

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

**PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE**

(10) FI 915573 A7

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

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application **915573**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
D01F 2/08
D01F 1/00
D01F 2/02
C08B 1/00

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **26.11.1991**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **26.11.1991**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **08.06.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

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

07.12.1990 AT 2482/90

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Lenzing Aktiengesellschaft, Werkstrasse 1, 4860 Lenzing, ITÄVALTA, (AT)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

**1 •Eichinger, Dieter, Vöcklabruck, ITÄVALTA, (AT)
2 •Jurhovic, Raimund, Österreich, ITÄVALTA, (AT)
3 •Astegger, Stefan, Österreich, ITÄVALTA, (AT)
4 •Firgo, Heinrich, Vöcklabruck, ITÄVALTA, (AT)
5 •Hinterholzer, Peter, Österreich, ITÄVALTA, (AT)
6 •Weinzierl, Karin, Österreich, ITÄVALTA, (AT)
7 •Zikeli, Stefan, Regau, ITÄVALTA, (AT)**

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Menetelmä selluloosamuotokappaleiden valmistamiseksi

Förfarande för framställning av cellulosaformkroppar

Menetelmä selluloosamuotokappaleiden valmistamiseksi

Käsiteltävänä oleva keksintö koskee menetelmää selluloosamuotokappaleiden valmistamiseksi selluloosan liuoksesta N-metyylimorfoliini-N-oksidissa (NMMO) ja vedessä siten, että muodostetaan liuos ja saostetaan sitten selluloosa saostushauteesta, joka sisältää vettä ja NMMO:ta.

Esim. US-patenttijulkaisusta 4 196 282 on tunnettua valmistaa selluloosaliuos N-metyylimorfoliini-N-oksidissa (seuraavassa lyhennettynä NMMO) ja vedessä. Selluloosaliuoksia tarvitaan esim. valmistettaessa selluloosakuituja tai muita selluloosaan pohjautuvia muotokappaleita. Tällöin liuos ekstrudoidaan kehrusuulakkeiden kautta saostushauteeseen. NMMO:n ja veden seoksen käyttöön liuottimena liittyy erilaisia etuja; ensisijaisesti on tähdennettävä sitä, että voidaan käyttää (lähes) suljettua liuotinkiertoa, jolloin ympäristökuormitus voidaan pitää erittäin pienenä.

NMMO-prosessissa koaguloidaan NMMO:hon ja veteen liuotettu selluloosa NMMO-pitoisessa saostushauteessa. Sitten kuidut pestään, pesuvesi palautetaan saostushauteeseen ja saostushaude haihdutetaan kuiviin. Tisle käytetään kuitujen pesuun (ks. yllä) ja NMMO-konsentraatti käytetään uuden liuoksen valmistukseen.

NMMO-konsentraatio saostushauteessa rajoitettiin aikaisemmin n. 20 - 25 %:iin, koska suuremmat konsentraatiot huonontavat kuitujen tekstiilimekaanisia ominaisuuksia. On kuitenkin toivottu voitavan lisätä saostushauteen NMMO-konsentraatiota vähentämään myöhemmin saostushauteesta haihdutettavan veden määrää.

Käsiteltävänä olevan keksinnön tehtävänä onkin tarjota alussa mainitunlaatuinen menetelmä siten, että saostushauteen suurillakin NMMO-konsentraatioilla voidaan säilyttää hyvät kuituominaisuudet.

Tämä tehtävä on keksinnönmukaisesti ratkaistu siten, että saostushauteen lämpötila on korkeintaan 0 °C.

On nimittäin yllättäen havaittu, että saostushauteessa voidaan käyttää NMMO-konsentraatioita yli 40 % las-
kemalla saostushauteen lämpötila alle 0 °C.

Yllä esitettyjen väitteiden tukemiseksi keksintöä verrataan seuraavissa esimerkeissä tekniikan tasoon.

Esimerkit 1 - 6

2 276 g selluloosaa (kiintoaine- eli kuiva-ainepitoisuus 94 %, DP = 750 (DP = keskimääräinen polymerointiaste), alfa = 98 %) ja 0,02 % gallushappopropyyliesteriä suspendoitiin 2 6139 g:aan N-metyylimorfoliini-N-oksidin 60-prosenttista vesiliuosta ja sitten poistettiin 9 415 g vettä tislamalla 2 tuntia 100 °C:ssa ja vakuuissa 50 - 300 mbar. Tällä tavoin syntyneen kehruuliuksen koostumus oli seuraava: selluloosaa: 10 %, vettä: 12 %, NMMO:ta 78 %. Liuos puristettiin suulakkeen läpi, jossa oli 589 reikää (suulakereikien läpimitta 130 µm). Kehruulämpötila oli tällöin 75 °C. Kun muodostuneet kuidut oli venytetty ilmaraossa, ne saostettiin NMMO-pitoisesta saostushauteesta. Lankanumero, saostushauteen NMMO-konsentraatio ja saostushauteen lämpötila yksittäisissä esimerkeissä ilmenevät taulukosta 1. Tästä taulukosta ilmenevät myös kulloisetkin kuituominaisuudet. Tällöin FFK on kuitulujuus (ilmastoituna), FDK on kuituvenymä (ilmastoituna) ja SF on lenkkilujuus.

Taulukko 1

Esimerkki	Lankanumero	dtex	Konsentraatio saostushauteessa %	Saostus- haute- lämpöt. °C	FFK cN/tex	FDK %	SF cN/tex
30	1	1,62	0	15	47,8	10,9	18,1
	2	1,65	21	11	46,4	11,4	17,8
35	3	1,62	40	14	41,4	8,6	12
	4	1,63	19,5	0	49	12,4	19,5
	5	1,68	30	-2,1	47,1	11,8	19,5
	6	1,85	40	-1,3	45,5	12,2	21,9

Esimerkit 1 ja 2 vastaavat tekniikan tasoa; saostushauteessa käytettiin puhdasta vettä (esimerkki 1) tai vettä, jossa oli n. 20 % NMMO:ta (esimerkki 2); saostushaudeämpötilat olivat suhteellisen korkeita (15 °C ja vastaavasti 11 °C). Näistä saostushauteista saostettujen selluloosakuitujen ominaisuudet olivat tyydyttäviä. Esimerkissä 3 yritettiin lisätä saostushauteen NMMO-konsentraatio 40 %:iin, mutta tämä huononsi selvästi kuidun ominaisuuksia.

Esimerkit 4 - 6 ovat keksinnön mukaisia esimerkkejä eli lämpötilat olivat korkeintaan 0 °C. Kuten näistä esimerkeistä voi havaita, NMMO-konsentraation lisääminen saostushauteessa vaikuttaa näissä lämpötiloissa olennaisesti vähemmän kuidun ominaisuuksiin; niinpä esim. kuidut esimerkissä 5 ovat täysin yhtä hyviä kuin kuidut esimerkissä 1.

Patenttivaatimus:

Menetelmä selluloosamuotokappaleiden valmistamiseksi selluloosan liuoksesta N-metyylimorfoliini-N-oksidiassa (NMMO) ja vedessä siten, että muodostetaan liuos ja saostetaan sitten selluloosa vettä ja NMMO:ta sisältävästä saostushauteesta, t u n n e t t u siitä, että saostushauteen lämpötila on korkeintaan 0 °C.



Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer,
utläggnings- och patentskrifter:

FI

CH

DE

DK

FR

GE

NO

SE

US P 4/1126678 (C08J 13/04) / P 3767756
(D01g 7/00)

Merkitse hakemis- ja kuulutus- (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

EP

WO

Muita julkaisuja - Andra publikationer:

R. A. J. J. J.
Allerirjoitus