



(11) **EP 1 608 803 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
09.07.2008 Patentblatt 2008/28

(51) Int Cl.:
D01F 2/00 ^(2006.01) **D02J 1/22** ^(2006.01)
D02J 13/00 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **04710007.8**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2004/001268

(22) Anmeldetag: **11.02.2004**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2004/088010 (14.10.2004 Gazette 2004/42)

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG NACHVERSTRECKTER CELLULOSE-SPINNFADEN**

METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING POST-STRETCHED CELLULOSE SPUN THREADS
PROCEDE ET DISPOSITIF POUR PRODUIRE DES FILS DE CELLULOSE POST-ETIRES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR

(30) Priorität: **01.04.2003 DE 10314878**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
28.12.2005 Patentblatt 2005/52

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

(72) Erfinder:
• **ZIKELI, Stefan**
A-4844 Regau (AT)
• **WEIDINGER, Klaus**
A-4860 Lenzing (AT)
• **GLASER, Lutz**
07407 Rudolstadt (DE)

• **SCHUMANN, Werner**
07422 Bad Blankenburg (DE)

(74) Vertreter: **Grünecker, Kinkeldey,**
Stockmair & Schwanhäusser
Anwaltssozietät
Leopoldstrasse 4
80802 München (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 494 851 WO-A-01/58960
WO-A-01/74906

• **DATABASE WPI Section Ch, Week 199119**
Derwent Publications Ltd., London, GB; Class
A14, AN 1991-138098 XP002282810 & JP 03
076822 A (TORAY IND INC) 2. April 1991
(1991-04-02)

EP 1 608 803 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch 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 Lyocell-Fäden aus einer Spinnlösung enthaltend Wasser, Cellulose und tertiäres Aminoxid sowie die durch dieses Verfahren hergestellten Spinnfäden.

[0002] Ferner betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Herstellung von Spinnfäden aus einer Spinnlösung enthaltend Cellulose, Wasser und tertiäres Aminoxid, mit einer Spinn Düse, durch welche die Spinnlösung im Betrieb zu Spinnfäden extrudierbar ist, mit einem Fällbad mit einem Cellulose ausfällendem Fällmittel, durch das die Spinnfäden im Betrieb geleitet sind, mit einem ersten Verstreckungsmittel, durch das die Spinnfäden im Betrieb verstreckbar sind, mit einem zweiten Verstreckungsmittel, durch das die vom ersten Verstreckungsmittel verstreckten Spinnfäden im Betrieb nachverstreckbar sind, und mit einer im Bereich des zweiten Verstreckungsmittel angeordnete Heizvorrichtung, durch die im Betrieb die Spinnfäden während der Nachverstreckung aufheizbar sind.

[0003] Bei dem Herstellungsverfahren wird die Spinnlösung zunächst zu Spinnfäden extrudiert, dann werden die Spinnfäden verstreckt und durch ein Fällbad geleitet, wonach die Cellulose der Spinnfäden koaguliert.

[0004] Das Herstellungsverfahren von Fasern (im Folgenden werden die Begriffe "Fasern" und "Fäden" synonym gebraucht) aus in einem tertiären Aminoxid wie N-Methyl-Morpholin-N-Oxid und Wasser gelöster Cellulose, auch Lyocell-Verfahren genannt, geht auf die Patentschriften US-A-4 142 913, US-A-4 144 080, US-A-4 211 574, US-A-4 246 221, US-A-4 261 943 und US-A-4 416 698 zurück. In diesen auf McCorsley zurückgehenden Patentveröffentlichungen ist das Grundprinzip der Herstellung von Lyocell-Fasern mit den drei Verfahrensschritten Extrudieren der Spinnlösung zu Spinnfäden in einen Luftspalt, Verstrecken der extrudierten Spinnfäden im Luftspalt und Ausfällen der Cellulose in einem Fällbad erstmalig beschrieben.

[0005] Nach dem Ausfällen und Koagulieren der Cellulose können die Spinnfäden weiteren Bearbeitungsschritten zugeführt werden. So können die Spinnfäden gewaschen, getrocknet und mit Zusatzstoffen behandelt oder imprägniert werden. Zur Erzeugung von Stapelfasern können die Spinnfäden geschnitten werden.

[0006] Der Vorteil des Lyocell-Verfahrens liegt in der guten Umweltverträglichkeit und in den hervorragenden mechanischen Eigenschaften der ersponnen Fäden bzw. Fasern. Durch verschiedene Weiterentwicklungen des von McCorsley entwickelten Verfahrens konnte die Wirtschaftlichkeit stark verbessert werden.

[0007] Die Lyocell-Faser unterscheidet sich hinsichtlich ihres Aufbaus und ihrer textilen Eigenschaften von den übrigen Cellulosefasern und deren Herstellung, wie sie beispielsweise in der DE-A-100 16 307, WO-A-01/58960, DE-A-197 53 806, DE-A-197 21 609, DE-A-195 11 151 und DE-A-43 12 219 beschrieben sind.

[0008] Ein spezielles Problem des Lyocell-Verfahrens gegenüber den dort beschriebenen Verfahren liegt in der hohen Oberflächenklebrigkeit der frisch extrudierten Spinnfäden: Sobald sich die Spinnfäden im Luftspalt berühren, verkleben sie, was entweder zu einer unbefriedigenden Faserqualität oder gar zu einer Unterbrechung des Spinnverfahrens und einem neuen Anspinnen führt. McCorsley selbst benutzt hierzu, wie in der DE-A-284 41 63 beschrieben ist, die Spinnfäden im Luftspalt über eine Walze mit Fällbadlösung. Diese Anordnung ist jedoch bei hohen Spinnengeschwindigkeiten nicht praktikabel. Eine Reihe von Weiterentwicklungen des McCorsley-Verfahrens beschäftigt sich daher mit Maßnahmen, um die Oberflächenklebrigkeit der Spinnfäden im Luftspalt zu verringern und die Betriebssicherheit, auch Spinnssicherheit genannt, des Herstellverfahrens zu verbessern.

[0009] Eine im Stand der Technik bei der Herstellung von Lyocell-Fasern oder -Fäden weit verbreitete Maßnahme besteht darin, die Spinnfäden im Luftspalt mit einem Kühlgas zu beblasen, um die Oberflächen der frisch extrudierten Spinnfäden zu kühlen und deren Klebrigkeit herabzusetzen. Derartige Kühlbeblasungen sind beispielsweise in der WO-A-93 19230, WO-A-94 28218, WO-A-95 01470 und in der WO-A-95 04173 beschrieben. Wie aus diesen Druckschriften hervorgeht, werden je nach Anordnung der Extrusionsöffnungen, durch welche die Spinnlösung extrudiert werden, unterschiedliche Arten und Ausgestaltungen der Beblasung verwendet.

[0010] Ein weiteres Problem bei der Herstellung von Lyocell-Fasern stellt die Ausgestaltung des Fällbades dar. Aufgrund der hohen Extrusionsgeschwindigkeiten tauchen die Spinnfäden mit hoher Geschwindigkeit in die Fällbadlösung ein und reißen die Fällbadlösung in ihrer Umgebung mit. Dadurch wird im Fällbad eine Strömung erzeugt, welche die Oberfläche des Fällbades aufwühlt und die Spinnfäden beim Eintauchen in das Fällbad bis hin zu Fadenrissen mechanisch belastet.

[0011] Um bei kreisringförmig angeordneten Extrusionsöffnungen die Fällbadoberfläche möglichst ruhig zu halten, werden in der DE-A-100 60 877 und in der DE-A-100 60 879 die Spinnfäden durch speziell ausgestaltete, mit Fällbad gefüllte Spinntrichter geleitet. Bei den Spinntrichtern strömt die Fällbadlösung mit samt den Spinnfäden am unteren Ende heraus. Diese von der Schwerkraft angetriebene Strömung kann, wie in der DE-A-44 09 609 beschrieben ist, zur Verstreckung der Spinnfäden ausgenutzt werden.

[0012] Bei auf einer Rechtecksfläche angeordneten Extrusionsöffnungen wurden gemäß der DE-A-100 37 923 gute Ergebnisse erzielt, wenn die Spinnfäden einen im wesentlichen ebenen Vorhang bilden und als ebener Vorhang im Fällbad zur Fällbadoberfläche hin umgelenkt werden. Bei dieser Ausgestaltung ist im Fällbad ein Umlenkkörper angeordnet.

[0013] Die Nachverarbeitung von Lyocell-Fäden nach der Extrusion und der Koagulation der Cellulose zur Erzielung

bestimmter mechanischer Eigenschaften der Spinnfäden ist in der Patentliteratur weniger gut dokumentiert.

[0014] In dem Grundlagenartikel "Was ist neu an den neuen Fasern der Gattung Lyocell?", Lenzinger Berichte 9/94, S. 37-40, wird davon ausgegangen, dass die Faserstruktur und die Fasereigenschaften durch die Molekülausrichtung während der Extrusion und die sich unmittelbar an die Extrusion anschließende Verstreckung bestimmt werden. Hierin unterscheiden sich die Lyocell-Fasern entscheidend von den Fasern, wie sie in der DE-A-197 53 806, DE-A-197 21 609, DE-A-195 11 151, DE-A-100 16 307 und der DE-A-43 12 219 beschrieben sind.

[0015] Dieser Gedanke wird in der neuen Patentliteratur aufgegriffen und in die Praxis umgesetzt. So sind in der EP-A-823 945, in der EP-A-853 146 und in der DE-A-100 23 391 Vorrichtungen beschrieben, in denen nach Verstreckung der extrudierten Spinnfäden und nach der Koagulation der Cellulose in den verstreckten Spinnfäden diese bei der Weiterverarbeitung spannungslos gehalten werden. Diesen Entwicklungen liegt die Idee zugrunde, dass sich die mechanischen Eigenschaften der verstreckten und koagulierten Spinnfäden nicht mehr verändern lassen.

[0016] Ein nur auf den ersten Blick entgegengesetzter Weg wird alleine in der EP-A-494 851 beschritten: In dieser Druckschrift ist ein Verfahren beschrieben, bei dem die im wesentlichen spannungslos extrudierte und koagulierte Cellulose verstreckt wird. Wesentlich bei diesem Verfahren ist, dass keine Verstreckung der frisch extrudierten Spinnfäden stattfindet. Durch diese, für die Lyocell-Verarbeitung ungewöhnlichen Methode der EP-A-494 851, die scheinbar auch nicht weiterentwickelt wurde, soll eine nachträgliche Formgebung der Spinnfäden ermöglicht werden. Das Verfahren der EP-A-494 851 ähnelt also einem plastischen Verformungsprozess, wobei das Ausgangsmaterial, die unverstreckten Lyocell-Fäden, eine gummiartige Konsistenz aufweist. Die mechanischen Eigenschaften der gemäß dem Verfahren der EP-A-494 851 hergestellten Fasern werden den heutigen Erfordernissen jedoch nicht gerecht.

[0017] In der DE-A-102 23 268 ist beschrieben, dass eine mehrstufige Ausfällung und gleichzeitig eine mehrstufige Verstreckung der Spinnfäden realisiert werden kann, wenn die Benetzungseinrichtung gleichzeitig zum Verstrecken der Spinnfäden eingesetzt wird. Durch diese Maßnahme kann zwar der Bedarf an Behandlungsmedium verringert und die Kontrolle des Ausfallprozesses verbessert werden, allerdings bleiben die textilen Eigenschaften durch diese Art der Nachverstreckung im Wesentlichen unbeeinflusst.

[0018] In der JP-A-03-076822 ist ein Verfahren zur Herstellung feuerbeständiger Fasern beschrieben. Nach einer Koagulation der unverstreckten Fasern werden die Filamente ein erstes Mal verstreckt, anschließend eingeölt sowie getrocknet, dann unter Wasserdampf nachverstreckt und anschließend erneut getrocknet.

[0019] Zur Veränderung der mechanischen Eigenschaften, wie der Schlingenfestigkeit, der Fibrillationsneigung und der Zugfestigkeit von Lyocell-Fasern wird derzeit im Wesentlichen auf das Repertoire zurückgegriffen, wie es in dem Artikel "Strukturbildung von Cellulosefasern aus Aminoxidiösungen". Lenzinger Berichte 9/94, S. 31-35, beschrieben ist. Danach werden die textilphysikalischen Eigenschaften von Lyocell-Fasern durch Veränderungen der Cellulosekonzentration in der Spinnlösung (vgl. WO-A-96 18760), durch Variation der Abzugsbedingungen (vgl. DE-A-42 19 658) und den Einsatz von Zusätzen (vgl. DE-A-44 26 966, DD-A-218 121, WO-A-94 20656) sowie durch Veränderung der Fällbedingungen (vgl. AT-B-395 724) eingestellt. Alle diese Verfahren lassen jedoch nur eine indirekte und in der Prozessführung nur sehr ungenaue Steuerung der mechanischen Eigenschaften der Lyocell-Fäden oder -Fasern zu.

[0020] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, die bekannten Verfahren und Vorrichtungen zur Herstellung von Lyocell-Fasern dahingehend zu verbessern, dass die mechanischen Eigenschaften, wie die Schlingenfestigkeit und die Zugfestigkeit der Lyocell-Fasern durch einen leicht zu steuernden Prozess gezielt beeinflusst werden können.

[0021] Diese Aufgabe wird für das eingangs genannte Herstellverfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die verstreckten Spinnfäden nachverstreckt und gleichzeitig wärmebehandelt werden.

[0022] Für die eingangs genannten Vorrichtung wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass die Spinnfäden durch das erste Verstreckungsmittel in einem Luftspalt vor dem Eintritt in das Fällbad verstreckbar sind.

[0023] Überraschenderweise lassen sich durch die Nachverstreckung bzw. Dehnung der bereits einmal im Luftspalt verstreckten und danach koagulierten Spinnfäden die mechanischen Eigenschaften, hier insbesondere das Nassmodul, gegenüber den herkömmlichen Lyocell-Fasern erheblich verbessern. Durch die Wärmebehandlung während der Nachverstreckung wird nach ersten Versuchen der Nassmodul etwas abgesenkt und die Faser wird wieder etwas elastischer.

[0024] Im Gegensatz zum Verfahren und zur Vorrichtung der DE-A-102 23 268 ermöglicht die während der Nachverstreckung durchgeführte Wärmebehandlung eine entscheidende Verbesserung der textilen Eigenschaften der Lyocell-Fasern.

[0025] So lassen sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Lyocell-Fasern mit einem Nassmodul von wenigstens 250 cN/tex und einer Nassscheuerzahl pro 25 Fasern von wenigstens 18 erreichen. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich sogar Nassmodule von wenigstens 300 cN/tex bzw. 350 cN/tex erreichen. Die Nass-Höchstzugkraftdehnung kann dabei relativ geringe Werte annehmen, beispielsweise höchstens 12 %.

[0026] Je höher die vorbestimmte Zugspannung ist, mit der die Spinnfäden nachverstreckt bzw. gedehnt werden, desto höher scheint der Nassmodul der fertigen Fäden und Fasern zu sein. Eine erhebliche Steigerung des Nassmoduls gegenüber herkömmlichen Fasern lässt sich gemäß einer vorteilhaften Verfahrensführung erreichen, wenn die vorbestimmte Zugspannung, mit der die Nachverstreckung durchgeführt wird, mindestens 0,8 cN/tex beträgt. Höhere Werte für den Nassmodul lassen sich erreichen, wenn gemäß einer weiteren Ausgestaltung die vorbestimmte Zugspannung

bei der Nachverstreckung mindestens 3,5 cN/tex beträgt.

[0027] Generell ergeben sich höhere Werte für den Nassmodul, wenn die Spinnfäden vor der Nachverstreckung koaguliert sind.

[0028] Die Wärmebehandlung kann im Nachgang zu einem Wasch- oder Imprägnierverfahren als Trocknungsprozess, also sogenanntes Spannungstrocknen, durchgeführt werden. Alternativ kann die Wärmebehandlung auch in einer Dampf- bzw. Trockendampf-atmosphäre stattfinden. Der Dampf bzw. Trockendampf kann Imprägnierungsmittel enthalten, die auf die Spinnfäden einwirken und zu einer chemischen Nachbehandlung führen.

[0029] Vorzugsweise wird die Wärmebehandlung in einem Ofen durchgeführt, in dem die verstreckten und koagulierten Spinnfäden zwischen zwei Galetten mit einer vorbestimmten Zugspannung nachverstreckt werden. Dabei kann ein heißes Inertgas, wie Heißluft, oder Dampf bzw. Trockendampf durch die Oberflächen der Galetten und die darauf liegenden Spinnfäden hindurch geleitet sein.

[0030] Nach der Nachverstreckung können die Spinnfäden gecrimpt werden, da die natürliche Kräuselung der Spinnfäden aufgrund der Nachverstreckung wesentlich verringert ist. Dabei ist auch gleichzeitig mit dem Crimpen eine Behandlung mit Trockendampf möglich.

[0031] Zur Herstellung von Stapelfaser können die Spinnfäden schließlich geschnitten werden.

[0032] Im Folgenden wird die Erfindung anhand einer Ausführungsform und anhand von Versuchsergebnissen und Versuchsbeispielen mit Bezug auf die Zeichnungen genauer erläutert.

[0033] Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Übersicht über eine Anlage zur Herstellung von nachverstreckten Lyocell-Fasern;

Fig. 2 eine Ausführungsform eines Mittels zur Nachverstreckung in einer schematischen Ansicht;

Fig. 3 eine weitere Ausführungsform eines Mittels zur Nachverstreckung in einer schematischen Ansicht.

[0034] Zunächst wird der Grundaufbau einer Anlage 1 zur Herstellung von Lyocell-Fasern anhand der schematischen Darstellung der Fig. 1 beschrieben. Die Anlage 1 der Fig. 1 dient zur Herstellung von Stapelfasern aus Lyocell.

[0035] Über ein Rohrleitungssystem 2 wird eine hochviskose Spinnlösung enthaltend Wasser, Cellulose und tertiäres Aminoxid, beispielsweise N-Methyl-Morpholin-N-Oxid, geleitet. Das Leitungssystem 2 ist modular aus Fluidleitungsstücken 2a vorbestimmter Länge aufgebaut, die über Normflansche 2b miteinander verbunden sind.

[0036] Die Fluidleitungsstücke 2a sind mit einer Innentemperierungseinrichtung 3 versehen, die anstelle der Kernströmung der Spinnlösung in den Fluidleitungsstücken 2 angebracht ist und durch die Temperatur der Spinnlösung im Rohrleitungssystem 2 geregelt wird.

[0037] Über zwischen zwei benachbarten Fluidleitungsstücken angeordnete Speisemodule 4 wird ein temperaturge-regeltes Fluid durch die Innentemperierungseinrichtung geleitet, wie durch die Pfeile 5 angedeutet ist. Die Speisemodule 4 weisen im wesentlichen die Abmessung der Normflansche auf und sind mit diesen verbindbar ausgestaltet.

In vorbestimmten Abständen ersetzen ebenfalls durch zwischen den Fluidleitungsstücken 2a angeordnete Berstmodule 6 die Speisemodule 4. Die Berstmodule 6 weisen im wesentlichen dieselbe Ausgestaltung wie die Speisemodule 4 auf. Sie sind mit in der Fig. 1 nicht gezeigten Berstkörpern versehen, die bei Überschreiten eines vorbestimmten Druckes im Rohrleitungssystem 2, im Berstfall, brechen und eine Druckableitung nach außen ermöglichen. Der Berstfall kann insbesondere bei einer spontanen exothermen Reaktion der Spinnlösung aufgrund von Überalterung oder Überhitzung auftreten. Die im Berstfall nach außen tretende Spinnlösung wird in Auffangbehältern 7 aufgefangen, von wo sie recycelt oder entsorgt werden kann.

[0038] Durch das Rohrleitungssystem 2 wird die Spinnlösung bis zu einem Spinnkopf 8 geführt. Der Spinnkopf 8 ist mit einer Spinndüse 9 versehen, die eine große Anzahl von (nicht gezeigten) Extrusionsöffnungen, üblicherweise mehrere tausend Extrusionsöffnungen, aufweist. Durch die Extrusionsöffnungen wird die Spinnlösung zu Spinnfäden 10 extrudiert. Die Anordnung der Extrusionsöffnungen in der Spinndüse 9 kann kreisförmig, kreisringförmig oder rechteckig sein; im Folgenden wird lediglich beispielhaft auf eine rechteckige Anordnung Bezug genommen.

[0039] Damit an den Extrusionsöffnungen optimale Spinnbedingungen herrschen, können neben der Temperierungseinrichtung 3 im Rohrleitungssystem 2 weitere Einbauten vorgesehen sein, die, ebenfalls über die Normflansche, einfach mit den Fluidleitungsstücken 2a oder mit den Speisemodulen 4 oder Berstmodulen 6 verbunden werden können. So kann im Rohrleitungssystem 2 ein Druckausgleichsbehälter 11 a angeordnet sein, der Druckschwankungen und Volumenstromschwankungen der Spinnlösung in der Rohrleitung 2 über eine Änderung seines Innenvolumens ausgleicht und an den Extrusionsöffnungen des Spinnkopfes 8 einen gleichmäßigen Extrusionsdruck sicherstellt.

[0040] Ferner kann im Rohrleitungssystem 2 eine mechanische Filtereinrichtung 11b mit einem rückspülbaren Filterelement (nicht gezeigt) vorgesehen sein. Das Filterelement weist eine Feinheit zwischen 5 µm und 25 µm auf. Durch die Filtereinrichtung 11 b findet während des Transports der Spinnlösung eine kontinuierliche oder - unter Verwendung abwechselnd betriebener Zwischenspeicher (nicht gezeigt) - eine diskontinuierliche Filterung der Spinnlösung statt.

[0041] Die Extrusionsöffnungen grenzen an einen Luftspalt 12, den die frisch extrudierten Spinnfäden 10 durchqueren und in dem die Spinnfäden durch eine Zugspannung versteckt werden. In dem Luftspalt 12 ist ein Kühlgasstrom 13 auf die Spinnfäden 10 gerichtet, der von einer Beblasungseinrichtung 14 erzeugt wird. Temperatur, Feuchte und Zusammensetzung des Kühlgasstromes 13 können durch eine Klimatisierungseinrichtung 15 auf vorbestimmte oder variabel vorgebbare Werte geregelt werden.

[0042] Der Kühlgasstrom 13 wirkt in einem Abstand von der Spinndüse 9 auf die Spinnfäden 10 ein und weist eine Geschwindigkeitskomponente in Extrusionsrichtung E auf, so dass die Spinnfäden durch den Kühlgasstrom 13 mitverstreckt werden. Um einen guten Wärmetransport zu ermöglichen, ist der Kühlgasstrom 13 turbulent.

[0043] Nach Durchquerung des Luftspaltes 12 treten die Spinnfäden 10 in ein Fällbad 16 ein. Um eine Beunruhigung der Oberfläche des Fällbades 16 zu vermeiden, ist der Kühlgasstrom 13 ausreichend von der Oberfläche 17 des Fällbades beabstandet, so dass er nicht auf der Oberfläche auftrifft.

[0044] Im Fällbad 16 werden die Spinnfäden 10 durch ein im Wesentlichen walzenförmiges Umlenkorgan 18 zu einem Bündelungsorgan 19 oberhalb des Fällbades umgelenkt, so dass sie wieder durch die Fällbadoberfläche 17 treten. Das Umlenkorgan kann starr bzw. feststehend ausgebildet sein, oder sich mit den Fäden mitdrehen. Das Bündelungsorgan 19 ist drehbar angetrieben und übt als erstes Verstreckungsmittel über das Umlenkorgan 18 eine bis zu den Extrusionsöffnungen der Spinndüse 9 rückwirkende Zugspannung auf die Spinnfäden 10 aus, welche die Spinnfäden 10 verstreckt. Natürlich kann als Verstreckungsmittel auch das Umlenkorgan 18 angetrieben sein.

[0045] Um die Spinnfäden 10 möglichst schonend zu verstrecken, kann die Zugspannung auch lediglich durch den Kühlgasstrom 13 als erstem Verstreckungsmittel erzeugt werden. Dies hat den Vorteil, dass die Zugspannung durch eine verteilt auf die Oberfläche der Spinnfäden wirkende Reibspannung in die Spinnfäden 10 eingeleitet wird.

[0046] Vom Bündelungsorgan 19 werden die Spinnfäden 10 zu einem Fadenbündel 20 zusammengefasst. Anschließend werden die noch immer mit der Fällbadlösung 16 benetzten, zum Fadenbündel 20 zusammengefassten Spinnfäden 10 spannungslos auf einer Fördereinrichtung 21 abgelegt und auf dieser weitgehend zugspannungsfrei transportiert. Während des Transports der Spinnfäden auf der Fördereinrichtung 21 kann die vollständige oder nahezu vollständige Koagulation der Cellulose der Spinnfäden unter möglichst geringem Spannungseinfluss stattfinden.

[0047] Die Fördereinrichtung 21 kann, wie in Fig. 1 gezeigt ist, als ein Vibrationsförderer ausgestaltet sein, der das Fadenbündel 20, oder gegebenenfalls mehrere Fadenbündel 20 gleichzeitig, durch Schwingungen in Förderrichtung F transportiert. Die Schwingungen der Fördereinrichtung 21 sind durch den Doppelpfeil 22 angedeutet. Durch die hin und her gehende Bewegung 21 wird das Spinnfadenbündel 20 geordnet auf der Fördereinrichtung abgelegt. Anstelle des Vibrationsförderers 22 können auch andere Fördereinrichtungen wie mehrere hintereinander angeordnete Galetten mit nahezu gleicher oder in Förderrichtung abnehmender Umfangsgeschwindigkeit eingesetzt werden.

[0048] Während des Transports auf der Fördereinrichtung 21 können verschiedene Behandlungen des Fadenbündels 20 erfolgen, beispielsweise kann das Fadenbündel 20 einmal oder mehrmals gewaschen, getrocknet und aviviert werden, beispielsweise durch eine Berieselungsanlage 23 aus der ein Behandlungsmedium 24 auf das Fadenbündel 20 gesprüht wird.

[0049] Das Fadenbündel 20 wird durch eine Galette 25 von der Fördereinrichtung 21 aufgenommen und einem zweiten Nachverstreckungsmittel 26 zugeführt, durch das die durchkoagulierten Spinnfäden 10 nachverstreckt werden.

[0050] Beim Ausführungsbeispiel der Fig. 1 findet die Nachverstreckung während einer gleichzeitigen Wärmebehandlung bzw. Trocknung in Form eines Spannungstrocknens statt, da hierdurch die mechanischen Eigenschaften der Spinnfäden 10 am günstigsten beeinflusst werden. Geringfügig schlechtere Eigenschaften, die sich jedoch immer noch gegenüber dem Stand der Technik auszeichnen, werden erreicht, wenn man auf die Wärmebehandlung während des Nachverstreckens verzichtet.

[0051] Das zweite Nachverstreckungsmittel 26 kann auch unmittelbar im Anschluss an das Bündelungsmittel 19 vorgesehen sein, also zwischen der Fördereinrichtung 21 und dem Fällbad 16, so dass erst die nachverstreckten Spinnfäden weiteren Behandlungsschritten unterworfen werden.

[0052] Zur Durchführung der Wärmebehandlung kann das Nachverstreckungsmittel 26 im Eintrittsbereich des Spinnfadens 20 eine Heizvorrichtung 27 aufweisen, welche das Spinnfadenbündel 20 auf eine vorbestimmte Temperatur bringt und gleichzeitig das Spinnfadenbündel 20 zumindest oberflächlich trocknet.

[0053] Im Nachverstreckungsmittel 26 werden die Spinnfäden über zwei Galetten 28, 29 geführt, die so angetrieben sind, dass das Spinnfadenbündel 20 zwischen ihnen mit einer vorbestimmten Nachverstreckungs-Zugspannung Z_N beaufschlagt ist. Das mit dieser Zugspannung beaufschlagte Spinnfadenbündel wird auf einer vorbestimmten hohen Temperatur gehalten und kann während der Nachverstreckung insbesondere durch ein heißes Inertgas, wie Luft, oder auch durch Dampf, beispielsweise Trockendampf, und mit Quellmitteln oder anderen Mitteln zur chemischen Faserbehandlung imprägniert werden, wie durch die Pfeile 30 angedeutet ist. Um die Trocknungswirkung zu unterstützen, können die Galetten 28, 29 auch beheizt sein.

[0054] Das Spinnfadenbündel 20 weist aufgrund der Nachverstreckung eine gegenüber herkömmlichen Fasern verringerte Kräuselung auf, so dass es über eine Stuffer Box 31 gecrimpt wird. Anschließend wird das Faserbündel 20 durch eine Schneidvorrichtung 32 geschnitten. Falls eine Endlosfaser erzeugt werden soll, kann natürlich auf das Crimpen

und/oder Schneiden verzichtet werden.

[0055] Nach dem Crimpen und Schneiden können die gecrimpten Stapelfasern in Wirrlage in Form eines gecrimpten Endloskabels 33 auf einer Fördereinrichtung 34 zu weiteren Verfahrensschritten transportiert werden.

[0056] In Fig. 2 ist eine Ausführungsform eines Nachverstreckungsmittels 26 schematisch gezeigt. Bei dieser Ausführungsform findet eine Nachverstreckung in Form eines Spannungstrocknens statt.

[0057] Wie bereits bei Fig. 1 beschrieben wurde, weist das Nachverstreckungsmittel 26 zwei Galetten 28, 29 auf, die so angetrieben werden, dass das Fadenbündel 20 zwischen ihnen mit einer vorbestimmten Zugspannung Z_N von mindestens 0,8 cN/tex, vorzugsweise von mindestens 3,5 cN/tex gespannt bzw. gedehnt wird. Hierzu kann beispielsweise die in Förderrichtung F nachfolgende Galette 29 mit einer vorbestimmten, höheren Geschwindigkeit gedreht werden als die in Förderrichtung F davor liegende Galette 28; wobei zwischen der Galette 29 und dem um die Galette geschlungenen Fadenbündel 20 ein Schlupf herrschen kann, der im Wesentlichen die Zugspannung Z_N bestimmt.

[0058] Zur Verstreckung des Fadenbündels 20 kann auch dessen Schrumpfung während des Trocknens ausgenutzt werden: Da sich das Fadenbündel während des Trocknungsprozesses verkürzt, findet eine Dehnung bzw. Nachverstreckung auch bereits dann statt, wenn diese Verkürzung nicht durch die Drehgeschwindigkeiten der Galetten 28, 29 ausgeglichen wird. Auf diese Weise kann eine Nachverstreckung auch erfolgen, wenn sich die Galetten 28, 29 mit im Wesentlichen gleicher oder nur geringfügig unterschiedlicher Geschwindigkeit drehen.

[0059] Eine oder beide Galetten 28, 29 können mit einer wenigstens gasdurchlässigen Oberfläche 30 versehen sein, durch die hindurch ein heißes Inertgas, Dampf oder Trockendampf aus dem Innenraum der Galette 28, 29 durch das um die Galette 28, 29 geschlungene Spinnfadenbündel 20 gedrückt wird.

[0060] Alternativ oder zusätzlich zu einer Umschlingung, wie sie in der Fig. 2 dargestellt ist, kann auch jeder Galette 28, 29 eine ebenfalls dampfdurchlässige, aktiv oder passiv mitdrehende Walze 28a, 29a in Gegenüberlage zugeordnet sein, wie schematisch in Fig. 3 dargestellt ist. Die Walzen 28a, 29a weisen ebenfalls durchlässige Oberflächen auf, durch die das Inertgas oder der Dampf abgesaugt wird. Anstelle von Walzen können auch große Trommeln vorgesehen sein.

[0061] Anstelle der Galetten 28, 29 können auch größere Trommeln oder Saugtrommeln mit perforierter Oberfläche verwendet werden, durch die das Heißgas abgesaugt wird.

[0062] Im Bereich zwischen den Galetten 28, 29 wird ebenfalls Heißluft oder ein anderes inertes Heißgas, Dampf bzw. Trockendampf durch Gas oder die Fadenbündel 20 geleitet. Die Wirksamkeit der Nachverstreckung wurde in einer Reihe von Versuchen nachgewiesen.

[0063] Die Versuche wurden an einem Fadenbündel aus 79.270 Einzelfäden und einem Gesamttiter von 110.978 dtex, entsprechend einem Einzeltiter von 1,4 dtex durchgeführt. Tabelle I gibt einen Überblick über die Versuchsergebnisse.

[0064] In einer ersten Versuchsreihe (Versuche 1 bis 7) wurde das Fadenbündel bei 73° C während 15 min unter verschiedenen Bedingungen getrocknet.

[0065] In Versuch 1 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet.

[0066] In Versuch 2 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und war während des Trocknens an beiden Seiten mit jeweils 19 kg beschwert.

[0067] In Versuch 3 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils 38 kg beschwert.

[0068] In Versuch 4 wurde das Fadenbündel zwischen zwei Klemmen im Abstand von 38 cm gespannt und anschließend getrocknet.

[0069] In Versuch 5 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 9 kg beschwert.

[0070] In Versuch 6 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 19 kg beschwert.

[0071] In Versuch 7 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 38 kg beschwert.

[0072] In einer zweiten Versuchsreihe wurde das Fadenbündel vor der Trocknung einer Behandlung mit Natronlauge (NaOH) unterzogen: Zunächst wurde das Spinnfadenbündel mit 5 %-iger NaOH-Lösung 5 min behandelt und anschließend mit vollentionisiertem Wasser gewaschen. Die NaOH-Lösung wurde mit 1 %-iger Ameisensäure neutralisiert und wiederum mit vollentionisiertem Wasser gewaschen.

[0073] Das Spinnfadenbündel wurde dann im Trockner bei 73°C über 30 min getrocknet.

[0074] In Versuch 8 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet.

[0075] In Versuch 9 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils 19 kg beschwert.

[0076] In Versuch 10 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils 38 kg beschwert.

[0077] In Versuch 11 wurde das Fadenbündel zwischen zwei Klemmen im Abstand von 38 cm gespannt und anschließend getrocknet.

[0078] In Versuch 12 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 9 kg beschwert.

[0079] In Versuch 13 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 19 kg beschwert.

[0080] In Versuch 14 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 38 kg beschwert.

[0081] Bei den getrockneten Fadenbündeln wurden dann der Titer, die feinheitsbezogene Höchstzugkraft, die Höchstzugkraftdehnung, feinheitsbezogene Nass-Höchstzugkraft, die Nass-Höchstzugkraftdehnung, die feinheitsbezogene Schlingenhöchstzugkraft, der Nassmodul und die Nassscheuerzahl bestimmt. Dabei wurden nach folgenden Prüfverfahren vorgegangen.

[0082] Der Titer wurde gemäß der DIN EN ISO 1973 bestimmt. Die (Nass-)Höchstzugkraft und die (Nass-)Höchstzugkraftdehnung wurden gemäß der DIN EN ISO 5079 bestimmt. Die Schlingenhöchstzugkraft wurde gemäß DIN 53843 Teil2 bestimmt.

[0083] Der Nassmodul wurde an einem Faserbündel bestimmt, das gemäß DIN EN 1973 verwendbar ist. Die Vorgehensweise richtet sich nach der Prüfvorschrift ASG N 211 der Alceru Schwarz GmbH. Die Versuche zur Bestimmung des Nassmoduls wurden an einer Zugprüfmaschine mit konstanter Dehnungsgeschwindigkeit und wegarter elektronischer Kraftmessung durchgeführt. Die Einspannlänge des Fadenbündels betrug $10,0 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$. Die feinheitsbezogene Vorspannkraft betrug bei einem Titer von über 2,4 dtex $2,5 \text{ mN/tex} \pm 0,5 \text{ mN/tex}$. Bei einem Titer bis 2,4 dtex wurde ein Vorspannmassstück von 50 mg verwendet. Die Dehnungsgeschwindigkeiten betrugen 2,5 mm/min bei einer mittleren Nass-Reißdehnung bis 10 %, 5,0 mm/min bei einer mittleren Nass-Reißdehnung von über 10 bis 20 % und 7,5 mm/min bei einer mittleren Nass-Reißdehnung von über 20 %.

[0084] Fünf Spinnfadenbündel wurden mindestens 10 sec in eine flache Schale mit Netzmittellösung eingelegt, wobei vorher das Vorspannmassstück an ein Ende eines jeden Spinnfadenbündels angeklemt ist. Der jeweils am längsten eingelegte Prüfling wird aus der Schale entnommen und zum Zugversuch benutzt, nach jedem Versuch ist auch ein neuer Prüfling zum Netzen einzulegen.

[0085] Das einzuspannende Spinnfadenbündel wird mit seinem dem Vorspannmassenstück gegenüberliegenden Ende in die Zugprüfmaschine eingespannt, während die Vorspannung wirkt, anschließend wird die untere Einspannklemme geschlossen und das Tauchgefäß mit der Netzmittellösung wird so angehoben, dass der Flüssigkeitsspiegel soweit wie möglich an die obere Einspannklemme heranreicht, ohne sie jedoch zu berühren. Der Abstand zwischen den Einspannklemmen ist mit der oben angegebenen Dehnungsgeschwindigkeit stetig zu vergrößern, bis eine Dehnung von 5 % erreicht ist. In diesem Moment ist die Bewegung der unteren Klemme zu stoppen und die Nass-Zugkraft in mN bis auf eine Dezimale zu bestimmen.

[0086] Der Nassmodul M wird aus dem arithmetischen Mittelwert der Nass-Zugkraft F in Millinewton und der mittleren Feinheit T in tex der geprüften Spinnfasern berechnet und in Millinewton pro tex auf ganze Zahlen gerundet angegeben:

$$M = F / (T \cdot 0,05).$$

[0087] Die Nassscheueranzahl wurde mit einem Fasemassscheuerprüfgerät FNP der Firma SMK Präzisionsmechanik Gera GmbH bestimmt. Die Nassscheueranzahl ist die Anzahl der Umdrehungen der Scheuerwelle bis zum Bruch der unter definierter Vorspannung im Nassscheuerprüfgerät eingespannt Faser. Das Vorspanngewicht beträgt bei einem Titer zwischen 1,2 bis 1,8 dtex 70 mg. Die Drehzahl der Scheuerwelle betrug 400 U/min, der Umschlingungswinkel 45°. Die Scheuerwelle ist mit einem Gewebeslauch versehen.

[0088] Aus den Versuchen gemäß Tabelle 1 ergibt sich eine überraschende Steigerung des Nassmoduls sowie der Nassscheueranzahl der nachverstreckten Fasern gegenüber den herkömmlichen, nicht nachverstreckten Fasern (Versuch 1). Bei spannungsfrei getrockneten Fadenbündeln, die anschließend wieder befeuchtet und unter Spannung getrocknet werden (Versuche 2, 3 und 9, 10) wird bei der Belastung mit 38 kg (entspricht 3,12 cN/tex) gegenüber der Belastung mit 19 kg (entspricht 1,6 cN/tex) eine Steigerung des Nassmoduls bei einem leichten Abfall der Nassscheuerzahl erreicht. Es lassen sich bei der starken Belastung höhere Nassmodule erreichen als bei den feucht unter Spannung getrockneten Fadenbündel der Versuche 5 bis 7 und 12 bis 14.

[0089] Die Höchstzugkraft, sowohl nass als auch trocken gemessen, ist gegenüber den nicht nachverstreckten Fasern nach Versuch 1 im Wesentlichen unverändert. Die verringerte Höchstzugkraftdehnung und die verringerte Schlingenhöchstzugkraft lassen in Verbindung mit dem Nassmodul und der Nassscheuerzahl darauf schließen, dass die nachverstreckten Fasern spröder und duktiler als die nicht nachverstreckten Fasern sind.

[0090] Folglich belegen die Versuche, dass durch das Nachverstrecken bzw. das Spannungstrocknen Fasern mit einer verbesserten Nassmodul und einer verbesserten Nassscheuerzahl erzeugt werden können.

Tabelle I

	Titer d _{tex}	Feinheitbez. Höchstzugkraft cN/tex	Höchstzug- kraftdehnung %	Feinheitbez. Nass- Höchstzugkraft cN/tex	Nass-Höchstzug- kraftdehnung %	Feinheitbez. Schlin- genhöchstzugkraft cN/tex	Nassmodul cN/tex	Nassscheuerzahl/25 Faern
Versuch 1 (VERGLEICH)	1,378	42,1	11,5	33,4	12,2	11,8	244	22
Versuch 2	1,450	43,2	9,7	32,9	11,2	7,3	272	48
Versuch 3	1,379	46,2	8,7	38,8	11,7	5,5	366	42
Versuch 4	1,420	43,6	10,5	29,3	11,8	11,9	308	34
Versuch 5	1,538	42,3	10,1	32,5	11,6	9,3	260	56
Versuch 6	1,423	42,3	10,0	32,5	12,4	7,7	288	38
Versuch 7	1,434	42,2	10,8	31,7	11,7	7,5	286	31
Versuch 8 (VERGLEICH)	1,390	39,4	10,6	31,8	12,4	9,6	258	23
Versuch 9	1,415	41,3	9,5	30,5	10,6	4,5	308	48
Versuch 10	1,436	40,4	8,6	33,4	11,2	5,0	346	35
Versuch 11	1,441	42,3	10,4	31,0	12,9	11,9	278	47
Versuch 12	1,369	42,6	9,7	27,8	11,0	8,8	294	39
Versuch 13	1,425	41,2	8,5	33,4	10,7	6,7	356	38
Versuch 14	1,381	42,1	9,3	28,0	9,5	5,6	334	40

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen von Lyocell-Fasern aus einer Spinnlösung enthaltend Wasser, Cellulose und tertiäres Aminoxid, wobei die folgenden Verfahrensschritte ausgeführt werden:

- Extrudieren der Spinnlösung zu Spinnfäden (10),
- Verstrecken der Spinnfäden (10),
- Durchleiten der Spinnfäden durch ein Fällbad (16),

gekennzeichnet durch folgenden Verfahrensschritt:

- Nachverstrecken und gleichzeitiges Wärmebehandeln der verstreckten Spinnfäden (10) nach dem Durchleiten **durch** das Fällbad (16).

2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Koagulieren der Cellulose der Spinnfäden (10) vor dem Verstrecken.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **gekennzeichnet durch** folgende Verfahrensschritte:

- Nachverstrecken bei einer Zugspannung von mindestens 0,8 cN/tex.

4. Verfahren nach Anspruch 3, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Nachverstrecken bei einer Zugspannung von mindestens 3,5 cN/tex.

5. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Behandeln der Spinnfäden während der Wärmebehandlung mit heißem Inertgas.

6. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Behandeln der Spinnfäden während der Wärmebehandlung mit Dampf.

7. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Durchleiten der Spinnfäden (10) vor dem Fällbad (16) **durch** einen Luftspalt (12).

8. Verfahren nach Anspruch 7, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Beblasen der Spinnfäden (10) in Luftspalt (12) mit einem Kühlgasstrom (13).

9. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- zugspannungsfreies Fördern der Spinnfäden zwischen der Verstreckung und der Nachverstreckung.

10. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Crimpen der nachverstreckten Spinnfäden (10).

11. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Schneiden der nachverstreckten Spinnfäden zu Stapelfaser.

12. Vorrichtung (1) zur Herstellung von Spinnfäden (10) aus einer Spinnlösung enthaltend Cellulose, Wasser und tertiäres Aminoxid, mit einer Spinn Düse (9), durch welche die Spinnlösung im Betrieb zu Spinnfäden (10) extrudierbar ist, mit einem Fällbad (16) mit einem Cellulose ausfällendem Fällmittel, durch das die Spinnfäden (10) im Betrieb geleitet sind, mit einem ersten Verstreckungsmittel (13, 18, 19), durch das die Spinnfäden im Betrieb verstreckbar sind, mit einem zweiten Verstreckungsmittel (28, 29), durch das die vom ersten Verstreckungsmittel (13, 18, 19) verstreckten Spinnfäden (10) im Betrieb nachverstreckbar sind, und mit einer im Bereich des zweiten Verstreck-

kungsmittel (28, 29) angeordnete Heizvorrichtung (27, 30), durch die im Betrieb die Spinnfäden (10) während der Nachverstreckung aufheizbar sind, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Spinnfäden (10) durch das erste Verstreckungsmittel (13, 18, 19) in einem Luftspalt (12) vor dem Eintritt in das Fällbad (16) verstreckbar sind.

5 **13.** Lyocell-Faser, insbesondere hergestellt nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11, **gekennzeichnet durch** ein Nassmodul von wenigstens 250 cN/tex und **durch** eine Nassscheuerzahl pro 25 Fasern von wenigstens 18.

10 **14.** Lyocell-Faser nach Anspruch 13, **gekennzeichnet durch** ein Nassmodul von wenigstens 300 cN/tex.

15. Lyocell-Faser nach Anspruch 14, **gekennzeichnet durch** ein Nassmodul von wenigstens 350 cN/tex.

16. Cellulosefasern nach einem der Ansprüche 13 bis 15, **gekennzeichnet durch** eine Nasszugkraftdehnung von höchstens 12 %.

15 **17.** Cellulosefasern nach einem der Ansprüche 13 bis 16, **gekennzeichnet durch** eine Nassscheuerzahl pro 25 Fasern von wenigstens 25.

20 Claims

1. A method for the production of Lyocell fibres from a spinning solution containing water, cellulose and tertiary amine oxide, wherein the following steps in the method are carried out:

- 25
- extrusion of the spinning solution to spun threads (10),
 - stretching of the spun threads (10),
 - passage of the spun threads through a precipitation bath (16),
- characterised by** the following step in the method:
- post-stretching and simultaneous heat treatment of the stretched spun threads (10) after passage through the
- 30 precipitation bath (16).

2. The method according to Claim 1, **characterised by** the following step in the method:

- 35
- coagulation of the cellulose of the spun threads (10) before stretching.

3. The method according to Claim 1 or 2, **characterised by** the following steps in the method:

- post-stretching with a tensile stress of at least 0.8 cN/tex.

40 **4.** The method according to Claim 3, **characterised by** the following step in the method:

- post-stretching with a tensile stress of at least 3.5 cN/tex.

5. The method according to one of the aforementioned claims, **characterised by** the following step in the method:

- 45
- treatment of the spun threads during heat treatment with hot inert gas.

6. The method according to one of the aforementioned claims, **characterised by** the following step in the method:

- 50
- treatment of the spun threads during heat treatment with steam.

7. The method according to one of the aforementioned claims, **characterised by** the following step in the method:

- 55
- passage of the spun threads (10) through an air gap (12) before the precipitation bath (16).

8. The method according to Claim 7, **characterised by** the following step in the method:

- blowing of the spun threads (10) in the air gap (12) with a flow of cooling gas (13).

9. The method according to one of the aforementioned claims, **characterised by** the following step in the method:

- conveyance of the spun threads free of tensile stress between the stretching and the post-stretching.

10. The method according to one of the aforementioned claims, **characterised by** the following step in the method:

- crimping of the post-stretched spun threads (10).

11. The method according to one of the aforementioned claims, **characterised by** the following step in the method:

- cutting of the post-stretched spun threads to form staple fibres.

12. A device (1) for the manufacture of spun threads (10) from a spinning solution containing cellulose, water and a tertiary amine oxide, with a spinneret (9), through which the spinning solution can be extruded in operation to form spun threads (10), with a precipitation bath (16) with a precipitating agent to precipitate cellulose, through which the spinning threads (10) are passed in operation, with a first stretching means (13, 18, 19), through which the spun threads can be stretched in operation, and with a second stretching means (28, 29), through which the spun threads (10) stretched by the first stretching means (13, 18, 19) can be post-stretched in operation, and a heating device (27, 30) arranged in the region of the second stretching means (28, 29) and by which the spun threads (10) can be heated in operation during the post-stretching, **characterised in that** the spun threads (10) can be stretched by the first stretching means (13, 18, 19) in an air gap (12) before entering the precipitation bath (16).

13. A lyocell fibre, in particular manufactured by the method according to one of the Claims 1 to 11, **characterised by** a wet modulus of at least 250 cN/tex and by a wet abrasion number per 25 fibres of at least 18.

14. The lyocell fibre according to Claim 13, **characterised by** a wet modulus of at least 300 cN/tex.

15. The lyocell fibre according to Claim 14, **characterised by** a wet modulus of at least 350 cN/tex.

16. Cellulose fibres according to one of the Claims 13 to 15, **characterised by** a wet tensile force elongation of at the most 12%.

17. Cellulose fibres according to one of the Claims 13 to 16, **characterised by** a wet abrasion number per 25 fibres of at the most 25.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication de fibres Lyocell à partir d'une solution de filage renfermant de l'eau, de la cellulose et un oxyde d'amine tertiaire, selon lequel on exécute les étapes de procédé suivantes :

- extrusion de la solution de filage en formant des fils de filage (10),
- étirage des fils de filage (10),
- passage des fils de filage à travers un bain de précipitation (16),
- caractérisé par** l'étape de procédé suivante :
- post-étirage et traitement thermique simultané des fils de filage (10) étirés, après le passage à travers le bain de précipitation (16).

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

- coagulation de la cellulose des fils de filage (10) avant l'étirage.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

- post-étirage pour une tension de traction d'au moins 0,8 cN/tex.

4. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

EP 1 608 803 B1

- post-étirage pour une tension de traction d'au moins 3,5 cN/tex.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

5 - traitement des fibres de filage pendant le traitement thermique, à l'aide de gaz inerte chaud.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

10 - traitement des fibres de filage pendant le traitement thermique, à l'aide de vapeur.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

15 - passage des fibres de filage (10) dans un interstice d'air (12) avant le bain de précipitation (16).

8. Procédé selon la revendication 7, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

20 - soufflage d'un écoulement ou courant de gaz de refroidissement sur les fils de filage (10) dans l'interstice d'air (12).

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

25 - transport exempt de tension de traction des fils de filage entre l'étirage et le post-étirage.

10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

- frisage des fils de filage (10) ayant subi le post-étirage.

30 11. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé par** l'étape de procédé suivante :

- coupe des fils de filage ayant subi le post-étirage, pour former des fibres coupées.

35 12. Dispositif (1) pour la fabrication de fibres de filage (10) à partir d'une solution de filage renfermant de l'eau, de la cellulose et un oxyde d'amine tertiaire, comprenant une filière de filage (9) par laquelle la solution de filage peut, en service, être extrudée en des fils de filage (10), comprenant également un bain de précipitation (16) avec un agent de précipitation provoquant la précipitation de la cellulose, et à travers lequel sont menés les fils de filage, en service, comprenant en outre un premier moyen d'étirage (13, 18, 19) par lequel les fils de filage peuvent être étirés en service, ainsi qu'un deuxième moyen d'étirage (28, 29) par lequel les fils de filage (10) ayant été étirés par le premier moyen d'étirage (13, 18, 19) peuvent, en service, être post-étirés, et le dispositif comprenant finalement un dispositif de chauffage (27, 30) agencé dans la zone du deuxième moyen d'étirage (28, 29) et permettant, en service, d'échauffer les fils de filage (10) pendant le post-étirage, **caractérisé en ce que** les fils de filage (10) peuvent être étirés par le premier moyen d'étirage (13, 18, 19) dans un interstice d'air (12), avant l'entrée dans le bain de précipitation (16).

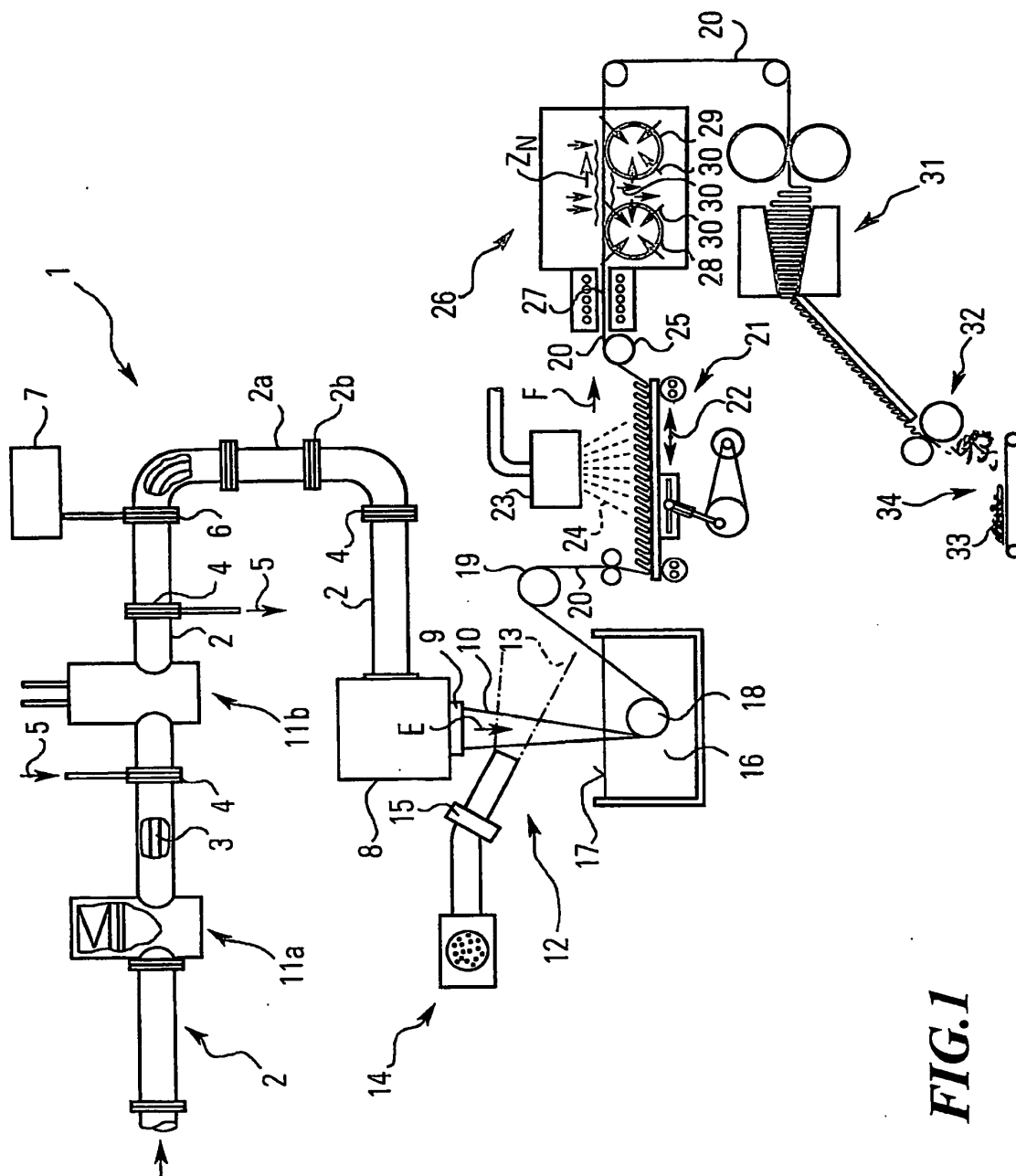
45 13. Fibre Lyocell, notamment fabriquée d'après le procédé selon l'une des revendications 1 à 11, **caractérisée par** un module humide d'au moins 250 cN/tex et par un indice ou nombre de résistance à l'abrasion ou fibrillation par 25 fibres d'au moins 18.

50 14. Fibre Lyocell selon la revendication 13, **caractérisée par** un module humide d'au moins 300 cN/tex.

15. Fibre Lyocell selon la revendication 14, **caractérisée par** un module humide d'au moins 350 cN/tex.

55 16. Fibres de cellulose selon l'une des revendications 13 à 15, **caractérisées par** un allongement sous force de traction en condition humide, d'au plus 12%.

17. Fibres de cellulose selon l'une des revendications 13 à 16, **caractérisées par** un indice ou nombre de résistance à l'abrasion ou fibrillation par 25 fibres d'au moins 25.



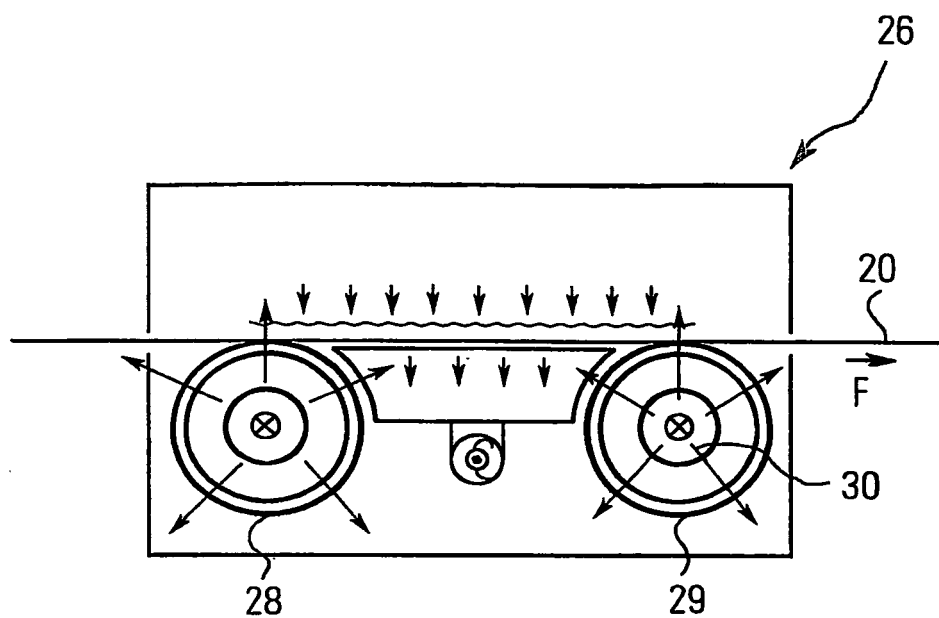


FIG. 2

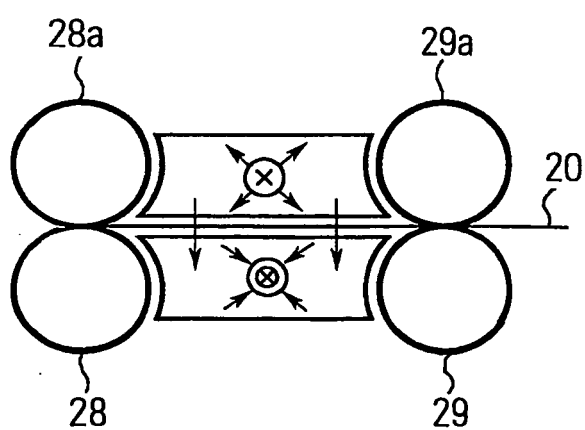


FIG. 3

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 4142913 A [0004]
- US 4144080 A [0004]
- US 4211574 A [0004]
- US 4246221 A [0004]
- US 4261943 A [0004]
- US 4416698 A [0004]
- DE 10016307 A [0007] [0014]
- WO 0158960 A [0007]
- DE 19753806 A [0007] [0014]
- DE 19721609 A [0007] [0014]
- DE 19511151 A [0007] [0014]
- DE 4312219 A [0007] [0014]
- DE 2844163 A [0008]
- WO 9319230 A [0009]
- WO 9428218 A [0009]
- WO 9501470 A [0009]
- WO 9504173 A [0009]
- DE 10060877 A [0011]
- DE 10060879 A [0011]
- DE 4409609 A [0011]
- DE 10037923 A [0012]
- EP 823945 A [0015]
- EP 853146 A [0015]
- DE 10023391 A [0015]
- EP 494851 A [0016] [0016] [0016]
- DE 10223268 A [0017] [0024]
- JP 3076822 A [0018]
- WO 9618760 A [0019]
- DE 4219658 A [0019]
- DE 4426966 A [0019]
- DD 218121 A [0019]
- WO 9420656 A [0019]
- AT 395724 B [0019]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **GRUNDLAGENARTIKEL.** Was ist neu an den neuen Fasern der Gattung Lyocell?. *Lenzinger Berichte*, vol. 9 (94), 37-40 [0014]
- Strukturbildung von Cellulosefasern aus Aminoxidiösungen. *Lenzinger Berichte*, vol. 9 (94), 31-35 [0019]