mischer, der mit einer Vakuumheizvorrichtung ausgestattet ist. Das Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 kann ein Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät vom vertikalen Typ sein. Jedes von dem Druckentlastungs- und Heizgerät 4 und dem Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 ist mit einer Vakuumvorrichtung 8 verbunden.

[00108] Das kontinuierliche Herstellungsgerät für die Zelluloselösung, das durch die vorliegende Erfindung vorgesehen ist, kann ferner ein Formungsgerät 7 umfassen. Ein Beschickungsende des Formungsgeräts 7 ist mit einem Abgabeende des Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgeräts verbunden.

[00109] Das kontinuierliche Herstellungsgerät für die Zelluloselösung kann ferner ein Lagerungsgefäß und eine erste Förderpumpe umfassen. Das Lagerungsgefäß und die erste Förderpumpe sind der Reihe nach auf einem Strang zwischen dem kontinuierlichen Mischer 3 und dem kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgerät 4 angeordnet.

[00110] Das kontinuierliche Herstellungsgerät für die Zelluloselösung kann ferner eine zweite Förderpumpe umfassen. Die zweite Förderpumpe ist auf einem Strang zwischen dem Quellungsgefäß 5 und dem Dünnsfilm-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 angeordnet.

[00111] Eine spezielle Ausführungsform des kontinuierlichen Herstellungsgeräts für die Zelluloselösung ist wie folgt:

[00112] (1) Zellulosemasse und eine wässrige NMMO-Lösung wurden in den kontinuierlichen Mischer 3 durch die kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung 1 bzw. die kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung 2 eingebracht und wurden ausreichend und gleichförmig im kontinuierlichen Mischer 3 gemischt, um eine Vormischung zu erhalten, und die Vormischung wurde kontinuierlich in das Lagerungsgefäß eingebracht.

[00113] (2) Die Vormischung im Lagerungsgefäß wurde in das kontinuierliche Druckentlastungs- und Heizgerät 4 durch eine erste Förderpumpe eingebracht, sodass die Vormischung noch intensiver gerührt und gemischt wird. Eine Rührkomponente des kontinuierlichen Druckentlastungs- und Heizgeräts 4 erwärmt die Vormischung durch eine Kontaktfläche, die Vormischung wurde einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung unter einem gewissen Vakuum unterzo-

gen, bis ein vorgegebenes Volumen Feuchtigkeit verdampft war und somit eine NMMO-Konzentration einen optimalen Quellkonzentrationsbereich erreichte, um eine Vorquelllösung zu erhalten.

[00114] (3) Die Vorquelllösung wurde kontinuierlich in das Quellungsgefäß 5 durch eine Rohrleitung eingebracht und wurde nach einer gewissen Verweilzeit ausreichend unter richtigen Temperaturbedingungen gequollen, um zu einer gequollenen Lösung umgesetzt zu werden, und eine Temperatur eines Außenmantels des Quellungsgefäßes wurde durch ein Heizmedium reguliert und kontrolliert.

[00115] (4) Die gequollene Lösung wurde kontinuierlich durch eine zweite Förderpumpe in das Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät 6 gepumpt, wurde auf der Oberfläche einer vertikalen Innenwand des Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgeräts 6 verteilt, um eine Dünnschichtform zu bilden, und wurde weiter unter richtigen Temperatur- und Vakuumbedingungen entwässert, um in eine Zelluloselösung mit einer Konzentration von 10% bis 15% umgesetzt zu werden.

[00116] (5) Die Zelluloselösung wurde in das Formungsgerät 7 eingebracht und konnte in Produkte wie Fasern, Filme und Vliesstoffe umgesetzt werden.

VERGLEICHSPBEISPIEL:

[00117] (1) 50 kg zellulaseaktivierte Masse (COSMO DP500, Feuchtigkeitsgehalt 53%) und 178 kg wässrige NMMO-Lösung von 85°C wurden 30 min bei einer linearen Rührgeschwindigkeit von 120 m/min gerührt, um gleichförmig gemischt zu werden, um eine Vormischung zu erhalten. Die wässrige NMMO-Lösung hatte ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis von 84:16.

[00118] (2) Die Vormischung wurde in ein Quellungsgefäß eingebracht, auf eine Temperatur von 85°C erwärmt und einer Wärmekonservierung in einem Quellungsgefäß für ein ausreichendes Quellen unterzogen, um eine gequollene Lösung zu erhalten.

[00119] (3) Die gequollene Lösung wurde in ein Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät eingebracht und einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung und Auflösung unterzogen, um eine Zelluloselösung mit einer Zellulosekonzentration von 12% zu erhalten. Das Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät hatte eine Entwässerungstemperatur von 130°C, einen Entwässerungsdruck von 10 kPa und eine Dünnschichtwischgeschwindigkeit von 4 m/s.

[00120] Die Lösung hatte, wie durch einen Test bestätigt, eine schlechtere Gleichförmigkeit im Vergleich zu den Lösungen der Ausführungsformen und hatte eine größere Gelpartikel-Partikelgröße. Unter derselben Bedingung, dass keine Filterung durch ein Filtergerät erfolgte, und unter der Bedingung, dass die Zelluloselösung zum Spinnen durch ein Spinnergerät mit einem Entwurfsvielfachen von 5 verwendet wurde, hatte die Lösung eine schlechtere Spinnstabilität und gebrochene Enden traten häufiger in einem Spinnzeitraum von 2 Stunden auf.

[00121] Die Gleichförmigkeit der Zelluloselösung kann durch Beobachten des Auflösungszustands von Zellulose in der Lösung durch ein polarisiertes Mikroskop und Erfassen der Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung von Gelpartikeln in der Lösung durch ein Laserpartikelgrößenanalysengerät charakterisiert werden. Je kleiner die Partikelgröße der Gelpartikel in der Lösung ist und je schmaler die Partikelgrößenverteilung ist, umso größer ist die Gleichförmigkeit der Lösung. Und wenn die Gelpartikel in der Lösung von relativ großer Größe und relativ breiter Partikelgrößenverteilung sind, wird die Spinnstabilität der Lösung beeinträchtigt und ein Fadenbruchphänomen tritt ein, wenn das Entwurfsvielfache relativ groß ist.

	Gleichförmigkeit der Lösung			Spinnstabilität
	Polarisiertes Mikroskop	D50 um	D90 um	Die Spinnlösung wird nicht durch ein Filtergerät gefiltert und wird 2 Stun- den einem Spinnen mit ei- nem Entwurfsvielfachen von 5 unterzogen
Ausführungsform 1	Keine ungelösten Stoffe	9	30	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 2	Keine ungelösten Stoffe	11	29	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 3	Keine ungelösten Stoffe	8	31	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 4	Keine ungelösten Stoffe	10	28	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 5	Keine ungelösten Stoffe	8,5	27	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 6	Keine ungelösten Stoffe	9,5	28	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 7	Keine ungelösten Stoffe	8	30	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 8	Keine ungelösten Stoffe	8,5	29	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Ausführungsform 9	Keine ungelösten Stoffe	10	30	Stabiles Spinnen, keine gebrochener Faden
Vergleichs-beispiel	Keine ungelösten Stoffe	35	122	Schlechtere Stabilität, häufigerer Fadenbruch

[00122] Aus der obenstehenden Tabelle ist erkennbar, dass die durch den Prozess, der durch die vorliegende Erfindung vorgesehen ist, hergestellte Zelluloselösung eine ausgezeichnete Gleichförmigkeit und hohe Spinnstabilität aufweist und frei vom Fadenbruchphänomen in 2 Stunden Spinnen ist.

[00123] Die Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind oben ausführlich beschrieben, aber der angeführte Inhalt betrifft nur bevorzugte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung und kann nicht als Einschränkung des Ausführungsumfangs der vorliegenden Erfindung angesehen werden. Alle äquivalenten Variationen, Verbesserungen usw., die gemäß dem Anwendungsumfang der vorliegenden Erfindung vorgenommen werden, sollen im Umfang der vorliegenden Erfindung liegen.

Patentansprüche

1. Prozess zum Herstellen einer Zelluloselösung, umfassend:
 - (1) Gleichförmiges Mischen von Zellulosemasse und einer wässrigen NMMO-Lösung mit einer Temperatur in einem Bereich von 70°C bis 100°C, um eine Vormischung zu erhalten, wobei eine Masse der wässrigen NMMO-Lösung 5 bis 10 Mal jene der Zellulosemasse ist, und die wässrige NMMO-Lösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 28:72 bis 60:40 hat;
 - (2) Unterziehen der Vormischung einer Entwässerung durch druckentlastete Verdampfung bei einer Entwässerungstemperatur in einem Bereich von 80°C bis 110°C unter einem Entwässerungsdruck in einem Bereich von 4 kPa bis 10 kPa, um eine Vorquelllösung zu erhalten, wobei die Vorquelllösung ein Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 16:84 bis 28:72 hat;
 - (3) Unterziehen der Vorquelllösung einer Wärmekonservierung in einem Quellungsgefäß, wobei die Vorquelllösung bei einer Temperatur in einem Bereich von 55°C bis 95°C für eine Verweilzeit in einem Bereich von 3 min bis 60 min ausreichend gequollen wird, um eine gequollene Lösung zu erhalten; und
 - (4) Unterziehen der gequollenen Lösung einer Entwässerung durch druckentlastete Dünnschicht-Verdampfung und Auflösung bei einer Entwässerungstemperatur in einem Bereich von 100°C bis 150°C unter einem Entwässerungsdruck in einem Bereich von 4 kPa bis 10 kPa bei einer linearen Dünnschichtgeschwindigkeit in einem Bereich von 2 m/s bis 6 m/s, um die Zelluloselösung zu erhalten.
2. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (1) die wässrige NMMO-Lösung das Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 28:72 bis 50:50 hat.
3. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (2) die Vorquelllösung das Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 18:82 bis 27:73 hat.
4. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (1) die Masse der wässrigen NMMO-Lösung das 8- bis 10-Fache jener der Zellulosemasse ist und die wässrige NMMO-Lösung eine Temperatur in einem Bereich von 80°C bis 90°C hat.
5. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (1) ein Prozess zum gleichförmigen Mischen der Zellulosemasse und der wässrigen NMMO-Lösung ein Zugeben der Zellulosemasse und der wässrigen NMMO-Lösung in ein kontinuierliches Mischgerät und ein Ausführen einer kontinuierlichen Mischung über 5 min bis 30 min bei einer linearen Rührgeschwindigkeit in einem Bereich von 60 m/min bis 180 m/min umfasst.
6. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (1) die wässrige NMMO-Lösung das Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 28:72 bis 35:65 hat.
7. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (3) die Vorquelllösung bei einer Temperatur in einem Bereich von 65°C bis 95°C für eine Verweilzeit in einem Bereich von 10 min bis 45 min ausreichend gequollen wird, um eine gequollene Lösung im Quellungsgefäß zu erhalten.
8. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (2) die Vorquelllösung das Wasser/NMMO-Massenverhältnis in einem Bereich von 19:81 bis 25:75 hat.
9. Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Schritt (3) die Vorquelllösung bei einer Temperatur in einem Bereich von 75°C bis

85°C für eine Verweilzeit in einem Bereich von 15 min bis 30 min ausreichend gequollen wird, um eine gequollene Lösung im Quellungsgefäß zu erhalten.

10. Gerät in kontinuierlicher Betriebsweise für den Prozess zur Herstellung der Zelluloselösung nach Anspruch 1, umfassend ein kontinuierliches Einspeisungsgerät, einen kontinuierlichen Mischer (3), ein kontinuierliches Druckentlastungs- und Heizgerät (4), ein Quellungsgefäß (5) und ein Dünnschicht-Verdampfungs-/Auflösungsgerät (6), die der Reihe nach durch einen Strang verbunden sind,
wobei das kontinuierliche Einspeisungsgerät eine kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung (1) und eine kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung (2) umfasst und die kontinuierliche Massenbeschickungsvorrichtung (1) und die kontinuierliche wässrige NMMO-Lösung-Beschickungsvorrichtung (2) jeweils mit Einspeisungsabschnitten des kontinuierlichen Mixers (3) verbunden sind.
11. Gerät nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass das kontinuierliche Druckentlastungs- und Heizgerät (4) ausgewählt ist aus einem kontinuierlichen Mischer (3), der mit einer Vakuumheizvorrichtung ausgestattet ist.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

1/1

Fig. 1

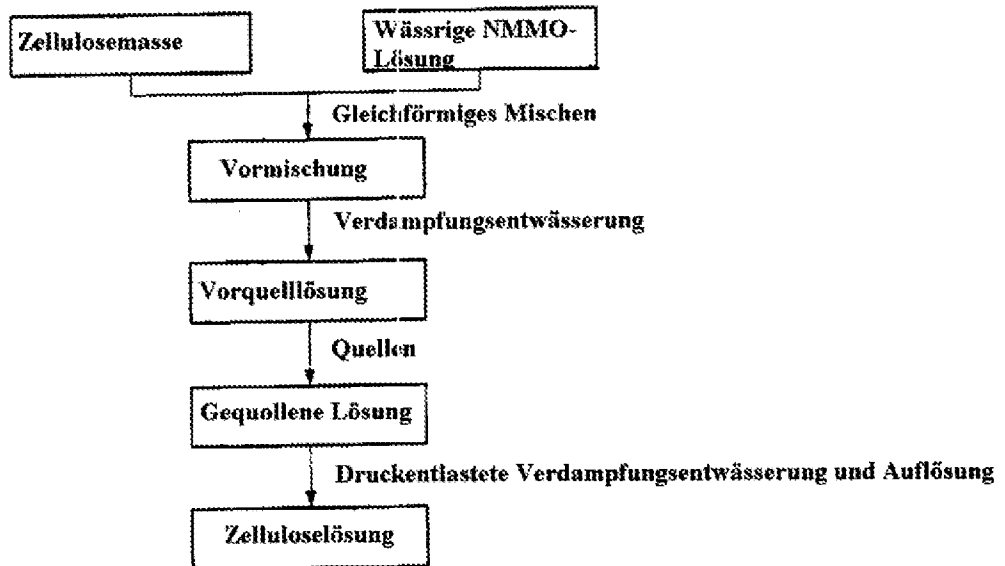


Fig. 2

