

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 224 343 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
01.02.2006 Patentblatt 2006/05

(51) Int Cl.:
D01F 2/00 (2006.01) **C08J 5/18** (2006.01)
C08L 1/02 (2006.01) **C08B 1/00** (2006.01)
C08L 1/02 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **00978960.3**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/DE2000/003408

(22) Anmeldetag: **29.09.2000**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2001/025515 (12.04.2001 Gazette 2001/15)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON CELLULOSE-FORMKÖRPERN**

METHOD FOR PRODUCING CELLULOSE SHAPED-BODIES

PROCEDE DE PRODUCTION DE CORPS FACONNES EN CELLULOSE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

• **KIND, Uwe**
07407 Rudolstadt (DE)

(30) Priorität: **07.10.1999 DE 19948401**

(74) Vertreter: **Brandenburg, Thomas**
Patentanwalt
Bonner Talweg 87
53113 Bonn (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.07.2002 Patentblatt 2002/30

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 047 929 **WO-A-97/23666**

(73) Patentinhaber: **Zimmer AG**
60388 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:
• **BAUER, Ralf-Uwe**
07407 Rudolstadt (DE)

• **ROGOWIN S A: "CHEMIEFASERN" , VEB**
FACHBUCHVERLAG , LEIPZIG, 1960
XP002161407 Seite 168, Zeile 18 -Seite 169, Zeile
15

EP 1 224 343 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Cellulose-Formkörpern, wie Fasern, Filamenten oder Folien, aus TCF- oder ECF-gebleichtem Zellstoff, bei dem man den gebleichten Zellstoff in einem wässrigen tertiären Aminoxid zu einer formbaren Celluloselösung auflöst, die Celluloselösung verformt und durch Koagulation der verformten Lösung den Formkörper bildet. Die Erfindung betrifft ferner die Verwendung eines TCF- oder ECF-gebleichten Zellstoffs zur Herstellung von Cellulose-Formkörpern.

[0002] Die Probleme des Viskoseverfahrens führten zur Entwicklung neuer Verfahren zur Herstellung regenerierter Cellulose-Formkörper, bei denen die Cellulose ohne chemische Modifizierung in Lösung gebracht wird. Die aus diesen Lösungen erhaltenen Fasern und Filamente werden unter der Bezeichnung "Lyocell" zusammengefaßt. Besonders geeignete organische Lösungsmittel sind tertiäre Aminoxide, insbesondere N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO). Ein Verfahren zur Bildung einer Celluloselösung in wässrigem NMMO ist aus DE-A 44 41 468 bekannt. Die Herstellung cellulosischer Formkörper aus diesen Lösungen ist in EP-A 0 574 870 beschrieben.

[0003] In dieser Lösung erfährt die gelöste Cellulose und das Lösungsmittel unter den thermischen Bedingungen einen chemischen Abbau, was zu Verfärbungen der Spinnlösung führt. Trotz intensiven Auswaschens der gebildeten cellulosischen Formkörper verbleiben färbende Stoffe in dem Formkörper, wodurch dessen Weißgrad beeinträchtigt wird. Zur Verringerung des genannten Abbaus wird daher der Spinnlösung ein Stabilisator zugesetzt. Geeignete Stabilisatoren sind aus EP-A 0 047 929 und DD 218 104 bekannt.

[0004] Aus WO 97/23666 ist bekannt, daß der Einsatz von TCF-gebleichtem Zellstoff beim Lyocell-Verfahren zu Formkörpern mit einem höheren Weißgrad führt als der Einsatz eines ECF-gebleichten Zellstoffs. Beide Zellstoffe werden mit ähnlich hohen Ausgangsweißgraden um 90% und hohen Reinheiten, insbesondere bezüglich des Ligningehalts bereitgestellt. Es erschien daher fraglich, ob der TCF-Zellstoff generell bessere Weißgrade der aus diesem Zellstoff hergestellten Cellulose-Formkörper ergibt als ein ECF-Zellstoff.

[0005] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens zur Herstellung von Cellulose-Formkörpern mit verringertem Celluloseabbau ausgehend von TCF- oder ECF-gebleichtem Zellstoff. Die Verringerung des Celluloseabbaus soll im wesentlichen ohne besondere Maßnahmen im Lyocellverfahren erreicht werden. Weitere Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der folgenden Beschreibung.

[0006] Es wurden Zellstoff- und Faserweißgrade verschiedener Zellstoffprovenienzen bestimmt, die entweder ECF- oder TCF-gebleicht waren. Die Bestimmung des Weißgrades an dem Zellstoff wurde nach DIN 53145, Teil 2 durchgeführt. Die Bestimmung des Weißgrades der Faser erfolgte nach der in WO 97/23666, Seite 6, beschriebenen Methode. Der durchschnittliche Polymerisationsgrad der Zellstoffe nach der Cuoxam-methode betrug etwa 550. Die am Zellstoff und an der Faser gemessenen Weißgrade sind in der Tabelle 1 zusammengestellt.

Tabelle 1

Weißgrad / Zellstoffquelle	Herstellungsverfahren	Ausgangsweißgrad lin Zellstoff	Weißgrad der ersponnenen Faser
Cellunier F Fa. Rayonier USA	ECF (ElementarChlor-Frei)	89,9	55,0
Temfilm Beispiel 1 Fa. Tembec Canada	TCF (TotalChlorFrei)	87,5	55,3
ALICELL Fa. Western Pulp USA	ECF	88,2	58,6
MoDo Fa. MoDo Paper	TCF	93,7	58,4
Temfilm Fa. Tembec Canada	TCF	89,2	58,6

[0007] Aus der Tabelle 1 ist ersichtlich, daß bei den ECF- oder TCF-gebleichten Zellstoffen verschiedener Provenienzen der Weißgrad in einem engen Bereich zwischen 87,5 und 93,7 liegt. Die Weißgrade der ersponnenen Fasern liegen ebenfalls eng zwischen 55,0 und 58,6 beieinander. Ein höherer Weißgrad der aus TCF-gebleichtem Zellstoff ersponnenen Faser war nicht erkennbar.

[0008] Unsere Untersuchungen haben nun ergeben, daß der Celluloseabbau im Verlauf des Lyocellverfahrens, d.h. im wesentlichen von der Bildung bis zur Koagulation der Spinnlösung, von dem Carboxylgruppengehalt des zur Bildung der Spinnlösung eingesetzten, gebleichten Zellstoffs abhängt. Dabei hat sich gezeigt, daß der Celluloseabbau der ersponnenen Faser umso geringer ist, je geringer der Carboxylgruppengehalt des zur Lösungsbildung eingesetzten

Zellstoffs ist. Es lassen sich daher nach dem Lyocellverfahren Cellulosefasern mit verringertem Celluloseabbau dadurch herstellen, daß ein TCF- oder ECF-gebleichter Zellstoff mit niedrig gehaltenem Carboxylgruppengehalt zur Bildung der Spinnlösung eingesetzt wird.

[0009] Die oben genannte Aufgabe wird daher bei dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man zur Verringerung des Celluloseabbaus im Verfahren einen TCF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 1 bis 35 $\mu\text{mol/g}$ oder einen ECF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 1 bis 50 $\mu\text{mol/g}$ einsetzt. Es hat sich gezeigt, daß der Celluloseabbau im Zuge der Herstellung und Verarbeitung der Extrusionslösung umso mehr hinten gehalten wird, je geringer der Carboxylgruppengehalt des eingesetzten Zellstoffs ist. Um einen geringen Abbau der Cellulose und des Aminoxids beim Lyocellverfahren zu erreichen, werden bei der Spinnlösungsherstellung TCF- und ECF-gebleichte Zellstoffe eingesetzt, deren Carboxylgruppengehalt in den genannten Bereichen liegt. Zellstoffe mit den genannten Carboxylgruppengehalten können von verschiedenen Zellstoffherstellern hergestellt werden. Durch den verringerten Abbau der Spinnlösungskomponenten entstehen auch weniger färbende Bestandteile, so daß sekundär auch der Weißgrad der gebildeten Formkörper verbessert wird.

[0010] Vorzugsweise setzt man in der Lösestufe einen TCF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 15 bis 30 $\mu\text{mol/g}$ oder einen ECF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 25 bis 35 $\mu\text{mol/g}$ ein. Die Bestimmung des Carboxylgruppengehalts der einzusetzenden Cellulose kann nach Döring erfolgen, vergl. K. Goetze, Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren, 2. Bd. 3. Aufl., 1997, S. 1079.

[0011] Das bei dem bevorzugten Verfahren der Erfindung als Lösungsmittel eingesetzte tertiäre Aminoxid ist N-Methylmorpholin-N-oxid-Monohydrat (NMMO-MH).

[0012] In weiterer Ausgestaltung der Erfindung kann man eine Celluloselösung mit einem Gehalt an Alkalien oder organischen Verbindungen bilden, wobei die letzteren wenigstens vier Kohlenstoffatome, wenigstens zwei konjugierte Doppelbindungen und wenigstens zwei Substituenten -X-H enthalten, wobei X die Bedeutung von O oder NR hat und R Wasserstoff oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen sein kann. Durch diese Lösungszusätze kann der erfindungsgemäß erreichte geringe Abbau noch weiter reduziert werden. Die Menge der organischen Verbindung kann in dem Bereich 0,01 bis 0,5 Masse-%, bezogen auf die Lösungsmittelmenge liegen. Geeignete organische Verbindungen sind aus EP-A-0 047 929 bekannt. Eine häufig eingesetzte Verbindung ist Isopropylgallat.

[0013] Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird der Celluloseabbau auf einen Anteil in dem Bereich von 3 bis 20 Masse-%, bezogen auf den eingesetzten Zellstoff, beschränkt. Vorzugsweise liegt der abgebaute Celluloseanteil in dem Bereich von 8 bis 15 Masse-%.

[0014] Die Erfindung betrifft ferner die Verwendung eines TCF-gebleichten Zellstoffs oder eines ECF-gebleichten Zellstoffs mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 1 bis 35 $\mu\text{mol/g}$ bzw. 1 bis 50 $\mu\text{mol/g}$ zur Bildung einer Celluloselösung in einem tertiären Aminoxid enthaltenden Lösungsmittel für die Herstellung von Formkörpern nach dem Lyocellverfahren. Durch den Einsatz dieser Zellstoffe wird nicht nur der Abbau im Zuge des Lyocellverfahrens verringert, sondern auch der Weißgrad der gebildeten Formkörper erhöht.

[0015] Die Erfindung wird nun durch die folgenden Beispiele näher erläutert.

Beispiele 1 bis 6

[0016] Langfaser-Sulfitzellstoff wurde durch alkalische, peroxidverstärkte Sauerstoffextraktion, dann mit Ozon und mit Peroxid in bekannter Weise gebleicht. Die Bleichmethoden sind beispielsweise in R.P. Singh, The Bleaching of Pulp, TAPPI Press, Atlanta, USA beschrieben. Dabei wurden drei verschiedene Carboxylgruppengehalte eingestellt (Beispiele 1 bis 3). Drei weitere Proben des Zellstoffs wurden mit Hypochlorit gebleicht. An den Zellstoffen wurde der Polymerisationsgrad und der Ausgangsweißgrad nach den oben angegebenen Methoden bestimmt, desgl. der Carboxyl- und Carbonylgruppengehalt des Zellstoffs. Aus den gebleichten Zellstoffen wurden Spinnlösungen mit 13% Cellulose, 10,5% Wasser und 76,5% NMMO in bekannter Weise hergestellt. Die Lösungen wurden nach dem Trocken-Naßverfahren bei 95°C mit einer Düse von 65 μm Lochdurchmesser versponnen. An den erhaltenen Fasern wurde der Polymerisationsgrad und der Weißgrad bestimmt. Die Bestimmung des Polymerisationsgrades erfolgte nach der Cuoxam-Methode, die des Faser-Weißgrades nach der oben angegebenen Methode. Die ermittelten Zahlenwerte sind in der Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2

Beispiel	1	2	3	4	5	6
Bleichung	TCF	TCF	TCF	ECF	ECF	ECF
Carboxylgruppengehalt $\mu\text{mol/g}$	20,2	24,9	34,8	31,1	35,5	41,2
Carbonylgruppengehalt *) $\mu\text{mol/g}$	52,1	48,2	35,6	26,1	24,5	82,2

EP 1 224 343 B1

Tabelle fortgesetzt

Beispiel	1	2	3	4	5	6
Bleichung	TCF	TCF	TCF	ECF	ECF	ECF
DP Zellstoff	540	5.17	560	555	566	550
DP Faser	519	505	470	485	465	440
DP Abbau %	3.9	7,7	18,1	12,6	16,8	20,0
Ausgangsweißgrad Zellstoff	93,2	93,5	93,7	93,4	93,1	93,0
Weißgrad Faser	68,9	65,4	58,4	62,8	58,5	58,7
*)Bestimmung siehe K. Götze, aa0.						

[0017] Aus der Tabelle 2 ist ersichtlich, daß mit zunehmendem Carboxylgruppengehalt des TCF-gebleichten Zellstoffs und des ECF-gebleichten Zellstoffs ein erheblicher Abfall des Polymerisationsgrades und des Weißgrades der Faser-cellulose zu beobachten ist. Für einen gegebenen gebleichten Zellstoff eröffnet die Einstellung seines Carboxylgruppengehalts damit die Möglichkeit, über den Polymerisationsgrad die textilphysikalischen Eigenschaften der ersponnenen Faser zu verbessern. Durch die reduzierte Farbkörperbildung im Zuge des Verfahrens tritt eine langsamere Verfärbung des Spinnbades ein, wodurch sich Kostenvorteile bei der Lösungsmittelregenerierung ergeben.

Beispiele 7 bis 10

[0018] An vier gebleichten Dissolving-Zellstoffen wurde der Polymerisationsgrad, der Carboxalgruppengehalt sowie der Carbonylgruppengehalt und der Ausgangsweißgrad bestimmt. Aus den Zellstoffen wurden vier Spinnlösungen mit 13% Cellulose, 10,5% Wasser und 76,5% NMMO hergestellt. An den Spinnmassen wurde die Nullscherviskosität bei 85°C gemessen (Haake RS 75, Baujahr 1998). Die Spinnlösungen wurden bei 95°C mit einer Düse von 65 µm Lochdurchmesser nach dem üblichen Trocken-Naßverfahren versponnen. An der Spinnlösung wurde der Polymerisationsgrad der Cellulose bestimmt, ferner an den Fasern der Weißgrad. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 3 zusammengefaßt.

Tabelle 3

Beispiel	7	8	9	10
Provenienz/ Parameter	Tembec Temfilm	MoDo Paper	Tembec TemSpr	Rayonler Cellunier
Bleichung	TCF	TCF	ECF	ECF
Nullscherviskosität $\eta_{0\text{bel } 85, \text{X}} [\text{Pas}]$	6967	4855	4730	4720
DP Zellstoff	538	510	520	510
DP Spinnlösung	490	455	452	450
DP Abbau [%]	9,9	10,8	13,1	11,7
Carboxylgruppegehalt [$\mu\text{mol/g}$]	20,9	24,4	36,8	28,8
Carbonylgruppegehalt [$\mu\text{mol/g}$]	51,3	48,2	24,6	24,3
Ausgangsweißgrad	90,5	92,1	91,1	92,1
Faserweißgrad	62,3	61,2	55,3	58,0
Provenienz/ Parameter	Tembec Temfilm	MoDo Paper	Tembec TemSpr	Rayonter Cellunier
Bleichung	TCF	TCF	ECF	ECF
Nullscherviskosität $\eta_{0\text{bel } 85, \text{X}} [\text{Pas}]$	6967	4855	4730	4720
DP Zellstoff	538	510	520	510
DP Spinnlösung	490	455	452	450
DP Abbau [%]	9,9	10,8	13,1	11,7
Carboxylgruppegehalt [$\mu\text{mol/g}$]	20,9	24,4	36,8	28,8

Tabelle fortgesetzt

Provenienz/ Parameter	Tembec Temfilm	MoDo Paper	Tembec TemSpr	Rayonter Cellunier
Bleichung	TCF	TCF	ECF	ECF
Carboxylgruppengehalt [$\mu\text{mol/g}$]	51,3	48,2	24,6	24,3
Ausgangsweißgrad	90,5	92,1	91,1	92,1
Faserweißgrad	62,3	61,2	55,3	58,0

[0019] Auch aus den Zahlenwerten der Tabelle 3 ist ersichtlich, daß mit zunehmendem Carboxylgruppengehalt des eingestellten Zellstoffs der Celluloseabbau zunimmt und der Faserweißgrad sich gegenüber dem Ausgangsweißgrad verschlechtert.

Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung von Cellulose-Formkörpern, wie Fasern, Filamenten oder Folien, aus TCF- oder ECF-gebleichtem Zellstoff, bei dem man den Zellstoff in einem wässrigen tertiären Aminoxid zu einer formbaren Celluloselösung auflöst, die Celluloselösung verformt und durch Koagulation der verformten Lösung den Formkörper bildet, **dadurch gekennzeichnet, daß** man zur Verringerung des Celluloseabbaus im Verfahren einen TCF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 1 bis 35 $\mu\text{mol/g}$ oder einen ECF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 1 bis 50 $\mu\text{mol/g}$ einsetzt.
- Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** man in der Lösestufe einen TCF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 15 bis 30 $\mu\text{mol/g}$ einsetzt.
- Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** man in der Lösestufe einen ECF-gebleichten Zellstoff mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 25 bis 35 $\mu\text{mol/g}$ einsetzt.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** man als tertiäres Aminoxid N-Methylmorpholin-N-oxid einsetzt.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** man eine Celluloselösung mit einem Gehalt an Alkalien oder organischen Verbindungen bildet, wobei die letzteren wenigstens 4 Kohlenstoffatome, wenigstens zwei konjugierte Doppelbindungen und wenigstens zwei Substituenten -X-H enthalten, wobei X die Bedeutung von 0 oder NR hat und R Wasserstoff oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** man den Celluloseabbau auf einen Anteil in dem Bereich von 3 bis 20%, bezogen auf eingesetzten Zellstoff, beschränkt.
- Verwendung eines TCF-gebleichten Zellstoffs mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 1 bis 35 $\mu\text{mol/g}$ zur Bildung einer Celluloselösung in einem tertiäres Aminoxid enthaltenden Lösungsmittel für die Herstellung von Formkörpern nach dem Lyocellverfahren.
- Verwendung eines ECF-gebleichten Zellstoffs mit einem Carboxylgruppengehalt in dem Bereich von 1 bis 50 $\mu\text{mol/g}$ zur Bildung einer Celluloselösung in einem tertiäres Aminoxid enthaltenden Lösungsmittel für die Herstellung von Formkörpern nach dem Lyocellverfahren.

Claims

- Method for the production of cellulose-mouldings such as fibers, filaments or films from TCF-bleached or ECF-bleached cellulose, in which the bleached cellulose is dissolved in an aqueous tertiary aminoxide to form a mouldable cellulose solution, the cellulose solution is deformed, and the moulding comes into being by coagulation of the deformed solution, **characterized in that**, to reduce the cellulose decomposition in the process, TCF-bleached cellulose comprising carboxyl group content in the range from 1 to 35 $\mu\text{mol/g}$ or an ECF-bleached cellulose with carboxyl group content in the range from 1 to 50 $\mu\text{mol/g}$ is used.

2. Process according to claim 1, **characterized by** the use of TCF-bleached cellulose comprising a carboxyl group content in the range from 15 to 30 $\mu\text{mol} / \text{g}$.
3. Process according to claim 1, **characterized by** the use of an ECF-bleached cellulose comprising a carboxyl group content in the range from 25 to 35 $\mu\text{mol} / \text{g}$.
4. Process according to any of claims one to three **characterized by** the use of N-methylmorpholin-N-oxide as tertiary aminoxide.
5. Process according to any of claims 1 to 4, **characterized by** forming a cellulose solution with a content of alkaline or organic compounds, wherein the latter contain at least four carbon atoms, at least two conjugated double bonds, and at least two substituents -X-H, wherein X designates O or NR, and R designates hydrogen or an alkyl group with 1 to 4 carbon atoms.
6. Process according to any of claims 1 to 5, **characterized in that** the decomposition of the cellulose is restricted to a fraction in the range from 3 to 20 % by weight, related to the cellulose pulp used.
7. Use of a TCF-bleached cellulose having a carboxyl group content in the range from 1 to 35 $\mu\text{mol} / \text{g}$ for forming a cellulose solution in solvent containing a tertiary aminoxide for the manufacture of mouldings according to the Lyocell-process.
8. Use of a ECF-bleached cellulose having a carboxyl group content in the range of 1 to 50 $\mu\text{mol} / \text{g}$ for forming a cellulose solution in a solvent containing a tertiary aminoxide for the manufacture of mouldings according to the Lyocell-process.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication de matériaux moulés en cellulose, comme par exemple la confection de fibres, de filaments ou de feuilles, en cellulose blanchie TCF (totalement sans chlore) ou ECF (sans chlore élémentaire), par lequel la cellulose blanchie sera dissoute dans un amine-oxyde tertiaire aqueux, formant une solution cellulosique apte au moulage et par la coagulation de cette solution formée, sera transformée en un matériau moulé, **caractérisé par le fait que** pour réduire la dégradation de la cellulose dans ce procédé, une cellulose blanchie TCF avec un contenu de groupe carboxyle dans la gamme de 1 à 35 $\mu\text{mol} / \text{g}$ ou une cellulose blanchie ECF avec un contenu de groupe carboxyle dans la gamme de 1 à 50 $\mu\text{mol/g}$ sera utilisée.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé par** l'utilisation d'une cellulose blanchie TCF avec un contenu de groupe carboxyle dans la gamme de 15 à 30 $\mu\text{mol} / \text{g}$ dans la phase de dissolution.
3. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé par** l'utilisation d'une cellulose blanchie ECF avec un contenu de groupe carboxyle dans la gamme de 25 à 35 $\mu\text{mol} / \text{g}$ dans la phase de dissolution.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, **caractérisé par le fait que** N-oxyde de N-méthylmorpholine est utilisé à la place de l'amine-oxyde tertiaire.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisé par** la formation d'une solution cellulosique avec un contenu d'alcalis ou de composés organiques, ces derniers ayant au moins 4 atomes de carbone, au moins deux liaisons doubles conjuguées et au moins deux substituants -X-H, dont X désigne O ou NR, et R désigne l'hydrogène ou un groupe alkyle, ayant 1 à 4 atomes de carbone.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé par le fait que** la dégradation de la cellulose est limitée à une fraction dans la gamme de 3 à 20%, par rapport à la cellulose utilisée.
7. Utilisation d'une cellulose blanchie TCF, ayant un contenu de groupe carboxyle dans la gamme de 1 à 35 $\mu\text{mol} / \text{g}$, afin d'obtenir une solution cellulosique dans un solvant contenant un amine-oxyde tertiaire pour la confection de matériaux moulés selon le procédé de Lyocell.
8. Utilisation d'une cellulose blanchie ECF, ayant un contenu de groupe carboxyle dans la gamme de 1 à 50 $\mu\text{mol} / \text{g}$

EP 1 224 343 B1

g, afin d'obtenir une solution cellulosique dans un solvant contenant un amine-oxyde tertiaire pour la confection de matériaux moulés selon le procédé de Lyocell.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55