

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 232 298 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:

03.03.2004 Patentblatt 2004/10

(51) Int Cl.7: **D01F 2/00**, D01D 5/06

(86) Internationale Anmeldenummer:

PCT/DE2000/003817

(21) Anmeldenummer: **00988552.6**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:

(22) Anmeldetag: **28.10.2000**

WO 2001/034885 (17.05.2001 Gazette 2001/20)

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG VON CELLULOSEFASERN UND CELLULOSEFILAMENTGARNEN**

METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING CELLULOSE FIBRES AND CELLULOSE FILAMENT YARNS

PROCEDE ET DISPOSITIF POUR LA PRODUCTION DE FIBRES CELLULOSIQUES ET DE FILS CONTINUS CELLULOSIQUES

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

(72) Erfinder:

- **MICHELS, Christoph**
07407 Rudolstadt (DE)
- **KOSAN, Birgit**
07407 Rudolstadt (DE)

(30) Priorität: **10.11.1999 DE 19954152**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:

21.08.2002 Patentblatt 2002/34

(74) Vertreter: **Brandenburg, Thomas, Dr.**

Brandenburg, Dunkelberg & Franke
Lindenstrasse 1
53773 Hennef (DE)

(73) Patentinhaber: **THÜRINGISCHES INSTITUT FÜR TEXTIL- UND KUNSTSTOFF-FORSCHUNG e.V.**
07407 Rudolstadt-Schwarza (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A- 0 574 870
WO-A-96/30566

WO-A-96/20300
DE-A- 19 744 371

EP 1 232 298 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 Cellulosefasern oder Cellulosefilamentgarnen aus Zellstoff nach dem Trocken-Naßextrusionsverfahren mit wässrigen Aminoxiden, insbesondere N-Methylmorpholin-N-oxid, als Lösungsmittel, bei dem man a) Zellstoff oder eine Zellstoffmischung mit einem Cuoxam-DP zwischen 250 und 3000 in wässrigem Aminoxid dispergiert, b) die erhaltene Dispersion bei erhöhter Temperatur unter Wasserentzug und Scherung in eine homogene Lösung mit einer Nullscherviskosität im Bereich von 600 bis 6000 Pa·s bei 85°C überführt, c) die Lösung wenigstens einer Spinn Düse zuführt, d) die Lösung in jeder Spinn Düse zu wenigstens einer Kapillare verformt und die Kapillare(n) einer jeden Düse unter Verzug durch ein nicht-ausfällendes Medium und anschließend unter Ausfällung der Cellulosefäden durch eine Fällbadstrecke führt und e) die Cellulosefäden an dem Ende des Fällbadstrecke durch Ablenkung von den Fällbadströmen trennt und die Fäden abzieht. Die Erfindung betrifft ferner eine Vorrichtung zur Herstellung von Cellulosefasern oder -filamentgarnen aus Zellstoff nach dem Trocken-Naßextrusionsverfahren mit wässrigen Aminoxiden als Lösungsmittel, mit einem Spinnpaket mit einer Spinn Düsenplatte und Spinn Düsen, einem Fällbad mit zwei durch eine Fällbadpumpe verbundenen Behältern, einem Spalt zwischen den Spinn Düsen und der Fällbadoberfläche in dem oberen der beiden Behälter, und wenigstens einer Abzugsgalette.

[0002] Aus den US-Patenten 4 246 221 und 4 416 698 ist das Lösen von Cellulose in wasserhaltigen tertiären Aminoxiden, das Verformen dieser Lösungen in Spinnkapillaren unter minimaler Scherung, das Verziehen der Lösungsstrahlen in einem großen Luftspalt bei geringer Dehngeschwindigkeit, das Füllen der Cellulose durch ein wäßriges, Aminoxid haltiges Spinnbad und Abziehen der Cellulosefäden über eine Galette beschrieben. Es wird auch auf das Problem des Verklebens der Fäden im Luftspalt hingewiesen und eine oberflächliche Befeuchtung der Fäden über eine Walze vorgeschlagen.

Zur Vermeidung des Verklebens der Fäden im Luftspalt wird in der DD-A 218 121 der Zusatz von Polyalkylenether zur Spinnlösung vorgeschlagen.

Im US-Patent 5 417 909 wird ein Verfahren beschrieben, das die Lösung unter mittlerer bis hoher Scherung in den Spinnkapillaren verformt, die Lösungsstrahlen in einem kurzen Luftspalt unter mittlerer bis hoher Dehngeschwindigkeit verformt, die Cellulose ausfällt und die Fäden bzw. Fadenschar über einen Spinntrichter im Gleichstrom erfaßt und transportiert. Der relativ kurze Luftspalt wirkt dem Verkleben entgegen und gestattet das Spinnen mit Kapillardichten bis 3 K/mm².

Die WO 96/20300 beschreibt die Zusammenhänge, die sich aus dem Abstand zwischen zwei Spinnkapillaren und dem Weg zwischen Spinn Düse und Bündelungselement einerseits und dem Luftspalt andererseits ergeben und beansprucht eine Vorrichtung zum Abziehen von Cellulosefasern unter einem Winkel < 45°. In der EP-A 0 832 995 wird schließlich eine Vorrichtung mit schwenkbarem Bündelungselement beansprucht, die gewährleistet, daß bei kleinem Luftspalt der Winkel zwischen den äußersten Filamenten und der Mittelsenkrechten auf der Düse 20° nicht übersteigt.

Zum Erhöhen der Kapillardichte beanspruchen die EP-A 0 584318 und 0 671492 das Anblasen der Fäden im Luftspalt bzw. eine Vorrichtung zum Zuführen der Kühlgase. Im EP 795052 wird zum Kühlen die Verwendung von Luft mit definiertem Wassergehalt vorgeschlagen. Die WO 94/28218 beansprucht ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Anblasung im Luftspalt und die WO 96/21758 schließlich das Anblasen in zwei Zonen.

Alle Verfahren und Vorrichtungen verfolgen das Ziel, beim Spinnen von Fasern mit einem hinreichenden Luftspalt und einer möglichst großen Spinn Düse hoher Kapillardichte eine sehr gute Spinn sicherheit zu erlangen. Beim Erspinnen von Cellulosefilamentgarnen sind die Forderungen hinsichtlich Kapillardichte geringer, die feinheitsbedingte Begrenzung der Düsendgröße führt aber zu deutlich höheren Anforderungen an die Abzugsgeschwindigkeit.

[0003] In allen Verfahren steht die berührungslose Führung der Filamente durch einen Luftspalt, ein Abkühlen und/oder oberflächliches Ausfällen der Cellulose im Luftspalt durch Anblasen mit feuchten Gasen und die Länge des Luftspaltes im Vordergrund. Der Weg, den der Faden im Spinnbad zurücklegen muß und die dadurch bedingte Reibungskraft, bleibt weitgehend unberücksichtigt. So führt das Schwenken des Bündelungselementes im EP-A 0 832 995 zu einer deutlichen Vergrößerung des Spinnbadweges beim Verringern des Winkels zwischen den Filamenten. Teilweises Ausfällen der Cellulose im Luftspalt durch Anblasen mit feuchter Luft erschwert die Orientierung erheblich. Nur im USP 5 417 909, wo die Fäden mittels Spinntrichter durch ein in gleicher Richtung strömendes Bad geführt werden, trägt man diesem Umstand Rechnung. Die Reibungskraft Faden/Spinnbad nimmt aber mit dem Weg und der Fadengeschwindigkeit signifikant zu und führt zu einer Abnahme der mechanischen Faserwerte. Beim Erspinnen von Fasern versucht man diesen Umstand durch geringe Abzugsgeschwindigkeiten auszugleichen.

Beim Erspinnen von Filamentgarnen nach USP 5 868 985 wird eine in Fadenrichtung strömende Fällbadstrecke von 0,5 - 8 cm vorgeschlagen, um mit hohen Abzugsgeschwindigkeiten arbeiten zu können. Diese Anordnung arbeitet mit einem Luftspalt von 18 cm, ist nur für ein Einfachspinnen mit sehr geringen Kapillardichten, nach den Beispielen nur für Monofile, geeignet.

[0004] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens und einer Vorrichtung der eingangs genannten Art, durch die bei hoher Kapillardichte, Spinn sicherheit und Abzugsgeschwindigkeit das Erspinnen von

Fasern und das Mehrfachsplennen von Filamentgarnen mit guten mechanischen Fasereigenschaften möglich ist. Insbesondere soll die Gleichmäßigkeit und Gleichheit der Volumenströme durch jede Düse gegenüber den bekannten Verfahren gesteigert werden. Ferner sollen die genannten Ziele ohne das Anblasen der extrudierten Kapillaren im Luftspalt durch Kühlluft oder dergl. erreicht werden. Weitere Vorteile ergeben sich aus der folgenden Beschreibung.

[0005] Diese Aufgabe wird bei dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man die Dispersion in Stufe b) in eine Lösung mit einer Relaxationszeit in dem Bereich von 0,3 bis 50 s bei 85°C überführt und die Lösung in der Stufe c) durch eine der bzw. den Düse(n) gemeinsame Anströmkammer leitet, in der ihre Verweilzeit wenigstens gleich ihrer Relaxationszeit bei der Spinn temperatur ist. Die bevorzugte Relaxationszeit bei 85°C liegt in dem Bereich von 1 bis 5 s.

[0006] Spinnlösungen von Cellulose in einem Wasser enthaltenden Aminoxid besitzen ein stark ausgeprägtes viskoelastisches Verhalten. Das hat zur Folge, daß ein erheblicher Teil der zum Transport bzw. zur Verformung der Spinnlösung im Spinnkanal notwendigen Energie elastisch gespeichert wird und nach Aufheben des äußeren Zwanges während der Relaxationszeit zu einer Rückverformung führt. Durch die die Relaxationszeit λ_m übersteigende Verweilzeit in der Anströmkammer tritt vollständige Relaxation ein und damit liegt oberhalb jeder Düse die Nullscherviskosität vor, und der anliegende Druck führt zu einem gleichen Volumenstrom durch jede Düse.

[0007] Die Bestimmung der Relaxationszeit aus rheologischen Daten der Celluloselösung ist in der Literatur ausführlich beschrieben (Ch. Michels, Das Papier, (1998) 1, S. 3-8). In der Praxis liegen bei den Lösungen Relaxationszeitspektren vor, da die Cellulose eine Verteilung der Molmassen aufweist. In Figur 1 sind die Relaxationszeitspektren, d.h. die relative Häufigkeit H^* der Relaxationszeit λ von vier Lösungen unterschiedlicher Zellstoffe dargestellt. Die Relaxationszeit λ_m ist die beim relativen Häufigkeitsmaximum vorliegende Relaxationszeit.

[0008] Bei einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens unterwirft man den Zellstoff bzw. die Zellstoffmischung einer enzymatischen Vorbehandlung. Hierdurch nimmt bei bestimmten Zellstoffen die Uneinheitlichkeit der Molmasseverteilung ab. Bei einem Fichtensulfit-Zellstoff wird z.B. die bimodale Verteilung in eine monomodale Verteilung umgewandelt.

[0009] Bei einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann man zum Herstellen der Zellstoffmischung zunächst einen Zellstoff mit einem Cuoxam-DP in dem Bereich von 600 bis 3000 in Wasser dispergieren, anschließend einen Zellstoff mit einem Cuoxam-DP in dem Bereich von 250 bis 600 zusetzen und ebenfalls dispergieren und dann die Zellstoffmischung nach Abtrennung von Wasser pressfeucht in Stufe a) einsetzen. Durch die Zumischung eines hochmolekularen Zellstoffanteils kann das Relaxationszeitmaximum erhöht werden, wodurch eine Vergrößerung der Spaltbreite möglich wird, wie weiter unten noch näher dargelegt wird.

[0010] Zweckmäßigerweise führt man die extrudierten Kapillaren einzeln und weitgehend parallel durch das nicht-ausfällende Medium und dann durch eine weniger als 20 cm lange Fällbadstrecke. Dabei sind die Spinn düsen und weiter unten noch näher erläuterte Fadenleitelemente so angeordnet, daß die Fäden ohne gegenseitige Berührung im wesentlichen parallel durch die kurze Fällbadstrecke geleitet werden und die Reibung zwischen Faden und Fällbad signifikant vermindert wird. Vorzugsweise ist die Fällbadstrecke kleiner als 5 cm. Die Fällbadmenge, die sich zum Füllen und Transportieren der Fäden im Umlauf befindet, ist mit 1,5 bis 7 l/Düse gering.

[0011] Vorzugsweise lenkt man die Cellulosefäden in der Stufe e) um einen Winkel $\beta > 10^\circ$ aus den Fällbadströmen ab und zieht die Fäden mit einer Fadenspannung von maximal 5 cN/tex ab. Die Fäden trennen sich durch das Ablenken um den Winkel β von den laminaren fallenden Fällbadströmen und werden durch die Abzugsgalette unter dieser Fadenspannung erfaßt und auf die gewünschte Abzugsgeschwindigkeit v_a eingestellt. Der abgezogene Faden kann einzeln als Filamentgarn gewaschen, aviviert und getrocknet werden oder über Fadenführer zum Fadenkabel vereinigt, gewaschen, geschnitten und als Faser gewaschen, nachbehandelt aviviert und getrocknet werden.

[0012] Die Aufgabe wird ferner bei der eingangs genannten Vorrichtung erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß oberhalb der Spinn düsenplatte mit den in einer oder mehreren Reihen oder Gruppen angeordneten Spinn düsen eine gemeinsame Anströmkammer angeordnet ist, deren Volumen der Beziehung

$$V \geq \dot{V}_L \cdot \lambda_m \quad (I)$$

genügt, worin V das Volumen der Anströmkammer in cm^3 , $\dot{V}_L$ den Volumenstrom der Celluloselösung in cm^3/s und λ_m die Relaxationszeit der Spinnlösung am Häufigkeitsmaximum des Relaxationszeitspektrums in s bedeuten. Die Relaxationszeit λ_m ist eine für die Lösung spezifische Größe, deren Ermittlung in dem genannten Aufsatz von Ch. Michels, insbesondere in dem Absatz "Versuchsdurchführung" auf den Seiten 3 und 4 beschrieben ist. Bei dieser Dimensionierung des Kammervolumens erreicht die Gleichmäßigkeit des Volumenstroms der Spinnlösung, die über eine Spinnpumpe zwei oder mehreren der genannten Spinn düsen zugeführt wird, ein Optimum.

[0013] Nach einem weiteren Aspekt der Erfindung ist die eingangs genannte Vorrichtung erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, daß die Breite des Luftspaltes und die Relaxationszeit der Spinnlösung die Beziehung erfüllen:

$$a \geq \left[5 + 16 \cdot \lambda_m^{0,6} \right] \cdot e^{0,002 v_a} \quad (II)$$

in der a die Spaltbreite in mm, λ_m die Relaxationszeit der Spinnlösung am Häufigkeitsmaximum des Relaxationszeitspektrums in s und v_a die Abzugsgeschwindigkeit in m/min bedeuten. Wie aus der Beziehung ersichtlich ist, besteht zwischen der Relaxationszeit λ_m und der Luftspaltbreite eine Korrelation derart, daß mit zunehmender Relaxationszeit λ_m die Luftspaltbreite vergrößert werden kann, ohne daß die Kapillardichte der Düse oder die Abzugsgeschwindigkeit verringert werden muß oder die Spinnbarkeit beeinträchtigt wird. Bei gegebenem Kapillardurchmesser kann daher mit zunehmender Relaxationszeit der Luftspalt vergrößert werden, d.h. der für eine hohe Faserqualität bei guter Spinnbarkeit (geringe Dehngeschwindigkeit, keine Verklebungen des Kapillaren) erforderliche Luftspaltbreite kann über die Relaxationszeit der Lösung eingestellt werden.

[0014] Vorzugsweise genügen die Dimensionierungen der Spinn Düsen, der Spaltbreite und der Fällbadstrecke der Beziehung

$$x \geq \frac{a+w}{w} \cdot 4D \quad (III)$$

in der x der Abstand zwischen zwei benachbarten Düsenlöchern, a die Luftspaltbreite, w die Länge der Fällbadstrecke und D den Düsenlochdurchmesser bedeuten. Zur näheren Erläuterung der einzelnen Größen wird auf die Figur 6 hingewiesen.

[0015] Bei der bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind in den Boden des oberen Badbehälters vorzugsweise aus Keramik bestehende Fadenleitelemente eingesetzt. Diese Fadenleitelemente stellen Durchbrechungen des Behälterbodens dar, durch die die ausgefällten Fadenscharen zusammen mit Fällbadströmen den oberen Fällbadbehälter verlassen. Die Fadenleitelemente führen zu einem Abfluß des Fällbades in laminaren Teilströmen, die die einzelnen Fadenbündel selbständig erfassen und beschleunigen. Spinn Düsen und Fadenleitelemente haben zweckmäßigerweise die gleiche Anordnung. Die Fäden können ohne gegenseitige Berührung die Fällbadstrecke passieren und nahezu parallel von der Abzugsgalette bzw. Abzugswalze aufgenommen werden. Zweckmäßigerweise sind die Fadenleitelemente in Reihen oder Gruppen angeordnet. In der Düsenplatte sind Spinnhütchen z.B. mit einem Durchmesser von 12,5 oder 20 mm in einer (vorzugsweise Filamente) oder mehreren Reihe(n) (vorzugsweise Fasern) so angeordnet, daß die Projektion der Fäden jeweils auf eine Linie führt und die Fäden nahezu parallel von der Abzugswalze bzw. -galette aufgenommen werden können. Beim Faserspinnen sind z.B. auf 90 bzw. 250 mm² Düsenfläche pro Hütchen vorzugsweise 360 bzw. 1020 oder mehr Kapillaren angeordnet. Die Kapillardichte liegt damit bei etwa 4/mm² oder mehr.

[0016] Zweckmäßigerweise besitzen die Spinn Düsen eine Hütchenform und ist die mit den Spinnkapillaren besetzte Düsenfläche gleich oder kleiner als die Eintrittsfläche der Fadenleitelemente. Hierdurch werden die Fäden im wesentlichen parallel zueinander ohne gegenseitige Berührung durch das Fällbad transportiert.

[0017] Vorzugsweise haben die Fadenleitelemente ein Verhältnis der Durchmesser von Eintrittsfläche und Austrittsfläche $E/e \geq 1$ und ist ihre Kante am Austritt abgerundet. Diese Fadenleitelemente kommen vorzugsweise für die Faserherstellung zum Einsatz. Sie erstrecken sich im allgemeinen wenigstens über die gesamte Dicke des Behälterbodens. Sie haben eine Höhe h von 2 bis 20 mm.

[0018] Bei einer anderen Ausführungsform weisen die Fadenleitelemente ein Verhältnis von Höhe zu lichtigem Durchmesser der Austrittsfläche $h/e < 1$ auf und sind ihre Kanten am Ein- und Austritt abgerundet. Diese Fadenleitelemente kommen für die Filamentgarnherstellung zum Einsatz und haben im allgemeinen eine Höhe von h von 2 bis 5 mm. Der Eintrittsdurchmesser E in das Fadenleitelement oder die zugehörige Bodenplattenöffnung liegt im allgemeinen in dem Bereich von 12 bis 20 mm. Der Durchmesser e auf der Austrittsseite des Fadenleitelements liegt im allgemeinen in dem Bereich von 4 bis 10 mm. Die Oberflächenstruktur der Fadenleitelemente ist so beschaffen, daß zwischen ihren Oberflächen und dem passierenden Faden und Fällbad minimale Reibung entsteht. Diesem Ziel dienen auch die abgerundeten Kanten.

[0019] Vorzugsweise weist der obere Badbehälter eine Zulauföffnung auf, der eine Beruhigungskammer vorgeschaltet ist. Die Beruhigungskammer kann z.B. eine mit Füllkörpern gefüllte Strömungstrecke und eine anschließende füllkörperfreie, d.h. leere Strömungstrecke umfassen. In der Beruhigungskammer wird das umgepumpte Fällbad soweit verlangsamt, daß es im wesentlichen laminar in den Fällbadbehälter eintritt.

[0020] Zweckmäßigerweise hat der obere Fällbadbehälter wenigstens einen Überlauf, dessen Überlaufhöhe einstellbar ist. Durch die Verschiebung des oder der Überläufe in vertikaler Richtung kann die Fällbadstrecke verändert werden, wodurch sich weitere Vorteile, insbesondere beim Anspinnen ergeben.

[0021] Vorzugsweise ist ferner die Position des oberen Fällbadbehälters gegenüber dem Spinnpaket vertikal ver-

stellbar. Hierdurch und auch durch Verschiebung des Überlaufs in vertikaler Richtung kann die Luftspaltbreite verändert werden.

[0022] Ferner kann die unterhalb des oberen Fällbadbehälters angeordnete Abzugsgalette vertikal und/oder horizontal verstellt werden. Hierdurch kann insbesondere der Winkel β der Ablenkung der Fäden aus den fallenden Fällbadströmen verändert werden.

[0023] Das erfindungsgemäße Verfahren und die Vorrichtung werden nun an Hand der Zeichnung und durch die Beispiele näher erläutert. Es zeigen

Figur 1 eine graphische Darstellung des Relaxationszeitspektrums für vier verschiedene Celluloselösungen;

Figur 2 die schematische Darstellung einer Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens;

Figur 3 die schematische Draufsicht der in Figur 2 gezeigten Vorrichtung;

Figur 4 einen Axialschnitt einer Ausführungsform des Fadenleitelements bevorzugt für die Fasererspinnung;

Figur 5 einen Axialschnitt einer weiteren Ausführungsform des Fadenleitelements bevorzugt für die Filamenterspinnung; und

Figur 6 eine geometrische Darstellung des Spinnvorgangs zur Erläuterung einzelnen geometrischen Größen der Beziehung (III).

[0024] Figur 1 zeigt die relative Häufigkeit H^* über der Relaxationszeit von vier Celluloselösungen in wässr. N-Methylmorpholin-N-oxid aus unterschiedlichen Zellstoffen, deren Einzelheiten aus der in Figur 1 enthaltenen Tabelle ersichtlich sind. Darin bedeuten λ_m die Relaxationszeit am Häufigkeitsmaximum in s, DP den Polymerisationsgrad (Cuoxam), η_0 die Nullscherviskosität der Lösung in Pa·s und c die Cellulosekonzentration der Lösung in %. Die in den Beziehungen (I) und (II) angegebene Relaxationszeit λ_m , die mit der Luftspaltbreite korreliert, ist die beim relativen Häufigkeitsmaximum vorliegende Relaxationszeit. Die Lösung p9915102 enthält eine Zellstoffmischung, bei der die Relaxationszeit eines Fichten-Sulfitzellstoffs (Cuoxam-DP 470; $\lambda_m = 1,6$ s) durch Zumischen eines hochmolekularen Zellstoffanteils auf $\lambda_m = 2,1$ s angehoben wurde.

[0025] Figur 2 zeigt die Spinnvorrichtung mit einem oberen Fällbadbehälter 1, einem unteren Fällbadbehälter 2 und einem Spinnpaket 3. Das Spinnpaket 3 umfaßt eine Stützplatte mit Filter 4, eine Anströmkammer 5 und mehrere Spindüsen 6, die austrittsseitig von der Fällbadoberfläche 7 einen den Luftspalt bildenden Abstand haben. Der Boden 10 des oberen Fällbadbehälters 1 ist verstärkt ausgebildet und entsprechend der Anordnung der Düsen 6 mit mehreren Fadenleitelementen 11 bestückt, durch die die Fadenbündel 12 zusammen mit Fällbadströmen aus dem Behälter 1 austreten.

[0026] Unterhalb des Behälters 1 ist eine vertikal und horizontal verschiebbliche Abzugsgalette 13 angeordnet, die die Fadenbündel aller Fadenleitelemente 11 aus den Fällbadströmen 14 unter einem Winkel β ablenkt und unter geeigneter Zugspannung aufwickelt. Die Fällbadströme 14 gelangen in den unteren Behälter 2 und werden mittels Pumpe 15 über die Leitung 16 in den oberen Fällbadbehälter 1 zurückgepumpt. Es ist ersichtlich, daß die von den Fadenbündeln 12 passierte Fällbadstrecke w bis an die Stelle unter den Fadenleitelementen 11 reicht, wo sich die Fadenbündel 12 von den Fällbadströmen 14 trennen. Die Leitung 16 mündet zunächst in eine teilweise mit Füllkörpern gefüllte Beruhigungskammer 18, aus der die Fällbadflüssigkeit durch die Öffnung 19 in den Behälter 1 einströmt.

[0027] Aus der Draufsicht der Figur 3 ist ersichtlich, daß die Fadenleitelemente in dem Boden 10 versetzt angeordnet sind und die Fadenbündel 12 nebeneinander auf die Abzugsgalette 13 auflaufen.

[0028] Figur 4 zeigt das aus Keramik bestehende Fadenleitelement 11 für ein Faserbündel. Wie ersichtlich verengt sich der lichte Querschnitt des Elements in Strömungsrichtung. Dies gilt auch für das Fadenelement nach Figur 5, das zur Erfassung eines Filamentgarns vorgesehen ist. Die bevorzugte Abrundung der Kanten der Fadenleitelemente 11 sind in den Figuren nicht dargestellt. Die Fadenbündel trennen sich sogleich nach Passieren der Fadenleitelemente von dem Fällbadstrom.

[0029] Figur 6 zeigt schematisch die in der Beziehung (III) enthaltenen geometrischen Größen. Dabei bedeuten die Bezugswerte $6'$ zwei Düsenlöcher mit dem Lochdurchmesser D. d bedeutet den mittigen Abstand der Kapillaren auf der Austrittsseite des Düsenloches $6'$. x ist der Abstand zwischen den beiden Kapillaren, und d' ist der mittige Abstand der Kapillaren beim Eintritt in das Spinnbad. P ist der Punkt, an dem sich das Faserbündel von dem Fällbadstrom trennt. β ist der Ablenkwinkel, unter dem diese Trennung erfolgt, β^* ist der (sehr kleine) Winkel zwischen zwei benachbarten Fäden im Fällbad.

Beispiel 1

[0030] In einem Rührbehälter werden 0,49 kg eines enzymatisch vorbehandelten Fichtesulfitzellstoff (Cuoxam-DP 580, Trockengehalt 44,9 %) in 2,6 kg NMMO (Trockengehalt 65,0 %), welches 0,44 g Stabilisator enthält, suspendiert und bei 90°C und 500 bis 25 mbar unter Scherung 0,93 kg Wasser abdestilliert. Die entstehende Celluloselösung der Zusammensetzung 10 % Cellulose, 78,5 % NMMO und 11,5 % Wasser enthält keine mikroskopisch sichtbaren Partikel und weist nach der Partikelanalyse durch Laserbeugung (vergl. B. Kosan; Ch. Michels Chemical Fibers International 49 [1999] s. 50 - 54) einen Gehalt von 19 ppm mit einem Partikeldurchmesser $< 9 \mu\text{m}$ aus. Die Nullscherviskosität der Lösung betrug 3450 Pas, ihre Relaxationszeit 4,1 s. Über eine Spinnpumpe (1,2 ml/U, 25,8 Upm) gelangten 31 ml/min Spinnlösung in den Anströmraum einer Filamentgarnspinnstelle mit 2 in Reihe angeordneten Hütchendüsen von 12,5 mm Durchmesser mit jeweils 30 Spinnkapillaren von $130 \mu\text{m}$ ($L/D \approx 1$). Die Verweilzeit im Anströmraum mit 5,4 cm $\varnothing$ und 0,4 cm Höhe betrug $4,3 \lambda_m$. Die Spinnlösung wurde unter einer Scherung von 39 900 1/s in den Spinn Düsen zur Fadenschar verformt, in einem Luftspalt von 35 mm Länge mit einer Dehngeschwindigkeit von 220 1/s im Verhältnis 12,9 verzogen, die Cellulose im vertikalen Fällbad mit einer Länge von 3,5 cm ausgefällt, die Fäden durch 2 Fadenleitelemente gemäß Figur 5 ($e = 5 \text{ mm}$, $h = 4 \text{ mm}$) im Boden ($E = 13 \text{ mm}$) des oberen Spinnbadkastens transportiert, unter einem Winkel von 40° aus den nahezu laminar strömenden Fällbadstrahlen ausgelenkt, parallel unter einer Fadenspannung von $\sim 2,5 \text{ cN/tex}$ der Abzugsgalette zugeführt, mit einer Geschwindigkeit von 500 m/min abgezogen und anschließend unter einer Fadenspannung $\leq 1,25 \text{ cN/tex}$ gewaschen, getrocknet, aviviert und aufgespult. Die Filamentgarne sind durch folgende Parameter gekennzeichnet:

Feinheit	40 dtex (30)
Reißfestigkeit	43,7 cN/tex
Variationskoeffizient	2,3 %
Reißdehnung	8,5 %
Knotenreißkraft	34,1 cN/tex
Uster (träge)	0,1 %

Beispiel 2

[0031] 0,18 kg eines Baumwoll-Linters-Zellstoff (Cuoxam-DP 1907) werden mit einem Leitstrahlmischer im Verhältnis 1:20 mit Wasser unter Scherung aufgeschlagen. Zur homogenen Suspension gibt man unter weiterer Scherung langsam 4,20 kg eines Fichtesulfitzellstoffes (Cuoxam-DP 450). Über eine Saugpresse trennt man die Cellulosemischung ab.

In einen Rührbehälter trägt man die Cellulosemischung und 30,42 kg NMMO (Trockengehalt 84 %), dessen Alkalität durch Zugabe von NaOH auf einem pH-Wert von 11,2 eingestellt war, ein. Unter Temperatur, Vakuum und Scherung werden 7,69 kg Wasser abdestilliert, wobei die Suspension in eine klare Lösung der Zusammensetzung 13,0 % Cellulose, 75,9 % NMMO und 11,1 % Wasser mit einer Nullscherviskosität von 3850 Pas und einer Relaxationszeit von 3,1 s übergeht.

Über eine Spinnpumpe (4,8 ml/U, 32,7 Upm) gelangten 157 ml/min Spinnlösung in den Anströmraum einer Filamentgarnspinnstelle mit 4 in Reihe angeordneten Hütchendüsen von $20 \varnothing$ mit jeweils 90 Spinnkapillaren von $120 \mu\text{m}$ ($L/D \sim 1$). Die Verweilzeit im Anströmraum von $13,0 \times 4,0 \times 0,35 \text{ cm}$ betrug $2,3 \lambda_m$. Die Spinnlösung wurde unter einer Scherung von 42 900 1/s in den Spinn Düsen zur Fadenschar verformt, in einem Luftspalt von 28 mm Länge und einer Dehngeschwindigkeit von 245 1/s im Verhältnis 11,7 verzogen, die Cellulose in einer vertikalen Fällbadstrecke von 4,0 cm ausgefällt, durch 2 Fadenleitelemente gemäß Figur 5 ($e = 7 \text{ mm}$, $h = 4 \text{ mm}$) im Boden ($E = 18 \text{ mm}$) des oberen Spinnbadkastens transportiert, unter einem Winkel von 50° aus den Fällbadströmen ausgelenkt, parallel unter einer Fadenspannung von $\sim 3 \text{ cN/tex}$ einer Abzugsgalette zugeführt, mit 450 m/min abgezogen und anschließend unter einer Fadenspannung $\leq 1,5 \text{ cN/tex}$ gewaschen, getrocknet, aviviert und aufgespult.

Die Filamentgarne hatten folgende Eigenschaften:

Feinheit	150 dtex f (90)
Reißfestigkeit	41,7 cN/tex
Variationskoeffizient	3,2 %
Reißdehnung	9,1 %
Knotenreißkraft	28,9 %
Uster (träge)	0,1 %

Beispiel 3

[0032] 7,66 kg/h enzymatisch aktivierter und stabilisierter Fichtesulfitzellstoff (Cuoxam-DP 480, Trockengehalt 50,0 %) und 29,0 kg/h N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO, Trockengehalt 84,0 %) werden kontinuierlich einem beheizten CO-ROTATING-PROCESSOR 25 CONTI (LIST AG ARISDORF) zugeführt und zu einer homogenen Maische dispergiert. Diese gelangt über eine Maischedosierpumpe in den beheizten Löser vom Typ DISKOTHERM B 63 CONTI (LIST AG ARISDORF), wo bei Massetemperaturen von 90°C und 20 mbar Vakuum unter 4,7 kg/h Wasserentzug 27,0 l/h homogene Celluloselösung der Zusammensetzung 12,0 % Cellulose, 76,3 % NMMO und 11,7 % Wasser entstehen. Die Lösung hat eine Nullscherviskosität von 3100 Pas und eine Relaxationszeit 1,9 s bei 85°C.

Über eine Spinnpumpe (9,6 ml/U, 47 Upm) passieren 451 ml/min Spinnlösung mit 85°C Massetemperatur das Düsenfilter und gelangen über einen Anströmraum von $9,2 \times 6,2 \times 0,8 = 45,6 \text{ cm}^3$ (Verweilzeit $t \approx 3 \lambda_m$) zu 13 in 3 Reihen angeordneten Spinnhütchen mit jeweils 350 Spinnkapillaren von 100 µm Durchmesser. Unter einer Scherrate von 16 850 1/s wird die Lösung in den 4550 Düsenkanälen verformt, in einem Luftspalt von 20 mm mit einer Dehngeschwindigkeit von 90 1/s im Verhältnis 9,5 verzogen, die Cellulose in einem Spinnbad mit 6 cm Badstrecke gefällt, unter einem Winkel von 35° die Fäden von den laminaren Fällbadströmen abgetrennt und mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 120 m/min mittels Abzugsgalette der Nachbehandlung und Trocknung zugeführt.

Im Boden des Spinnbadkastens waren analog der Hütchenanordnung in der Düsenplatte 13 Fadenleitelemente gem. Figur 4 mit $E = 13 \text{ mm}$; $e = 9 \text{ mm}$ und $h = 20 \text{ mm}$ aus Keramik eingesetzt.

Die erhaltenen Stapelfasern hatten folgende mechanische Eigenschaften:

Feinheit	dtex	1,3
Reißfestigkeit tr.	cN/tex	43,5
Reißfestigkeit naß	cN/tex	36,5
Reißdehnung tr.	%	14,5
Reißdehnung naß	%	15,1
Schlingenreißkraft	cN/tex	15,6
Schnittlänge	mm	38

Beispiel 4

[0033] 0,23 kg eines hochmolekularen Fichtesulfitzellstoffes (Cuoxam-DP 1100) werden in einem Turbomischer im Verhältnis 1:16 mit Wasser aufgeschlagen. Zur homogenen Suspension gibt man in kleinen Portionen 4,45 kg eines Fichtesulfitzellstoffes mit einem Cuoxam DP von 480 und schlägt weiter auf. Die homogene Zellstoffmischung trennt man über eine Siebbandanlage vom Wasser und erhält 9,36 kg Zellstoff mit einem Trockengehalt von 50 %. Diese Zellstoffmischung dosiert man während 1 Stunde gemeinsam mit 35,9 kg NMMO (Trockengehalt 84 %), welches gleichzeitig 10 g eines Stabilisators enthält in einen beheizten CO-ROTATING-PROCESSOR 25 CONTI (LIST AG ARISDORF) und dispergiert unter gleichzeitigen Wasserentzug von 2,26 kg zu einer homogenen Maische. Über eine Maischedosierung gelangen 43,0 kg/h Maische in den beheizten Knetter vom Typ DICKOTHERM B 63 CONTI (LIST AG ARISDORF), wo bei Massetemperaturen von 93°C und 22 mbar Vakuum unter 4,0 kg/h Wasserentzug 39 kg/h homogene Celluloselösung der Zusammensetzung 12,0 % Cellulose, 77,3 % NMMO und 10,7 % Wasser entstehen. Die Lösung besitzt eine Nullscherviskosität von 3750 Pas und eine Relaxationszeit von 2,1 s. Aus der Lösung ausgefällte Cellulose hat einen Cuoxam-DP von 506.

Über eine Spinnpumpe (9,6 ml/U, 57 Upm) passieren 547 ml/min Spinnlösung von 85°C Massetemperatur das Düsenfilter und gelangen über einen Anströmraum von $9,2 \times 6,2 \times 0,8 = 45,6 \text{ cm}^3$ (Verweilzeit $t \approx 2,4 \lambda_m$) zu 5 in 2 Reihen angeordneten Spinnhütchen mit jeweils 1020 Spinnkapillaren von 80 µm Durchmesser. Unter einer Scherrate von 13 770 1/s wird die Lösung in den 5100 Düsenkanälen verformt, in einem Luftspalt von 22 mm mit einer Dehngeschwindigkeit von 67 1/s im Verhältnis 8,8 verzogen, die Cellulose in einem Spinnbad mit 5 cm Badstrecke gefällt, unter einem Winkel 30° die Fäden von den laminaren Fällbadströmen abgetrennt, mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 100 m/min abgezogen, zum Fadenkabel vereinigt, gewaschen, zu Stapelfasern geschnitten, nachbehandelt und getrocknet.

Im oberen Spinnbadkasten befanden sich 5 Fadenleitelemente gem. Figur 5 angeordnet in 2 Reihen mit $h = 20 \text{ mm}$, $E = 20 \text{ mm}$ und $e = 10 \text{ mm}$.

Der Transport des gekühlten Fällbades (6 - 8°C) zwischen unterem und oberem Spinnbadbehälter erfolgte über eine Membranpumpe mit ca. 35 l/min.

Die Stapelfasern hatten folgende mechanischen Faserparameter:

Feinheit	dtex	1,7
----------	------	-----

(fortgesetzt)

Reißfestigkeit tr.	cN/tex	42,8
Reißfestigkeit naß	cN/tex	35,9
Reißdehnung tr.	%	15,5
Reißdehnung naß	%	15,9
Schlingenreißkraft	cN/tex	15,1
Schnittlänge	mm	38

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Cellulosefasern oder -filamenten aus Zellstoff nach dem Trocken-Naßextrusionsverfahren mit wässrigen Aminoxiden, insbesondere N-Methylmorpholin-N-oxid als Lösungsmittel, bei dem man

- a) Zellstoff oder eine Zellstoffmischung mit einem Cuoxam-DP in dem Bereich von 250 bis 3000 in wässrigem Aminoxid dispergiert,
- b) die erhaltene Dispersion bei erhöhter Temperatur unter Wasserentzug und Scherung in eine homogene Lösung mit einer Nullscherviskosität in dem Bereich von 600 bis 6000 Pa·s bei 85°C überführt,
- c) die Lösung wenigstens einer Spinndüse zuführt
- d) die Lösung in jeder Spinndüse zu wenigstens einer Kapillaren verformt und die Kapillare(n) einer jeden Düse unter Verzug durch ein nicht ausfällendes Medium und anschließend unter Ausfällen der Cellulosefäden durch ein Fällbad führt, und
- e) die Cellulosefäden an dem Ende der Fällbadstrecke durch Ablenkung von den Fällbadströmen trennt und die Fäden abzieht,

dadurch gekennzeichnet, daß man die Dispersion in Stufe b) in eine Lösung mit einer Relaxationszeit in dem Bereich von 0,3 bis 50 s bei 85°C überführt und

die Lösung in Stufe c) durch eine der bzw. den Düse(n) gemeinsame Anströmkammer leitet, in der ihre Verweilzeit wenigstens gleich ihrer Relaxationszeit bei der Spinn temperatur ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** man den Zellstoff bzw. die Zellstoffmischung einer enzymatischen Vorbehandlung unterwirft.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** man zum Herstellen der Zellstoffmischung zunächst einen Zellstoff mit einem Cuoxam-DP in dem Bereich von 600 bis 3000 in Wasser dispergiert, anschließend einen Zellstoff mit einem Cuoxam-DP in dem Bereich von 250 bis 600 zusetzt und dispergiert und dann die Zellstoffmischung nach Abtrennung von Wasser pressfeucht in Stufe a) einsetzt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Kapillaren einzeln und weitgehend parallel durch das nicht ausfällende Medium und dann durch eine weniger als 20 cm lange Fällbadstrecke führt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Cellulosefäden in Stufe e) um einen Winkel $\beta > 10^\circ$ aus den Fällbadströmen ablenkt und mit einer Fadenspannung von maximal 5 cN/tex abzieht.

6. Vorrichtung zur Herstellung von Cellulosefasern oder -filamenten aus Zellstoff nach dem Trocken-Naßextrusionsverfahren mit wässrigen Aminoxiden als Lösungsmittel mit

einem Spinnpaket (3) mit einer Spinndüsenplatte und Spinndüsen (6),

einem Fällbad in zwei durch eine Fällbadpumpe (15) verbundenen Behältern (1,2),

einem Spalt (a) zwischen den Spinndüsen (6) und der Fällbadoberfläche (7) in dem oberen der beiden Behälter (1,2), und

einer Abzugsgalette (13),

dadurch gekennzeichnet, daß oberhalb der Spinndüsenplatte mit den in einer oder mehreren Reihen oder Gruppen angeordneten Spinndüsen (6) eine gemeinsame Anströmkammer (5) angeordnet ist, deren Volumen der Beziehung

$$V \geq \dot{V}_L \cdot \lambda_m \quad (I)$$

genügt, worin V das Volumen der Anströmkammer in cm³, $\dot{V}_L$ den Volumenstrom der Celluloselösung in cm³/s und λ_m die Relaxationszeit am Häufigkeitsmaximum des Relaxationsspektrums der Spinnlösung in s bedeuten.

7. Vorrichtung zur Herstellung von Cellulosefasern oder -filamenten aus Zellstoff nach dem Trocken-Naßextrusionsverfahren mit wässrigen Aminoxiden als Lösungsmittel, mit
- einem Spinnpaket (3) mit einer Spinndüsenplatte mit Spinndüsen (6),
 - einem Fällbad in zwei durch eine Fällbadpumpe (15) verbundenen Behältern (1,2),
 - einem Spalt (a) zwischen den Spinndüsen (6) und der Fällbadoberfläche (7) in dem oberen der beiden Behälter (1,2) und
 - einer Abzugsgalette (13),
- dadurch gekennzeichnet, daß** die Breite des Spaltes (a) und die Relaxationszeit der Spinnlösung die Beziehung

$$a \geq \left[5 + 16 \lambda_m^{0,6} \right] \cdot e^{0,002 v_a} \quad (II)$$

erfüllen, in der a die Spaltbreite in mm, λ_m die Relaxationszeit am Häufigkeitsmaximum des Relaxationsspektrums der Spinnlösung in s und v_a die Abzugsgeschwindigkeit in m/min bedeuten.

8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Dimensionierungen der Spinndüsen (6), der Spaltbreite (a) und der Fällbadstrecke (w) der Beziehung

$$x \geq \frac{a+w}{w} \cdot 4D \quad (III)$$

genügen, in der x den Abstand zwischen zwei benachbarten Düsenlöchern (6'), a die Luftspaltbreite, w die Länge der Fällbadstrecke und D den Düsenlochdurchmesser bedeuten.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** in den Boden (10) des oberen Badbehälters (1) vorzugsweise aus Keramik bestehende Fadenleitelemente (11) eingesetzt sind.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Fadenleitelemente (11) in Reihen oder Gruppen angeordnet sind.

11. Vorrichtung nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Spinndüsen (6) Hütchenform besitzen und die mit den Spinnkapillaren besetzte Düsenfläche gleich oder kleiner als die Eintrittsfläche der Fadenleitelemente (11) ist.

12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Fadenleitelemente (11) ein Verhältnis der Durchmesser von Eintrittsfläche und Austrittsfläche $E/e \geq 1$ aufweisen und ihre Kante am Austritt abgerundet ist.

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Fadenleitelemente (11) ein Verhältnis von Höhe zu lichtem Durchmesser der Austrittsfläche $h/e < 1$ aufweisen und ihre Kanten am Ein- und Austritt abgerundet sind.

14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 13, **dadurch gekennzeichnet, daß** der obere Badbehälter (1) eine Zulauföffnung (19) aufweist, der eine Beruhigungskammer (18) vorgeschaltet ist.

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 14, **dadurch gekennzeichnet, daß** der obere Badbehälter (1) wenigstens einen Überlauf (9) hat, dessen Überlaufhöhe einstellbar ist.

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 15, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Position des oberen Fällbadbehälters (1) gegenüber dem Spinnpaket (3) vertikal verstellbar ist.

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 16, **dadurch gekennzeichnet, daß** die unterhalb des oberen Fällbadbehälters (1) angeordnete Abzugsgalette (13) vertikal und/oder horizontal verstellbar ist.

Claims

1. A process for producing cellulose fibers or filaments from cellulose by the dry-wet extrusion process with aqueous amine oxides, in particular N-methylmorpholine N-oxide as the solvent, whereby

a) cellulose or a cellulose mixture with a cuprammonium DP in the range of 250 to 3000 is dispersed in aqueous amine oxide,

b) the resulting dispersion is converted to a homogeneous solution having a zero shear viscosity in the range of 600 to 6000 Pa·s at 85 °C at an elevated temperature while removing water,

c) the solution is sent to at least one spinneret,

d) the solution is shaped in each spinneret to form at least one capillary, and the capillary (capillaries) of each nozzle is (are) passed through a non-precipitating medium while drawing and then passed through a precipitation bath where the cellulose fibers are precipitated, and

e) the cellulose fibers are separated by deflection from the precipitation bath streams at the end of the precipitation bath zone, and the fibers are drawn off,

characterized in that the dispersion in step b) is converted to a solution with a relaxation time in the range of 0.3 to 50 sec at 85 °C, and

the solution in step c) is passed through an inflow chamber in which its dwell time is at least equal to its relaxation time at the spinning temperature.

2. The process according to Claim 1, **characterized in that** the cellulose or the cellulose mixture is subjected to an enzymatic pretreatment.

3. The process according to Claim 1 or 2, **characterized in that** to produce the cellulose mixture, first a cellulose having a cuprammonium DP in the range of 600 to 3000 is dispersed in water, then a cellulose having a cuprammonium DP in the range of 250 to 600 is added and dispersed, and next the cellulose mixture, wet from the press, is used in step a) after removing the water.

4. The process according to one of Claims 1 through 3, **characterized in that** the capillaries are passed individually and largely in parallel through the non-precipitating medium and then through a precipitation bath zone less than 20 cm long.

5. The process according to one of Claims 1 through 4, **characterized in that** the cellulose fibers in step e) are deflected out of the precipitation bath streams by an angle $\beta > 10^\circ$ and are drawn off at a maximum thread tension of 5 cN/tex.

6. A device for producing cellulose fibers or filaments from cellulose by the dry-wet extrusion process with aqueous amine oxides as the solvent, having

a spinning package (3) with a spinneret plate and spinnerets (6),

a precipitation bath in two containers (1, 2) connected by a precipitation bath pump (15),

a gap (a) between the spinnerets (6) and the surface (7) of the precipitation bath in the upper container of the two containers (1, 2), and

a draw-off speed roller (13),

characterized in that a common inflow chamber (5) is arranged above the spinneret plate with the spinnerets (6) arranged in one or more rows or groups, the volume of this inflow chamber being described by the equation

$$V \geq \dot{v}_L \cdot \lambda_m \quad (I)$$

where V is the volume of the inflow chamber in cm^3 , $\dot{V}_L$ denotes the volume flow of the cellulose solution in cm^3/sec and λ_m denotes the relaxation time of the spinning solution at the maximum frequency of the relaxation time spectrum.

7. The device for producing cellulose fibers or filaments from cellulose by the dry-wet extrusion process with aqueous amine oxides as the solvent, having
 a spinning package (3) with a spinneret plate with spinnerets (6),
 a precipitation bath in two containers (1, 2) connected by a precipitation bath pump (15),
 a gap (a) between the spinnerets (6) and the surface (7) of the precipitation bath in the upper container of the two containers (1, 2), and
 a draw-off speed roller (13),
characterized in that the width of the gap (a) and the relaxation time of the spinning solution are defined by the equation

$$a \geq \left[5 + 16 \cdot \lambda_m^{0.6} \right] \cdot e^{0.002 v_a} \quad (\text{II})$$

where a is the gap width in mm, λ_m is the relaxation time of the spinning solution at the maximum frequency of the relaxation time spectrum and v_a is the draw-off rate in m/min.

8. The device according to Claim 6 or 7, **characterized in that** the dimensions of the spinnerets (6), the gap width (a) and the precipitation bath zone (w) are defined by the equation

$$x \geq \frac{a + w}{w} \cdot 4D \quad (\text{III})$$

where x denotes the distance between two adjacent nozzle holes (6'), a is the air gap width, w is the length of the precipitation bath zone, and D is the nozzle hole diameter.

9. The device according to one of Claims 6 through 8, **characterized in that** fiber guide elements (11), preferably made of ceramic, are inserted into the bottom (10) of the upper bath container (1).
10. The device according to Claim 9, **characterized in that** the fiber guide elements (11) are arranged in rows or groups.
11. The device according to Claim 9 or 10, **characterized in that** the spinnerets (6) have a cap shape and the nozzle area covered by the spinning capillaries is equal to or less than the inlet area of the fiber guide elements (11).
12. The device according to one of Claims 9 through 11, **characterized in that** the fiber guide elements (11) have a ratio of the diameter of the inlet area and outlet area $E/e \geq 1$ and their edge is rounded at the outlet.
13. The device according to one of Claims 9 through 11, **characterized in that** the ratio of the height the fiber guide elements (11) to the inside diameter of the outlet area is $h/e < 1$, and their edges are rounded at the inlet and outlet.
14. The device according to one of Claims 6 through 13, **characterized in that** the upper bath container (1) has an inlet opening (19) downstream from a settling chamber (18).
15. The device according to one of Claims 6 through 14, **characterized in that** the upper bath container (1) has at least one overflow (9) the height of which is adjustable.
16. The device according to one of Claims 6 through 15, **characterized in that** the position of the upper precipitation bath container (1) is adjustable vertically with respect to the spinning package (3).
17. The device according to one of Claims 6 through 16, **characterized in that** the draw-off roller (13) arranged beneath the upper precipitation bath container (1) is adjustable vertically and/or horizontally.

Revendications

1. Procédé de fabrication de fibres ou filaments cellulosiques à partir d'une pâte de cellulose selon le procédé d'ex-trusion par voie humide/sèche avec des oxydes d'amines aqueux, notamment N-oxyde de N-méthylmorpholine, comme solvant, selon lequel

a) on disperse une pâte de cellulose ou un mélange de pâtes de cellulose avec un Cuoxam-DP de l'ordre de 250 à 3000 dans de l'oxyde d'amines aqueux,
 b) par déshydratation et cisaillement, on transforme à haute température la dispersion obtenue en une solution homogène avec une viscosité à cisaillement nul de l'ordre de 600 à 6000 Pa·s à 85 °C,
 c) on envoie la solution à au moins une filière,
 d) on déforme la solution dans chaque filière en au moins un capillaire et on fait passer le ou les capillaires de chaque filière par un étirage à travers un fluide ne précipitant pas et ensuite par une régénération des fils cellulosiques à travers un bain de régénération,
 e) et on sépare les fils cellulosiques au bout de la section de bain de régénération par déviation des flux de bain de régénération et on tire les fils,

caractérisé en ce qu'on transforme la dispersion à l'étape b) en une solution avec un temps de relaxation de l'ordre de 0,3 à 50 s à 85 °C et **en ce qu'on** conduit la solution à l'étape c) à travers une chambre d'afflux qui est commune à la ou aux filières et dans laquelle son temps de séjour est au moins égal à son temps de relaxation à la température de filage.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** soumet la pâte de cellulose ou le mélange de pâtes de cellulose à un prétraitement enzymatique.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que**, pour fabriquer le mélange de pâtes de cellulose, on disperse d'abord une pâte de cellulose avec un Cuoxam-DP de l'ordre de 600 à 3000 dans de l'eau, on ajoute et disperse ensuite une pâte de cellulose avec un Cuoxam-DP de l'ordre de 250 à 600 et on introduit enfin dans l'étape a) le mélange de pâtes de cellulose humide de pressage après séparation de l'eau.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce qu'on** conduit les capillaires individuellement et largement parallèlement à travers le fluide ne précipitant pas et ensuite à travers une section de bain de régénération de moins de 20 cm de long.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce qu'on** dévie les fils cellulosiques à l'étape e) d'un angle $\beta > 10^\circ$ hors des flux de bain de régénération et on les tire avec une tension de fil de 5 cN/tex au maximum.

6. Dispositif de fabrication de fibres ou filaments cellulosiques à partir d'une pâte de cellulose selon le procédé d'ex-trusion par voie humide/sèche avec des oxydes d'amines aqueux comme solvant, comportant

- un ensemble de filage (3) avec une plaque de filières et des filières (6),
- un bain de régénération dans deux récipients (1, 2) reliés par une pompe de bain de régénération (15),
- une fente (a) entre les filières (6) et la surface de bain de régénération (7) dans celui des deux récipients (1, 2) qui est en haut,
- et une galette de levée (13),

caractérisé en ce qu'il y a au-dessus de la plaque de filières comportant les filières (6) disposées en une ou plusieurs rangées ou groupes une chambre d'afflux (5) commune dont le volume vérifie la relation

$$V \geq \dot{V}_L \cdot \lambda_m \quad (I)$$

V étant le volume de la chambre d'afflux en cm³, $\dot{V}_L$ étant le flux volumique de la solution cellulosique en cm³/sec et λ_m étant le temps de relaxation au maximum de fréquence du spectre de relaxation de la solution de filage en s.

7. Dispositif de fabrication de fibres ou filaments cellulosiques à partir d'une pâte de cellulose selon le procédé d'ex-

EP 1 232 298 B1

trusion par voie humide/sèche avec des oxydes d'amines aqueux comme solvant, comportant

- un ensemble de filage (3) avec une plaque de filières comportant des filières (6),
- un bain de régénération dans deux récipients (1, 2) reliés par une pompe de bain de régénération (15),
- une fente (a) entre les filières (6) et la surface de bain de régénération (7) dans celui des deux récipients (1, 2) qui est en haut,
- et une galette de levée (13),

caractérisé en ce que la largeur de la fente (a) et le temps de relaxation de la solution de filage vérifient la relation

$$a \geq [5 + 16\lambda_m^{0,6}] \cdot e^{0,002v_a} a \quad (\text{II})$$

a étant la largeur de fente en mm, λ_m étant le temps de relaxation au maximum de fréquence du spectre de relaxation de la solution de filage en s et v_a étant la vitesse de levée en m/min.

8. Dispositif selon la revendication 6 ou 7, **caractérisé en ce que** les dimensionnements des filières (6), de la largeur de fente (a) et de la section de bain de régénération (w) vérifient la relation

$$x \geq (a+w)/w \cdot 4D \quad (\text{III})$$

x étant la distance entre deux trous de filières voisins (6'), a étant la largeur de fente d'air, w la longueur de la section de bain de régénération et D étant le diamètre du trou de filière.

9. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 8, **caractérisé en ce que** des éléments de guidage de fil (11) de préférence en céramique sont placés dans le fond (10) du récipient de bain supérieur (1).

10. Dispositif selon la revendication 9, **caractérisé en ce que** les éléments de guidage de fil (11) sont disposés en rangées ou en groupes.

11. Dispositif selon la revendication 9 ou 10, **caractérisé en ce que** les filières (6) ont une forme de petit chapeau et **en ce que** la surface de filière occupée par les capillaires de filage est inférieure ou égale à la surface d'entrée des éléments de guidage de fil (11).

12. Dispositif selon l'une des revendications 9 à 11, **caractérisé en ce que** les éléments de guidage de fil (11) ont un rapport de diamètres de la surface d'entrée et de la surface de sortie $E/e \geq 1$ et **en ce que** leur arête à la sortie est arrondie.

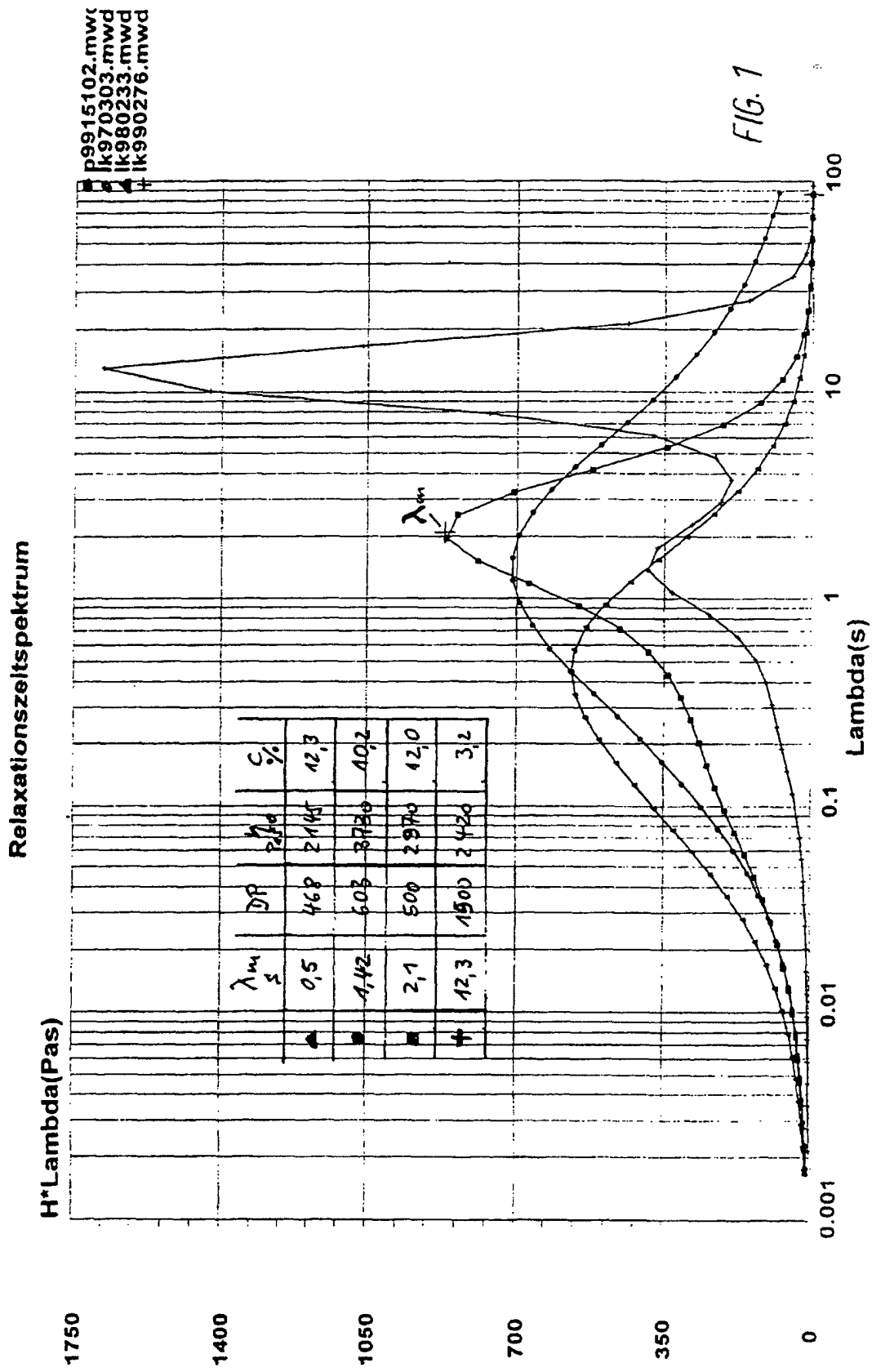
13. Dispositif selon l'une des revendications 9 à 11, **caractérisé en ce que** les éléments de guidage de fil (11) ont un rapport de la hauteur au diamètre intérieur de la surface de sortie $h/e < 1$ et **en ce que** leurs arêtes à l'entrée et à la sortie sont arrondies.

14. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 13, **caractérisé en ce que** le récipient de bain supérieur (1) comporte un orifice d'alimentation (19) en amont duquel est placée une chambre de stabilisation (18).

15. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 14, **caractérisé en ce que** le récipient de bain supérieur (1) comporte au moins un trop-plein (9) dont la hauteur de débordement est réglable.

16. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 15, **caractérisé en ce que** la position du récipient de bain de régénération supérieur (1) par rapport à l'ensemble de filage (3) est réglable verticalement.

17. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 16, **caractérisé en ce que** la galette de levée (13) disposée en dessous du récipient de bain de régénération supérieur (1) est positionnable verticalement et/ou horizontalement.



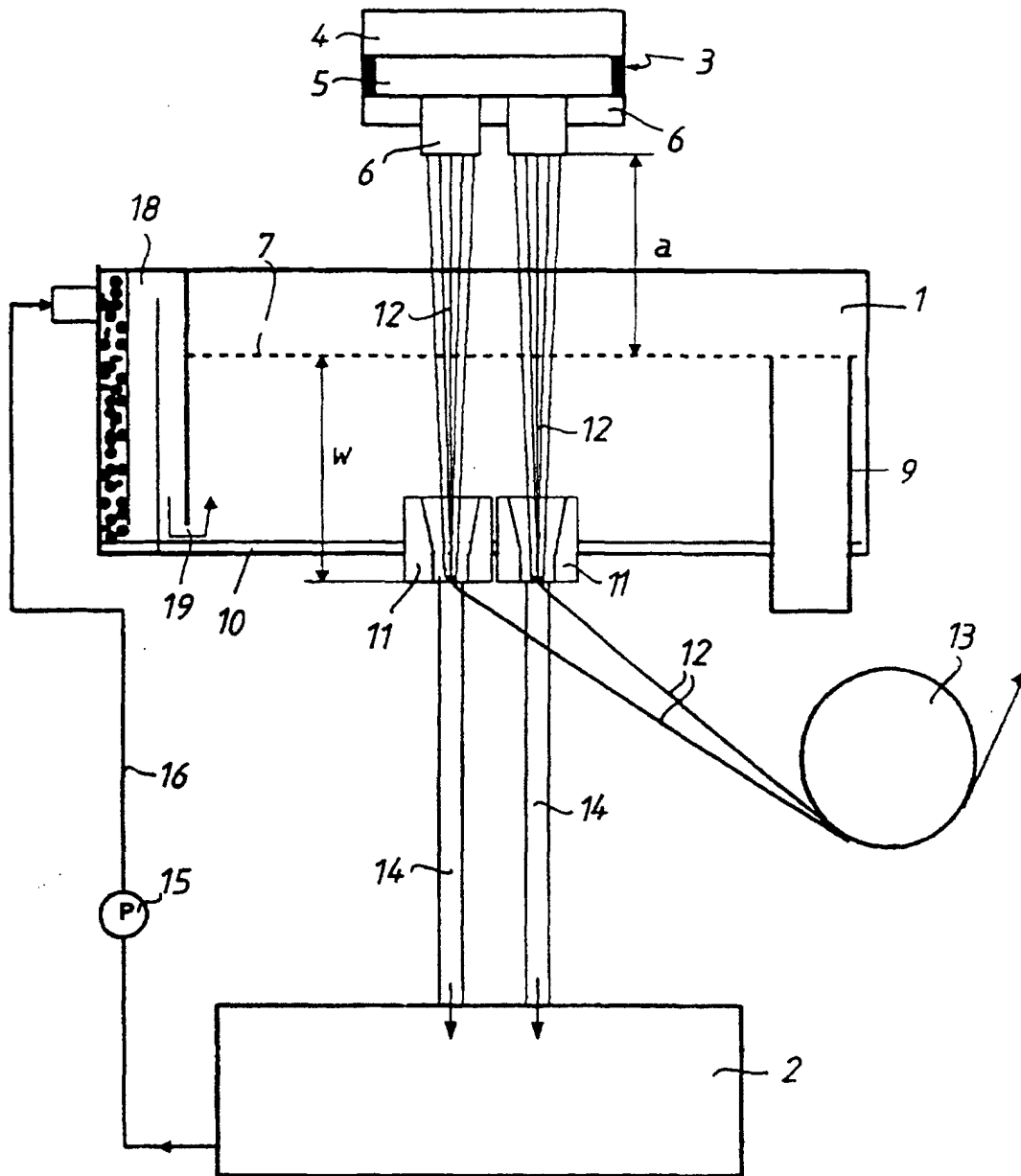
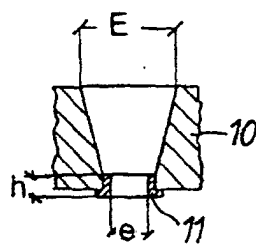
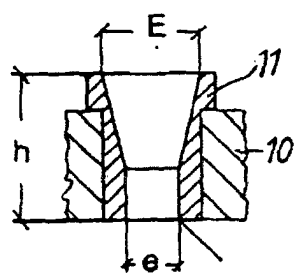
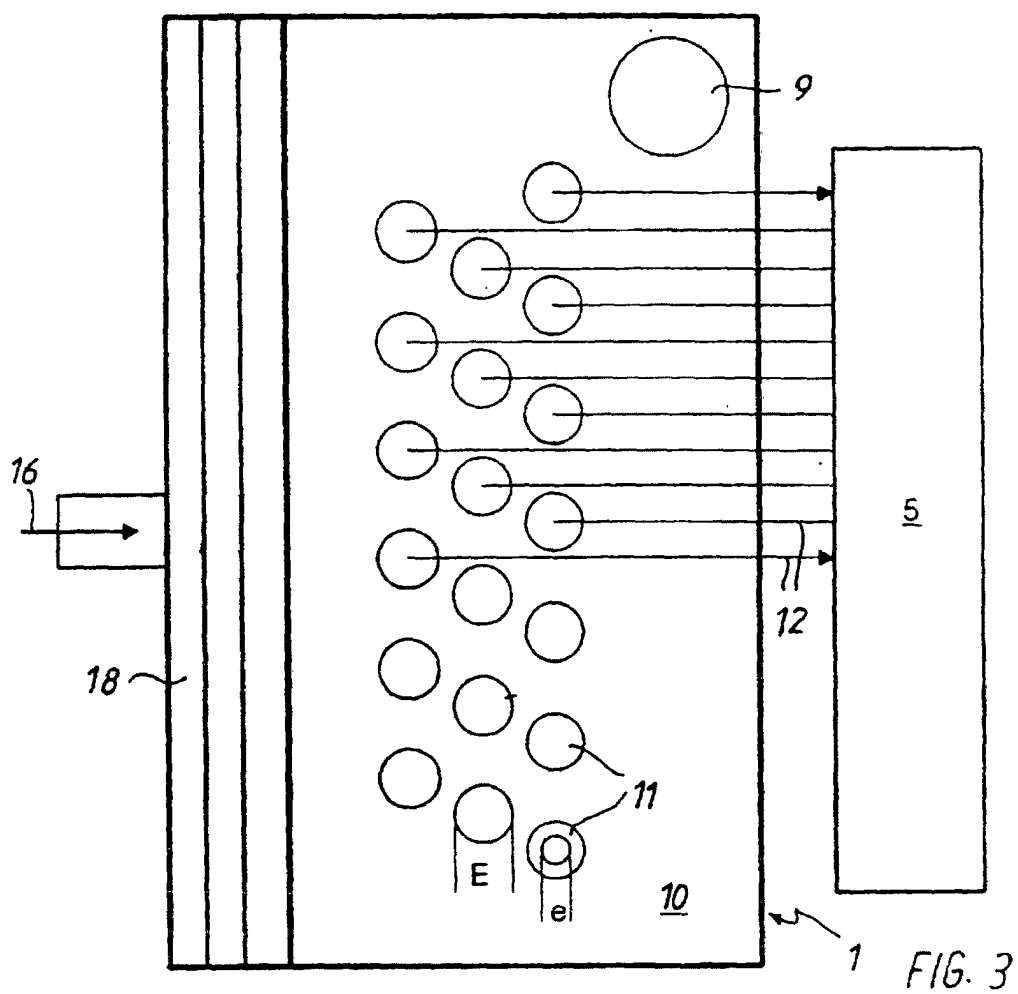


FIG. 2



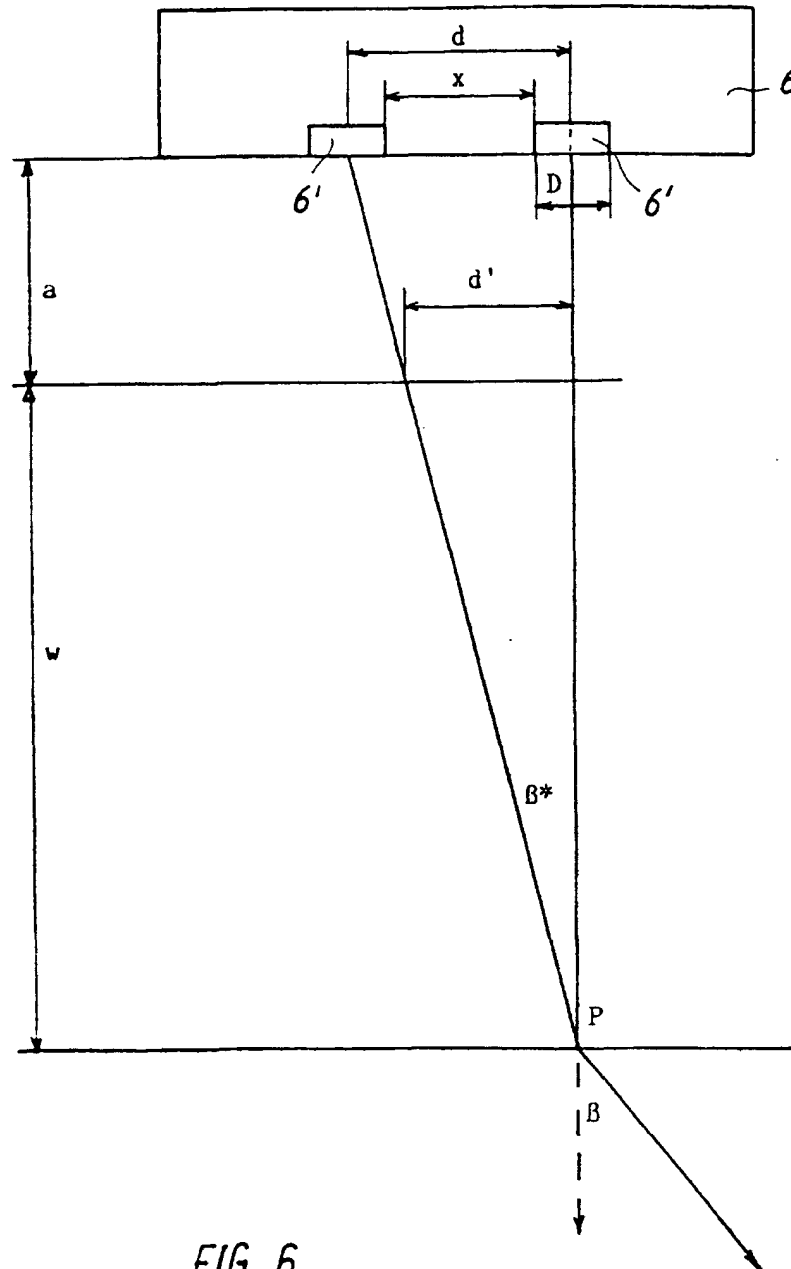


FIG. 6