

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 972764 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 972764

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -  
International patent classification  
**C08B 1/00**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 09.01.1996

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 26.06.1997

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 10.09.1997

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 13.06.2019

(86) Kansainvälinen hakemus - 09.01.1996 PCT/GB1996/000029  
Internationell ansökan - International  
application

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

10.01.1995 GB 9500388

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **Tencel Limited**, 1 Holme Lane, Spondon, Derby DE21 7BP, ISO-BRITANNIA, (GB)  
2 • **Buss AG**, Hohenrainstrasse 10 4133 Pratteln, Switzerland, SVEITSI, (CH)  
3 • **Akzo Nobel Faser AG**, Kasinostrasse 19-21 42103 Wuppertal, Germany, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Quigley, Michael Colin**, Meriden CV5 9QH, ISO-BRITANNIA, (GB)  
2 • **Armistead, Roger James Rees**, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)  
3 • **Naef, Rainer**, Switzerland, SVEITSI, (CH)  
4 • **Ronchetti, Andrew**, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)  
5 • **Nussberger, Werner**, Switzerland, SVEITSI, (CH)  
6 • **Ronchetti, Katharine Anne**, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

**Papula Oy**, Mechelininkatu 1 a, 00180 Helsinki

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

**Menetelmä liuosten muodostamiseksi**

**Förfarande för bildande av lösningar**

## FORMAATIOOLIUKSIA

Keksintö koskee liuosten muodostusmenetelmiä ja se viittaa varsinkin selluloosan formaatiooliuoksiin vesipitoisessa tertiaarisessa amiinioksidissa, erityisesti vesipitoisessa N-metyylimorfoliini-N-oksidi-  
5 (NMMO).

On tunnettua, että selluloosa voidaan liuottaa NMMO:n vesiliuoksiin. On myös tunnettua, että tällaisia liuoksia voidaan valmistaa tarkoituksen mukaisesti altistamalla selluloosan, NMMO:n ja veden (joka ei ole selluloosan liuotin) seos (johon tämän jälkeen viitataan esiseoksena) lämpö- ja alipaineolosuhteisiin esiseoksen muuntamiseksi siten selluloosan liuokseksi vesipitoisessa NMMO:ssa poistamalla ylimääräinen vesi.  
10 Tällaista prosessia on kuvattu yleisesti Franksin ja Vargan patentissa U.S. 4,196,282.

Esiseoksen lämmitysprosessi alipaineolosuhteissa voidaan suorittaa panoksittain tai jatkuvatoimisessa prosessissa. Sekä panos- että jatkuvatoimista prosessia kuvataan McCorsleyn patentissa U.S.  
20 4,246,211. Jatkuvatoimisessa prosessissa, kuten on kuvattu McCorsleyn patentissa U.S. 4,246,211 ja myös patentissa EP-B-356,419 ja edelleen kansainvälisessä patenttihakemuksessa WO94/06530, prosessi käsittää esiseoksen lämmittämisen tuomalla se kosketukseen lämmitetyn pinnan kanssa samalla kun esiseos altistetaan alipaineeseen ja sitä samanaikaisesti sekoitetaan.  
25

Kaikki nämä prosessit tuottavat selluloosan liuoksia vesipitoisessa NMMO:ssa.

30 Tarkastelen kuitenkin prosessia, jossa esiseos lämmitetään alipaineessa ohutkalvohaihduttimessa, kuten Filmtruder-(rekisteröity kauppanimi) ohutkalvohaihdutin, valmistaja Buss AG, Pratteln, Sveitsi, siihen on olennaisena varustettu ulkoisesti lämmitetyn sylinterin sisälle pyörivä roottori, joka sekoittaa  
35 esiseoksen ja sitten liuoksen sitä muodostuessa sen kulun aikana filmtruderin läpi. Selluloosaliuoksen

muodostusprosessia kuvataan kaaviomaisesti julkaisussa EP-B-356,419, mutta siinä ei ole mitään ilmoitusta olosuhteista prosessin käyttämiseksi suurilla tuotantonopeuksilla, joita vaaditaan kaupalliseen toimintaan. Patenttijulkaisussa EP-B-356,419 olevan kuvauksen ja patenttivaatimusten mukaan on ratkaisevan tärkeää jatkuvalle prosessin ohjaukselle, että vesihöyryä imetään ulos vastavirtaan tuotteen siirtoon nähden.

Julkaisussa WO94/06530 kuvatussa prosessissa, jossa kuvataan miten käyttää liuoksen muodostusprosessia suuressa ja käytännön mittakaavassa, filmtruuderia on myös kuvattu käytettynä vastavirtamuodossa. Kun tätä prosessia käytetään suuren mittakaavan filmtruuderissa yhä kasvavalla kapasiteetilla sen tuottavuuden lisäämiseksi, on nyt havaittu, että selluloosaliuokista valmistettu suuremmalla nopeudella tehdystä lyocell-kuidusta tuli väriltään virheellistä.

Nyt on kehitetty menetelmä ja laitteisto, jotka ratkaisevat nämä ongelmat ja tämä keksintö vaatii prosessin ja laitteiston käyttöä, joka on suora vastakohta julkaisun EP-B-356,419 oppeihin nähden.

Keksinnön avulla tuotetaan menetelmä selluloosan, tertiaarisen amiinioksidin ja ylimääräisen ei-liuottimen, kuten vesi, seoksen muuntamiseksi selluloosan liuokseksi tertiaarisessa amiinioksidissa, joka sisältää alennetun määrän ei-liuotinta, jossa parannus sisältyy vaiheiden: lämmitetään seos ei-liuottimen kiehumispisteen ylittävään lämpötilaan ennalta määrättyssä ilmakehän alittavassa paineessa; syötetään jatkuvasti siten lämmitettyä seosta sekoituskammion syöttövyöhykkeeseen ennalta määrättyssä ilmakehän alittavassa paineessa osan ylimääräisestä ei-liuottimesta saamiseksi siten paisuntahöyrystymään, jolloin ainakin osa selluloosasta menee tertiaarisessa amiinioksidissa olevaan liuokseen heti sekoituskammion syöttövyöhykkeen rajalla; varustetaan sekoituskammioon roottori, joka sekoittaa siten muodostunutta liuosta ja jäljellä

olevaa selluloosan, tertiaarisen amiinioksidin ja ylimääräisen ei-liuottimen seosta; siirretään liuos ja jäljellä oleva seos sekoituskammion läpi samalla jatkaen ylimääräisen ei-liuottimen haihduttamista muodostaen lisää liuosta; ja poistetaan liuosta jatkuvasti sekoituskammioista, höyrystynyt ei-liuotin poistettaessa yhdensuuntaisen virtauksen muodossa sekoituskammion samasta päästä kuin liuos, yhdistelmään.

Sekoituskammio on edullisesti pystysuoran sylinterimäisen osan muodossa, johon on sijoitettu useilla sivusuuntaan ulottuvilla lavoilla varustettu keskusroottori, joiden lapojen kärkiosat päättyvät kosketukseen sylinterin sisäseinän kanssa tai sen viereen, roottorin alapään jatkuessa sekoituskammion tyhjennysvyöhykkeeseen, jossa on liuoksen poistoaukko ja yksi tai useampia poistoaukkoja höyrystyneelle ei-liuotimelle.

Liuos voidaan siirtää pakotetusti liuoksen poistoaukkoon. Tyhjennysvyöhyke voi olla katkaistun kartion muotoinen osa, liuoksen poistoaukon ollessa katkaistun kartion muotoisen osan alakärjessä ja höyrystyneen ei-liuottimen poistoaukon ollessa sivulla oleva aukko katkaistun kartion muotoisen osan yläpäässä. Sylinterin muotoisessa osassa on edullisesti sylinterimäinen alempi vaippa, joka ulottuu tyhjennysvyöhykkeeseen tyhjennysvyöhykkeen rengastilan ympäröidessä vaipan, höyrystyneen ei-liuottimen poistoaukkojen eli porttien ollessa järjestetty sivusuuntaan rengastilasta.

Sekoituskammion seinän lämpötila on edullisesti säädettävä.

Seinän lämpötilaa voidaan säätää siten, että lämpöä poistuu aina sekoituskammion seinästä, jolloin lämpöä ei viedä seokseen ja sen lämpöstabiilius säilytetään. Energiaa voidaan tuoda seokseen ja liuokseen sen muodostuessa roottorin pyörimisen avulla. Vaihtoehtoisissa prosessissa lämpöä voidaan tuoda sisään se-

koituskammion seinän läpi roottorin pyörimisen avulla tuotetun energian täydennykseksi.

Sekoituskammio on edullisesti pystysuoraan suunnattu kammio, joka sisältää roottorin, jossa on useita sivusuuntaan ulottuvia sekoitus- ja siirtolapoja.

Seos voidaan esiturvottaa ennen lämmittämistä.

Seosta voidaan syöttää 5° tai 10° tai 15° tai 20° tai 25° tai 30° tai 35° tai 40° tai 45° tai 50° tai 60° tai 70° tai 80°C ei-liuottimen, kuten veden, kiehumispisteen yläpuolella sekoituskammioon saatavassa alipaineessa. Seos voi olla lämpötila-alueella 85-160°C tai 90-150°C. Sekoituskammio voi olla ohutkalvohaihdutin. Ohutkalvohaihduttimen edullinen tavaramerkki on Filmtruder (rekisteröity kauppanimi), valmistaja Buss AG, Sveitsi.

Seoksen vesipitoisuus voi olla alueella 10-40 p%, selluloosapitoisuus voi olla alueella 3-20 p% loppuosan ollessa tertiaarista amiinioksidia, komponenttien suhteiden ollessa valittu siten, että ylimääräisen veden poisto johtaa vesipitoisessa tertiaarissa amiinioksidissa olevan selluloosaliuoksen muodostumiseen.

Lämmityslaitte voidaan varustaa sekoituskammion seinään sisällön lämmittämiseksi seosta muunnettaessa liuokseksi.

Keksintö varustaa myös laitteiston keksinnön prosessin suorittamiseksi, laitteistoon ollessa varustettu: pystysuoraan suunnattu sylinterin muotoinen osa, jossa on sen yläpään sisääntuloaukko syötettävää materiaalia varten ja alapään poistoaukko liuosta varten; sylinterin sisällä pyörivä roottori sekoitusta ja materiaalin siirtoa varten alaspäin sylinterin läpi; ainakin yksi haihtuvan höyrystyneen materiaalin poistoaukko, joka on liitettävissä vakuumilinjaan; ja tyhjennysvyöhyke alapäässä liuoksen poistamista varten,

laitteistossa parannus sisältää roottorin alapään kanssa yhtenäisen pakkosiirtolaitteen varustamisen liuoksen pakottamiseksi paineen alaisena liuoksen poistoaukon läpi.

5               Esimerkkinä keksinnön suoritusmuotoja kuvataan nyt viittaamalla liitteenä oleviin piirroksiin, joissa

kuva 1 esittää diagrammia, joka osoittaa selluloosan liukoisuuden amiinioksidin ja veden seokseen,

10               kuva 2 esittää laitteiston erään suoritusmuodon kaaviomaista poikkileikkausta keksinnön prosessin suorittamiseksi ja

kuva 3 esittää viskositeetin kaavamaista kuvaajaa seoksen etenemisen funktiona.

15               Viitaten kuvaan 1 tämä kuvaaja, joka on kolmen komponentin faasidiagrammi ja joka on peräisin Franksin ja Vargan patentista U.S. 4,196,282, osoittaa, että selluloosa muodostaa liuoksen amiinioksidissa, tässä tapauksessa N-metyylimorfoliini-N-oksidissa, ainoastaan rajoitetulla alueella. Tyypillisesti selluloosa on liukoinen alueella A, jonka määrittävät yhdistetyt pisteet 1, 2 ja pisteet 3, 4, jossa piste 1 edustaa n. 32 % selluloosaa, piste 2 edustaa n. 15 % vettä, piste 3 edustaa n. 35 % selluloosaa ja piste 4  
20 edustaa n. 20 % vettä.

Alueella B selluloosa on veden ja amiinioksidin keskinäisessä seoksessa olevien selluloosakuitujen muodossa. Vesi ja amiinioksidi ovat keskenään sekoituvia kummankin komponentin koko alueella 0-100 %.

30 Alueella C selluloosan liuos sisältää NMMO-kiteitä.

Kuten Fransin ja Vargan patentissa U.S. 4,196,282 ja McCorsleyn patentissa U.S. 4,246,221 on kuvattu, alueella A oleva liuos on tehty muodostamalla seos, jossa on samat kolme komponenttia kuin pisteessä  
35 5 alueella B todetut, ja lämmittämällä seosta alipaineessa siten haihduttaen ylimääräistä vettä liuoksen

tuottamiseksi, jossa on alueella A olevan pisteen 6 koostumus.

Kuva 2 esittää laitteiston edullista suoritusmuotoa keksinnön prosessin suorittamista varten ylimääräisen veden poistamiseksi selluloosan, veden ja NMMO:n seoksesta selluloosan liuoksen tuottamiseksi vesipitoisessa NMMO:ssa. Stabiloitu esiseos, joka sisältää 13,5 % selluloosaa ja 86,5 % NMMO/vettä, jossa NMMO on mukana pitoisuudella 78 % NMMO/vesiseoksessa, johdetaan linjan 7 kautta sopivaan lämmityslaitteeseen 8. Mitä tahansa sopivaa stabilointiainetta, kuten propyyliigallaattia, voidaan käyttää. Laitteen sisään on varustettu joukko lämmitysputkia 9, 10, 11, jotka lämmittävät seoksen 120°C:een.

Seos voidaan valmistaa kaikilla sopivilla laitteilla, kuten julkaistussa kansainvälisessä hakemuksessamme WO94/28217 kuvatussa, ja pumpata yksinkertaisesti linjan 7 kautta varastosäiliöstä, kuten on kuvattu julkaistussa kansainvälisessä hakemuksessamme WO94/28214. Seos edullisesti esiturvotetaan, s.o. seoksessa olevan selluloosan annetaan absorpoida NMMO:ia ja vettä sen saamiseksi turpoamaan. Lämmitetty seos johdetaan sitten putken 12 kautta pumppuun 13. Putki 12 voidaan varustaa varapoistokanavalla 14, johon on yhdistetty murtolevy 15, erityisesti sen kaltainen levy, jota on kuvattu patentissa U.S. 5,337,776. Pumppun 13 painepuolella kuuma seos pumpataan filmtruuderin (RTM) ohutkalvohaihduttimeen, jota kuvataan yleisesti viitteellä 16. Murtolevyllä 18 varustettu varapoistokanava 17 voidaan jälleen varustaa filmtruuderin ja pumppun 13 väliin. Sisäänmeno ohutkalvohaihduttimen kammioon tapahtuu kuristuksen 19 kautta. Tarvittaessa seosta varten saattaa olla kaksi, kolme tai useampia sisäänmenokohtia levitetettynä kammion ulkokehän ympärille.

Filmtruuderin pidetään ilmakehän alittavassa paineessa - tyypillisesti 30-100 mbaarin paineessa -

liittämällä se lauhduttimeen ja vakuumpumppuun poistoaukon 20 kautta. Ohutkalvohaihduttimen 16 sisään on varustettu yleisesti viitteellä 21 kuvattu roottori, jossa on ryhmä jakolapoja ja kallistettuja eli siirtolapoja 22 sen pinnan ympärillä. Roottori 21 pyörii nuolen 23 suuntaan siten, että kallistetut lavat, jotka on sijoitettu hieman erilleen sylinterin sisäseinästä, ottavat vastaan kuristuksen 19 kautta syötettävän materiaalin ja siirtävät sitä alaspäin filmtruuderin matkan. Seoksen tullessa alipaineiseen filmtruuderin 10 riin osa seoksessa olevasta vedestä paisuntahöyrystyy erilleen höyrynä. Seoksessa olevan veden kiehumispiste on n. 80°C pidettäessä seos 50 mbaarin paineessa. Si-  
 15 ten seos tulee filmtruuderin 40° seoksen sisäisen veden kiehumispisteen yläpuolella olevassa lämpötilassa. Näin ollen osa ylimääräisestä vedestä haihtuu välittömästi eroon höyrynä ja osa seoksessa olevasta selluloosasta menee välittömästi liuokseen. Näin muodostetaan liukenemattomasta selluloosasta uutta liuosta  
 20 jäljellä olevaan seokseen, joka yhä sisältää ylimääräistä vettä.

Roottorin lavat 22 tarttuvat uuteen liuokseen, s.o. liuokseen/seokseen, ja siirtävät sitä alaspäin ohutkalvohaihduttimen 16 läpi. Jäähdytysvaiippoja, kuten 24, 25, 26 ja 27, on varustettu ohutkalvohaihduttimelle viskositeetin nostamiseksi mahdollistaen energian sijoittamisen seokseen. Roottoria pyörittää sähkömoottori 36 ja energiaa on tuotava järjestelmään roottorin 21 pyörittämiseksi niin paljon, että tätä  
 30 energiaa käytetään veden haihduttamiseen seoksesta/liuoksesta. Kaikki ylimääräinen energia näkyy lämpönä, joka poistetaan jäähdytysvaiippojen 24, 25, 26 ja 27 kautta. Jakamalla jäähdytysvaipat vyöhykkeisiin seoksen/liuoksen lämpötila voidaan säätää pystysuunnassa  
 35 pitkin filmtruuderia siten, että filmtruuderin vyöhykkeillä voidaan saavuttaa optimiolosuhteet, ylävyöhyke pidetään lämpötila-alueella 75-100°C, esim. 80°C, ala-

vyöhyke lämpötila-alueella 90-110°C, esim. 95°C:ssa, ja välivyöhykkeet välillä olevissa lämpötiloissa. Filmtruuderin alaosassa sylinterimäinen seinä jatkuu alaspäin vaipan 28 muodossa vakuunikammioon 29, josta  
 5 filmtruuderin höyrystynyt sisältö poistetaan poistoaukon 20 kautta. Roottorin 21 alapää on varustettu säteittäin ulottuvien sormien, jotka koskettavat vaipan 28 alareunan sisäpintaa, muodossa olevalla tukilaakerilla 30. Tukilaakeri voi koskettaa kammion sisäpintaa  
 10 ylempänä seinässä tai alempana kartiossa. Vaipan 28 alapuolella jatkuu alaspäin roottorin osa 31, joka kannattaa lapoja 32, jotka myötäilevät suunnilleen kammion 29 katkaistun kartion muotoista alaosaa 33. Osa 31, joka kannattaa lapoja 32, on kiinnitetty ruuveilla roottorin 21 alaosaan. Osa 31 on varustettu  
 15 kierteisellä osalla 34, joka jatkuu kammion 29 sylinterin muotoiseen poistoaukon osaan 35.

Selluloosan, NMMO:n ja ylimääräisen veden filmtruuderin poistoaukkoon 19 tuleva seos on haihduttanut itsestään riittävästi ylimääräistä vettä siihen  
 20 mennessä, kun se saavuttaa filmtruuderin alaosan, jolloin selluloosa menee vesipitoiseen NMMO-liuokseen. Ylimääräinen vesi muunnetaan vesihöyryksi ja viedään yhdensuuntaisen virtauksen muodossa filmtruuderin läpi  
 25 poistettavaksi alaosassa poistoaukon 20 kautta. Liuos poistetaan myös alaosassa alakammion 29 sylinterin muotoisen osan 35 kautta.

Viitaten kuvaan 3 tämä esittää seoksen ja liuoksen viskositeetin kuvitteellista kuvaajaa niitä  
 30 työstettäessä keksinnön menetelmällä. Koska liuos on ei-newtoninen, todelliset arvot vaativat leikkausnopeuden ilmoittamisen, mutta jos leikkausnopeus on vakio kuvitteellinen kuvaaja voidaan piirtää. Seoksen nimellisviskositeetti pisteessä 37 kuvaa putkessa 7  
 35 olevan materiaalin viskositeettia. Tämä viskositeetti on itse asiassa vesipitoisen amiinioksidin viskositeetti. Materiaalia lämmitettäessä lämmityslaitteistossa 8

viskositeetti laskee siten, että pisteessä 38 viskositeetti on alimmillaan juuri kohdalla, jolloin kuuma esiseos tulee sisään filmtruuderiin. Viskositeetti kasvaa välittömästi pisteeseen 39 höyryn paisuntahöyrystymisen ja esiliuoksen muodostumisen seurauksena. Tämän jälkeen viskositeetti vähitellen kasvaa ja alenee sitten pisteeseen 40 selluloosan mennessä liuokseen. Liuos tulee ulos filmtruuderin alaosasta sylinterin muotoisen poistoaukon osan 35 kautta.

10 Koska filmtruuderiin tuleva seos on esilämmitetty lämpötilaan  $120^{\circ}\text{C}$ , seos altistuu osan ylimääräisestä vedestä välittömään höyrystymiseen sen tullessa filmtruuderiin. Tähän viitataan paisuntahöyrystymisenä. Jonkin verran energiaa sijoitetaan sitten uuteen  
15 liuokseen heti sen muodostuttua lapojen 22, jotka pyörittävät roottorin 21 mukana sopivan moottorin 36 avulla, toiminnan kautta. Havaitaan, että lavat 22 jakavat seoksen ja liuoksen sitä muodostettaessa ohuen kalvon muodossa alaspäin filmtruuderin sisäseinää tavanomaisella tavalla. Lapojen tähän kalvoon kohdistama sekointus ja energia tapahtuu juuri selluloosan, joka sisältää liuosta tai uutta liuosta, ja filmtruuderin keskivyöhykkeen, johon vaikuttaa alhainen paine ulostuloon  
20 20 liitetyn vakuumpumpun ja lauhduttimen kautta, välisessä rajakohdassa. Tämä tarkoittaa, että energiaa voidaan sijoittaa tähän seokseen liuoksen muodostamiseksi juuri ennen kohtaa, jossa ylimääräinen vesi voidaan höyrystää.

Siten on mahdollista säätää liuoksen lämpötilaa sitä muodostettaessa jäähdyttämällä sylinterin seiniä vaippojen 24, 25, 26 ja 27 avulla.

Alueilla, joilla sähkö on halpaa, esim. alueilla, joilla vesivoimasähköä on helposti saatavilla, voi olla suotavaa sijoittaa kaikki energia järjestelmään sähkömoottorin 36 kautta tai hydraulimoottorista  
35 36, joka puolestaan saa energiansa hydraulista pumppua käyttävästä sähkömoottorista.

Vaihtoehtoisesti, jos höyryn kustannukset ovat alemmat kuin sähkön kustannukset, on silti mahdollista käyttää sähkökäyttöistä roottorin moottoria (joka voi olla suoraikäyttöinen tai hydraulisesti jäl-

5 leen sähkökäyttöisestä hydraulimoottorista käytetty moottori) yhdessä filmtruuderin vaippojen höyrylämmityksen kanssa. Havaitaan myös, että muita lämmitysväliaineita, kuten öljyä tai vettä, voitaisiin käyttää. Keksinnön prosessin nimenomainen etu on, että paisun-

10 tahöyrystämällä osa vesihöyrystä erilleen seoksesta sen tullessa filmtruuderiin, vapaata lämpöä voidaan syöttää lämmönvaihtimen 8 kautta, jolloin prosessin kokonaishyötysuhde kasvaa.

Eräs selluloosaliuoksen käyttö on valmistaa

15 lyocell-kuituja, s.o. suoran liuotusreitit kautta muodostettuja selluloosakuituja, kuten Bureau International de Fibres Synthetic (BISFA) määrittelee.

On havaittu, että yritettäessä lisätä lyocell-valmistusprosessin tuottavuutta käyttäen vasta-

20 virtaan toimivia filmtruudereita kuidun värinmuutosta voi esiintyä epätasaisesti. Havaitaan, että päälaitteiston, kuten kuidun tuotantolaitoksen, mitä tahansa osaa ajatellen arvonalennus on merkittävä sen kannattavuuteen vaikuttava tekijä. Täten mitä tahansa annettua

25 päälaitteiston osaa ajatellen mitä enemmän tuotetta voidaan käsitellä tuon laitteiston läpi sitä parempi. Kuitenkin yritettäessä pelkästään lisätä kapasiteettia työstämällä suurempia liuosmääriä samalla käyttäen yhä vastavirtauslaitteita tavalla, jonka sa-

30 notaan olevan välttämätöntä julkaisussa EP-B-356,419, myös käytettäessä julkaisun W094/06530 prosessia, on havaittu, että esiintyy filmtruuderissa valmistetusta liuoksesta tuotetun kuidun värinmuutosta. Nyt uskotaan asettamatta kyseenalaiseksi keksinnön oikeuksia, että

35 tämä saa alkunsa seuraavalla tavalla.

Seoksen tullessa alipaineiseen sekoituskammi-  
oon ja seoksen ollessa riittävän kuumaa tarpeellisen

paisuntahöyrystymisen tapahtumiseen filmtruuderissa olevassa sisäisessä paineessa paisuntahöyrystyminen aiheuttaa syyn seoksen höyryhajaantumiseen hienoiksi hiukkasiksi. Osa seoksen hienoimmista hiukkasista voi  
 5 kulkeutua ylöspäin filmtruuderin vakuumpoistolinjassa, joka toimii vastavirtauksen muodossa. Nämä hiukkaset kerääntyvät vastavirtauksen muodossa toimivan filmtruuderin ylävyöhykkeisiin, kunnes muodostuneet kerrokset ovat liian raskaita olemaan itsensä kannat-  
 10 tavia. Selluloosa-, amiinioksididi- ja vesikerrosten vähittäisen kerääntymisen aikana voi tapahtua materiaalin hajoamista, joka johtaa osassa kerääntyneissä kerroksissa olevan selluloosan värinmuutokseen.

Kun kerrokset saavuttavat painon, joka on  
 15 liian suuri itse kannatettavaksi, osia materiaalista irtoaa ja putoaa takaisin alas filmtruuderiin. Nämä osat työstetään filmtruuderin läpi purkautuakseen värvirheellisinä alueina liuokseen. Tämä värinmuutos siirretään kuituun. Sen on havaittu tapahtuvan vasta,  
 20 kun tuottavuutta nostetaan, toiminta alemmilla nopeuksilla ei tuota tällaista värinmuutosta.

Keksinnön prosessin yhteydessä tämä kerääntyminen ja tästä johtuva värinmuutos on ratkaistu siirtämällä vesihöyry alaspäin ja poistamalla se alaosasta. Tämä tarkoittaa, että ei esiinny kerrosten muodostumista, koska kaikki materiaali huuhdotaan filmtruuderin läpi siirtyvällä vesihöyryvirralla, joka liikkuu samaan suuntaan kuin filmtruuderin läpi liikkuva liuos. On havaittu, että liuos ei sisällä liukenemattomia  
 25 selluloosahiukkasia, joten paisuntahöyrystymisen jälkeen muodostuneet hajaantuneet hiukkaset kuljetetaan alas filmtruuderiin ja ne liukenevat.

Koska vesipitoisessa amiinioksididissa oleva selluloosaliuos voi pilaantua ajan myötä ja koska se  
 35 on ei-newtoninen seos, on myös havaittu olevan erittäin suotavaa saada aikaan liuoksen pakotettu siirto ulos yhdensuuntaisvirtausfilmtruuderin alaosasta. Kos-

ka liuos on ei-newtoninen, muuten on vaara, että muodostetun liuoksen virtausreitti filmtruuderin alaosa-  
sa muodostaisi keskellä olevan alueen, jonka kautta  
liuos liikkuisi ja omaisi tämän vuoksi matalamman vis-  
5 kositeetin, ja ulomman alueen seinien vieressä, jossa  
liuos olisi enemmän paikallaan ja tämän vuoksi omaisi  
korkeamman viskositeetin. Tällä ulommalla alueella  
voisi esiintyä hajoamista.

Täten keksinnön prosessi tuottaa merkittävän  
10 edun aikaisemmin esitettyihin prosesseihin nähden. Li-  
säksi keksinnön prosessia voidaan käyttää kansainväli-  
sessä patenttihakemuksessa WO94/06530 kuvatun ja vaa-  
ditun prosessin yhteydessä siten mahdollistaen vielä  
tuottavuuden lisäkasvun tapahtumisen.

15 Eräässä suoritusmuodossa, koska energia si-  
joitetaan seokseen suoraan pyörivän roottorin 21 kaut-  
ta, energia voidaan siirtää suoraan seokseen ja liuok-  
seen sitä muodostettaessa tarvitsematta lämmön johtu-  
mista laitteiston 16 seinän läpi. Sen vuoksi saattaa  
20 olla mahdollista käyttää filmtruuderia seoksen ja liu-  
oksen ollessa korkeammassa lämpötilassa kuin olisi  
mahdollista ulkoisesti lämmitetyn laitteiston osan yh-  
teydessä. Toisessa suoritusmuodossa laitteiston 16  
seinät voidaan lämmittää käyttäen hyväksi suhteessa  
25 halvempia höyryn kuin sähkön kustannuksia.

Ohutkalvohaihduttimesta 16 poistettu höyry  
voidaan suihkulauhduttaa mukana kulkeutuneen amiiniok-  
sidimassan ja veden seosten erottamiseksi.

Lämmitysyksikkö 8 voidaan sijoittaa pumpun 13  
30 jälkeen samoin kuin ennen pumppua 13. Kaikkia sopivia  
lämmitysyksiköitä voidaan käyttää, mutta seiniä kaapi-  
va lämmitin on edullinen.

Keksinnön prosessi antaa siten laitteiston  
suunnittelijalle uuden vapauden liuoksen muodostami-  
35 seen. Ei ole välttämätöntä käyttää filmtruuderia pro-  
sessiin, vaikka se on laitteiston edullinen osa. Kek-  
sinnön mukaisen prosessin ja laitteiston koeajot ovat

osoittaneet, että merkittäviä kapasiteetin lisäyksiä voidaan saada aikaan käyttämällä filmtruuderia keksinnön mukaisesti yhdensuuntaisen virtauksen muodossa verrattuna saman filmtruuderin käyttämiseen, joka toimii vastavirtauksella. Ainakin 40 %:n tuotannon kasvu on saatu aikaan, vaikka on mahdollista, että osa tuotannon kasvusta liittyy filmtruuderin pinta-alan lisäykseen muutettaessa aikaisempi vastavirtausfilmtruuderi toimimaan yhdensuuntaisvirtauksella.

## PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä selluloosan, tertiaarisen amiinioksidin ja ylimääräisen ei-liuottimen, kuten vesi, seoksen muuntamiseksi selluloosan liuokseksi tertiaarisessa amiinioksidissa, joka sisältää alennetun määrän ei-liuotinta, t u n n e t t u siitä, että menetelmä käsittää vaiheet: lämmitetään seos ei-liuottimen kiehumispisteen ylittävään lämpötilaan ennalta määrättyssä ilmakehän alittavassa paineessa; syötetään jatkuvasti siten lämmitettyä seosta sekoituskammion syöttövyöhykkeeseen ennalta määrättyssä ilmakehän alittavassa paineessa saaden siten aikaan osan ylimääräisestä ei-liuottimesta paisuntahöyrystyminen, jolloin ainakin osa selluloosasta menee tertiaarisessa amiinioksidissa olevaan liuokseen heti sekoituskammion syöttövyöhykkeen rajalla; varustetaan sekoituskammio roottorilla, joka sekoittaa siten muodostunutta liuosta ja jäljellä olevaa selluloosan, tertiaarisen amiinioksidin ja ylimääräisen ei-liuottimen seosta; siirretään liuos ja jäljellä oleva seos sekoituskammion läpi samalla jatkaen ylimääräisen ei-liuottimen haihduttamista liuoksen muodostamiseksi lisää; ja poistetaan liuosta jatkuvasti sekoituskammioista, höyrystynyt ei-liuotin poistettaessa yhdensuuntaisen virtauksen muodossa sekoituskammion samasta päästä kuin liuos.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sekoituskammio on pystysuoran sylinterimäisen osan muodossa, johon on sijoitettu useilla sivusuuntaan ulottuvilla lavoilla varustettu keskusroottori, joiden lapojen kärkiosat päättyvät kosketukseen sylinterin sisäseinän kanssa tai sen viereen, roottorin alapään jatkuessa sekoituskammion tyhjennysvyöhykkeeseen, jossa on liuoksen poistoaukko ja yksi tai useampia poistoaukkoja höyrystyneelle ei-liuottimelle.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että liuos siirretään pakotusti liuoksen poistoaukkoon.

5 4. Patenttivaatimuksen 2 tai 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että tyhjennysvyöhyke on katkaistun kartion muotoinen osa liuoksen poistoaukon ollessa katkaistun kartion muotoisen osan alakärjessä ja höyrystyneen ei-liuottimen poistoaukon ollessa sivulla oleva aukko katkaistun kartion muotoisen osan  
10 yläpäässä.

5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että sylinterin muotoisessa osassa on edullisesti sylinterimäinen alavaippa, joka ulottuu tyhjennysvyöhykkeeseen, tyhjennysvyöhykkeen  
15 rengastilan ympäröidessä vaipan, höyrystyneen ei-liuottimen poistoaukon ollessa järjestetty sivusuuntaan rengastilasta.

6. Jonkin patenttivaatimuksista 1-5 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että seos lämmitetään lämpötila-alueelle 85-160°C ennen syöttämistä sekoituskammioon.  
20

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että sekoituskammiossa oleva paine pidetään alueella 30-100 mbaaria.  
25

8. Jonkin patenttivaatimuksista 1-7 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että tertiaarinen amiinioksidi on N-metyylimorfoliini-N-oksidi ja ei-liuotin on vesi.

9. Jonkin patenttivaatimuksista 1-8 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että seos esiturvotetaan ennen lämmittämistä.  
30

10. Jonkin patenttivaatimuksista 1-9 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että seoksen vesipitoisuus on alueella 10-40 p%, selluloosapitoisuus on  
35 alueella 3-20 p% ja loppuosa on tertiaarista amiinioksidia, komponenttien suhteiden ollessa valittu siten, että ylimääräisen veden poisto johtaa vesipitoisessa

tertiarisisessa amiinioksidissa olevan selluloosaliuoksen muodostumiseen.

11. Jonkin patenttivaatimuksista 1-10 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lämmitys-  
5 laite varustetaan sekoituskammion seinään sisällön lämmittämiseksi seosta muunnettaessa liuokseksi.

12. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että seos lämmitetään lämpötila-alueelle 85-160°C, edullisesti alueelle 95-150°C.

10 13. Laitteisto jonkin patenttivaatimuksista 1-12 mukaisen prosessin suorittamiseksi, tunnettu siitä, että varustetaan: pystysuoraan suunnattu sylinterin muotoinen osa, jossa on sen yläpään sisään-tuloaukko syötettävää materiaalia varten ja alapään  
15 poistoaukko liuosta varten; sylinterin sisällä pyörivä roottori sekoitusta ja materiaalin siirtoa varten alaspäin sylinterin läpi; ainakin yksi poistoaukko haihtuvaa höyrystynyttä materiaalia varten, joka on liitettävissä vakuumilinjaan; ja tyhjennysvyöhyke sylinterin alapäässä liuoksen poistamista varten, laitteistossa parannus sisältää roottorin alapään kanssa yhtenäisesti varustetun pakkosiirtolaitteen liuoksen pakottamiseksi paineen alaisena liuoksen poistoaukon läpi.

25

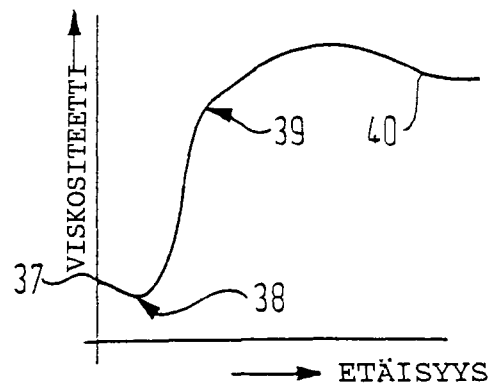
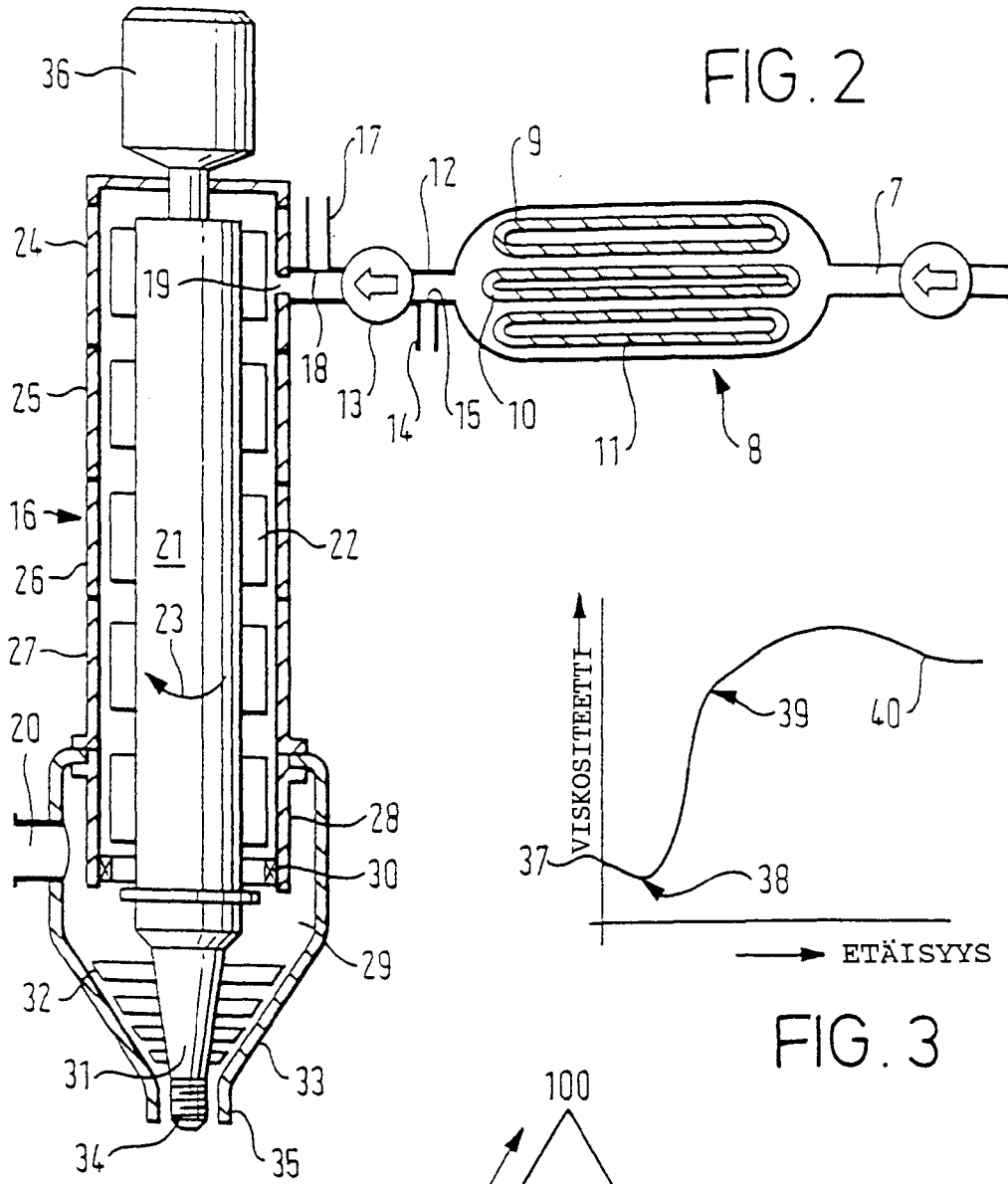


FIG. 1

