

595612170-2

RTMP
COPY



PCT
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : D01F 2/00, C08J 5/18, D01D 1/02, C08J 3/09 // C08L 1:02	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 96/23302 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 24. Oktober 1996 (24.10.96)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT96/00065 (22) Internationales Anmeldedatum: 2. April 1996 (02.04.96) (30) Prioritätsdaten: A 674/95 19. April 1995 (19.04.95) AT (71) Anmelder: LENZING AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Werkstrasse 2, A-4860 Lenzing (AT). (72) Erfinder: ZIKELI, Stefan; Schacha 14, A-4844 Regau (AT). (74) Anwalt: SCHWARZ, Albin; Kopecky & Schwarz, Wipplinger- strasse 32/22, A-1010 Wien (AT).		(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, <u>SG</u> , SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, UZ, VN, ARIPO Patent (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>

(54) Title: PLANT AND INTEGRATED CELLULOSE FOIL AND FIBRE MANUFACTURING WORKS

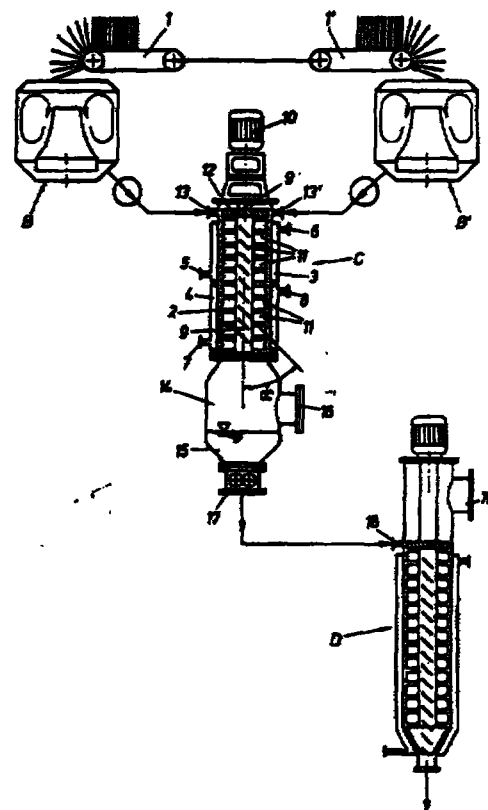
(54) Bezeichnung: ANLAGE SOWIE INTEGRIERTES POLIEN- UND FASERWERK ZUR HERSTELLUNG CELLULOSISCHER POLIEN UND FASERN

(57) Abstract

The invention concerns an integrated cellulose foil and fibre manufacturing works according to the amine oxide process. The works substantially comprise a cellulose production plant, a mixer (B, B') for producing a low-consistency cellulose suspension in an aqueous amine oxide solution, and a device (C) for concentrating the low-consistency cellulose suspension. In device (C), the cellulose suspension is mechanically spread into a layer on a heating surface, is heated and conveyed on said heating surface while being intensively mixed and evaporated, until a predetermined amount of water evaporates and a concentrated cellulose suspension is obtained. In a device (D), the concentrated cellulose suspension obtained in device (C) is converted into a mouldable cellulose solution and in a moulding device connected to device (D), the moulding cellulose solution is transformed into cellulose foils or fibres.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein integriertes Folien- und Faserwerk zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern nach dem Aminoxidverfahren, welches Werk im wesentlichen aufweist: eine Anlage zur Erzeugung von Zellstoff; eine Mischvorrichtung (B, B') zur Herstellung einer niedrigkonsistenten Suspension von Zellstoff in einer wässrigen Aminoxidlösung; eine Vorrichtung (C) zur Aufkonzentrierung der niedrigkonsistenten Zellstoffsuspension, in welcher Vorrichtung die Zellstoffsuspension auf einer Heizfläche mechanisch schichtartig ausgebreitet, erwärmt und unter intensivem Mischen und unter Abdampfung von Wasser über diese Heizfläche transportiert wird, bis eine vorbestimmte Menge Wasser abgedampft und eine konzentrierte Zellstoffsuspension gebildet ist; eine Vorrichtung (D), in welcher die in der Vorrichtung (C) hergestellte konzentrierte Zellstoffsuspension in eine formbare Lösung von Cellulose übergeführt wird, und eine mit dieser Vorrichtung (D) verbundene Formvorrichtung, in welcher die formbare Celluloselösung zu cellulosischen Folien oder Fasern verarbeitet wird.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AM	Armenien	GB	Vereinigtes Königreich	MX	Mexiko
AT	Österreich	GE	Geborgien	NE	Niger
AU	Australien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BB	Barbados	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BE	Belgien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BF	Burkina Faso	IE	Irland	PL	Polen
BG	Bulgarien	IT	Italien	PT	Portugal
BJ	Benin	JP	Japan	RO	Rumänien
BR	Brasilien	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
BY	Belarus	KG	Kirgistan	SD	Sudan
CA	Kanada	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KR	Republik Korea	SG	Singapur
CG	Kongo	KZ	Kasachstan	SI	Slowenien
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SK	Slowakei
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SN	Senegal
CM	Kamerun	LR	Liberia	SZ	Swasiland
CN	China	LT	Litauen	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
EE	Estland	MG	Madagaskar	UG	Uganda
ES	Spanien	ML	Mali	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	MN	Mongolei	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MR	Mauritanien	VN	Vietnam
GA	Gabon	MW	Malawi		

Anlage sowie integriertes Folien- und Faserwerk zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Anlage sowie ein integriertes Folien- und Faserwerk zur Herstellung cellulosischer Folien, Fasern, Membranen oder anderer Formkörper nach dem Aminoxidverfahren. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Folien, Fasern, Membranen etc. nach dem Aminoxidverfahren.

Aus der US-PS 2,179,181 ist bekannt, daß tertiäre Aminoxide Cellulose zu lösen vermögen und daß aus diesen Lösungen durch Fällung in einem wäßrigen Medium cellulosische Formkörper hergestellt werden können. Ein derartiges Verfahren wird für die Zwecke der vorliegenden Beschreibung und Patentansprüche als "Aminoxidverfahren" bezeichnet.

In der US-A - 4,246,221 ist ein Aminoxidverfahren zur Herstellung spinnbarer Celluloselösungen beschrieben, welches als Ausgangsmaterial u.a. eine Mischung von Cellulose in wäßrigem N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) verwendet. Das vorbekannte Verfahren wird diskontinuierlich durchgeführt und weist bis zur spinnbaren Lösung folgende 4 Schritte auf:

1. Behandeln einer Mischung von Zellstoff, der etwa 6 Masse% Wasser enthält, in einer wäßrigen Lösung von NMMO in einem Mischgefäß, indem die Mischung einem Vakuum und erhöhter Temperatur ausgesetzt und wobei eine erste Lösung gebildet wird,
2. Zwischenlagern der ersten Lösung in einem Tank,
3. Zwischenfiltrieren der Lösung, und
4. Nachbearbeiten der ersten Lösung in einem Extruder, um die spinnbare Lösung zu erhalten.

Gemäß diesem Verfahren kann Cellulose nur diskontinuierlich gelöst werden, was darüberhinaus viel Zeit in Anspruch nimmt. Allein der erste Schritt nimmt 1 Stunde und 20 Minuten in Anspruch. In dieser Zeitspanne wird der Zellstoff bei einer Temperatur von über 100°C der Aminoxidlösung ausgesetzt. Dies führt zu einem beträchtlichen Abbau der Cellulose und des Aminoxids und zu unerwünschten Nebenprodukten, worunter die Eigenschaften der hergestellten Fasern leiden. Außerdem birgt die große Menge Aminoxid, die pro Charge verarbeitet wird, eine Explosionsgefahr, die in der thermischen Instabilität des Aminoxids und in einem möglichen Abbau des Polymerisationsgrades der Cellulose begründet ist.

Demgegenüber ist mit der im Jahre 1990 veröffentlichten EP-A - 0 356 419 eine Technik bekannt geworden, mit der die mehrstufige Extrudertechnik, wie sie beispielsweise in der US-A-4,246,221 beschrieben ist, überwunden werden konnte und eine Suspension von Cellulose in einer wäßrigen Lösung eines Aminoxides kontinuierlich und sogar in einem einzigen Schritt in eine spinnbare Lösung übergeführt werden kann. Gemäß dieser Technik wird zunächst die Suspension unter intensivem Mischen schichtartig auf einer Heizfläche ausgebreitet und behandelt, indem sie unter intensivem Mischen über die Heizfläche transportiert wird, wobei sich die Schicht erwärmt. Gleichzeitig wird die Schicht während der Behandlung einem Unterdruck derart ausgesetzt, daß Wasser verdampft und jene Konzentrationsverhältnisse eingestellt werden, die es gemäß dem Zustandsdiagramm für das ternäre Stoffgemisch Cellulose/Aminoxid/Wasser (siehe z.B. WO94/28212) gestatten, daß die Auflösung der Cellulose stattfindet.

Das oben beschriebene Dünnschichtbehandlungsverfahren wird zweckmäßigerweise in einem Apparat durchgeführt, wie er in der EP-A - 0 356 419 beschrieben ist. Dieser Apparat wird als Dünnschichtbehandlungsapparat bezeichnet. Eine Ausführungsform eines Dünnschichtbehandlungsapparates ist beispielsweise ein

sogenannter Filmtruder, wie er von der Firma Buss AG (Schweiz) hergestellt wird. Ein Dünnschichtbehandlungsapparat ist auch in der DE-OS 2 011 493 beschrieben.

Die im Jahre 1994 veröffentlichte WO 94/06530 benützt die aus der EP-A - 0 356 419 vorbekannte Dünnschichttechnik, um aus einer Mischung von Cellulose in einer wäßrigen Lösung eines tertiären Aminoxides zu einer formbaren Lösung zu gelangen. Das Verfahren wird analog einer in der EP-A - 0 356 419 vorbeschriebenen Ausführungsform in einem Filmtruder durchgeführt. Das Verfahren der WO 94/06530 stellt sich die Aufgabe, Energie zu sparen und schlägt zur Lösung dieser Aufgabe vor, den Rotor langsamer zu drehen.

Die vorliegende Erfindung stellt sich zur Aufgabe, eine Anlage und ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern zur Verfügung zu stellen, wobei als Ausgangsprodukt eine Suspension von Zellstoff in einer wäßrigen Aminoxidlösung eingesetzt wird, welche Suspension eine Trockenstoffdichte von nicht über 10 Masse% Trockenzellstoff aufweist. Diese Art Ausgangsmaterial besitzt einen hohen Wassergehalt und daher eine niedrige Konsistenz.

Die erfindungsgemäße Anlage zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern nach dem Aminoxidverfahren weist im wesentlichen folgende Komponenten auf:

- eine Mischvorrichtung zur Herstellung einer ersten Suspension von Zellstoff in einer wäßrigen Aminoxidlösung, welche Suspension eine Trockenstoffdichte von nicht mehr als 10 Masse% Trockenzellstoff aufweist;
- eine Vorrichtung zur Aufkonzentrierung der in der Mischvorrichtung hergestellten ersten Zellstoffsuspension, in welcher Vorrichtung die Zellstoffsuspension auf einer Heizfläche mechanisch schichtartig ausgebreitet, erwärmt und unter intensivem

Mischen und unter Abdampfung von Wasser über diese Heizfläche transportiert wird, bis eine vorbestimmte Menge Wasser abgedampft und eine konzentrierte Zellstoffsuspension gebildet ist;

- eine weitere Vorrichtung, vorzugsweise ein Dünnschichtbehandlungsapparat, in welchem die gebildete konzentrierte Zellstoffsuspension in eine formbare Lösung von Cellulose übergeführt wird, und
- eine mit dieser Vorrichtung bzw. dem Dünnschichtbehandlungsapparat verbundene zusätzliche Vorrichtung, in welcher die formbare Celluloselösung zu cellulosischen Folien, Fasern etc. verarbeitet wird.

Es hat sich gezeigt, daß es bei Verarbeitung einer Suspension von sehr feuchtem Zellstoff, das ist Zellstoff mit einem Wassergehalt von über 10 Masse%, in einer wäßrigen Aminoxidlösung, oder bei Verarbeitung einer Suspension von Zellstoff in einer Aminoxidlösung mit einem sehr hohen Wassergehalt, zweckmäßig ist, den Zellstoff zuerst in der wäßrigen Aminoxidlösung unter Verwendung einer Mischvorrichtung homogen zu suspendieren, wobei das Suspendieren ohne Abdampfen von Wasser vorgenommen wird, die homogene Suspension dann in eine weitere Vorrichtung überzuführen, um sie mit Hilfe der Schichttechnik, insbesondere der Dünnschichttechnik, aufzukonzentrieren, um eine konzentrierte Suspension herzustellen, und dann die konzentrierte Suspension einer dritten Vorrichtung zuzuführen, in welcher sie in eine Lösung übergeführt wird.

Eine bevorzugte Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Anlage ist dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung zur Aufkonzentrierung der ersten Zellstoffsuspension als Dünnschichtbehandlungsapparat ausgebildet ist.

Falls in der erfindungsgemäßen Anlage eine diskontinuierlich arbeitende Mischvorrichtung eingesetzt wird, sollten

mindestens zwei derartige Mischvorrichtungen vorgesehen werden, welche abwechselnd den kontinuierlich arbeitenden Dünnschichtbehandlungsgapparat speisen. Auf diese Weise kann ein kontinuierlicher Gesamtbetrieb des Werkes sichergestellt werden.

Eine weitere bevorzugte Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Anlage ist dadurch gekennzeichnet, daß als Mischvorrichtung eine Vorrichtung vorgesehen ist, welche Zellstoff zerfasern und/oder mahlen kann. Derartige Maschinen sind z.B. Holländer, Kegelstoffmühlen, Refiner, Scheibenmühlen, Stofflöser und Pulper. Bei der Mahlung wird der Zellstoff zwischen einem bewegten und einem feststehenden Machinenteil bearbeitet.

Die Erfindung betrifft ferner ein integriertes Folien- und Faserwerk zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern nach dem Aminoxidverfahren, welches Werk im wesentlichen aufweist:

- eine Anlage zur Erzeugung von Zellstoff; und
- eine erfindungsgemäße Anlage zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern, wie sie hier beschrieben ist, welche der Anlage zur Erzeugung von Zellstoff nachgeschaltet ist.

Die Anlage zur Erzeugung von Zellstoff geht üblicherweise von cellulosehaltigen Rohstoffen, insbesondere Holz, aus. Zur Herstellung des Zellstoffes wird der cellulosehaltige Rohstoff zumeist einem chemischen Aufschluß unterworfen, wobei Begleitsubstanzen, wie Lignin und Hemicellulosen, herausgelöst werden. Der resultierende Zellstoff wird anschließend noch gereinigt und gebleicht.

Eine bevorzugte Ausgestaltung des erfindungsgemäßen integrierten Folien- und Faserwerkes besteht darin, daß die Anlage zur Erzeugung von Zellstoff so gestaltet ist, daß sie

zur Erzeugung von feuchtem Zellstoff mit einem Wassergehalt von mindestens 20 Masse% Wasser, bezogen auf den Zellstoff, dient. In dieser Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Werkes wird der Zellstoff vor der Weiterverarbeitung zur Suspension nicht getrocknet, wodurch die Zellulose im wäßrigen Aminoxid auf schonende Weise gemahlen und später leichter gelöst werden kann.

Die Erfindung betrifft darüberhinaus ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern nach dem Aminoxidverfahren, welches gekennzeichnet ist durch die Kombination der Maßnahmen:

- Suspendieren von Zellstoff in einer wäßrigen Aminoxidlösung, um eine erste Suspension herzustellen, welche eine Trockenstoffdichte von nicht mehr als 10 Masse% Trockenzellstoff aufweist;
- Aufkonzentrieren dieser ersten Zellstoffsuspension, indem die Zellstoffsuspension auf einer Heizfläche mechanisch schichtartig ausgebreitet, erwärmt und unter intensivem Mischen und unter Abdampfung von Wasser über diese Heizfläche transportiert wird, bis eine konzentrierte Zellstoffsuspension gebildet ist;
- Herstellen einer formbaren Celluloselösung, indem die konzentrierte Zellstoffsuspension erwärmt und unter Abdampfung von Wasser in eine formbare Celluloselösung übergeführt wird; und
- Verarbeiten der formbaren Celluloselösung in an sich bekannter Weise zu Fasern, Folien bzw. anderen Formkörpern;

mit der Maßgabe, daß das Aufkonzentrieren der ersten Zellstoffsuspension und die Herstellung der formbaren Celluloselösung in verschiedenen Vorrichtungen durchgeführt werden.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß die konzentrierte Zellstoffsuspension in eine Celluloselösung übergeführt wird, indem die Suspension auf einer Heizfläche mechanisch schichtartig ausgebreitet, erwärmt und unter intensivem Mischen und unter Abdampfung von Wasser über diese Heizfläche transportiert wird, bis die formbare Celluloselösung gebildet ist.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird zur Herstellung der ersten Suspension bevorzugt ein feuchter Zellstoff eingesetzt, der einen Wassergehalt von mindestens 20 Masse% aufweist.

Eine weitere bevorzugte Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß das Suspendieren des Zellstoffs in der wäßrigen Aminoxidlösung durch Mahlen von vorzerkleinertem Zellstoff in der wäßrigen Aminoxidlösung vorgenommen wird. Es hat sich gezeigt, daß eine nasse Mahlung in Anwesenheit des Aminoxides den Zellstoff derart gut aufschließt bzw. aktiviert, daß die nachfolgende Lösungsherstellung erleichtert wird.

Die nasse Mahlung der Cellulose ist als solche aus der CA-PS 914674 bekannt. Sie dient dazu, Zellstoff, der für eine nachfolgende Umsetzung zu Celluloseacetat bestimmt ist, für die chemische Reaktion besser aufzuschließen.

Bei der nassen Mahlung werden die Cellulosefasern geschnitten, fibrilliert und gequollen. Unter Fibrillierung versteht der Fachmann das Aufspalten der Fasern parallel zur Faserachse. Ein großer Teil der Fibrillen bleibt nach dem Mahlen fransenartig an den Fasern hängen.

Bevorzugt weist die konzentrierte Suspension eine Trockenstoffdichte von nicht weniger als 12 Masse% Trockenzellstoff auf.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich dadurch aus, daß es kontinuierlich durchgeführt werden kann.

Im erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung cellulosischer Folien und Fasern wird als Aminoxid am besten N-Methylmorpholin-N-oxid eingesetzt.

Im folgenden wird an Hand der beigelegten Zeichnung eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anlage (Figur 1) und eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen integrierten Folien- und Faserwerkes (Figur 2) schematisch gezeigt.

In der Figur 1 sind mit B bzw. B' zwei sogenannte Stofflöser bezeichnet, wie sie in der Papierherstellung verwendet werden. Stofflöser dienen bei der Papierherstellung dazu, aus Zellstoff und Wasser einen Faserbrei herzustellen, aus welchem schließlich Papier hergestellt wird. Stofflöser, die in der erfindungsgemäßen Anlage verwendet werden können, sind z.B. von der Firma Cellwood Grubbens AB unter der Produktbezeichnung Flachpulper Type W oder Vertikalpulper Type SRM erhältlich. In der dargestellten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anlage dienen die Stofflöser B, B' dazu, aus Zellstoff und wäßriger Aminoxidlösung die erste Suspension herzustellen, die im Dünnschichtbehandlungsapparat C aufkonzentriert und dann im Dünnschichtbehandlungsapparat D in die formbare Lösung übergeführt wird. Aus dem Dünnschichtbehandlungsapparat D wird die formbare Lösung abgezogen und auf bekannte Weise zu Folien, Fasern oder anderen Formkörpern verarbeitet. Diese Verarbeitung ist in der Figur 1 nicht dargestellt.

Die Funktion dieser Anlage ist nun folgende:

Zunächst wird eine vorbestimmte Menge an wäßrigem Aminoxid im Stofflöser B vorgelegt. Anschließend wird über eine Bandwaage 1 Zellstoff, im vorliegenden Fall als Blattzellstoff, dem

Stofflöser B bei laufendem Rotor zudosiert, bis die gewünschte Trockenstoffdichte erreicht ist. Bevorzugte Trockenstoffdichten sind 4 bis 10 Masse-% Zellstoff. Dann wird der Zellstoff noch etwa 15-30 Minuten bei laufendem Rotor im Stofflöser bearbeitet, um eine homogene, erste Suspension herzustellen.

Diese homogene, erste Suspension wird dem Dünnschichtbehandlungsapparat C, z.B. ein Filmtruder der Type HS/HSG der Firma Buss AG, Schweiz, zugeführt. Die für die Zeichnung gewählte Darstellung ist für einen Filmtruder typisch (siehe z.B. Erich Heimgartner, "Devolatilisation of Plastics", in Ingenieurwissen, Seiten 69-97, Düsseldorf 1980, VDI-Verlag GmbH). Die Figur 1 zeigt einen teilweisen Längsschnitt des Apparates. Mit 2 ist die Innenwand eines vorzugsweise aufrecht stehenden Rotationskörpers bezeichnet, der in der Darstellung nahezu über die gesamte Länge als zylindrischer Behälter ausgebildet ist. Die Innenwand 2 ist größtenteils von einem Heizmantel 3, 4 umgeben, mit Anschlüssen 5, 6, 7 und 8 für das Heizmedium, wobei die Anschlüsse 6 und 8 der Zuführung des Heizmediums (Satttdampf) und die Anschlüsse 5 und 7 seiner Abführung dienen.

Mit 9 ist ein vom Motor 10 angetriebener Rotor mit daran angesetzten Rotorblättern 11 bezeichnet. Die Rotorblätter 11, die beim dargestellten Ausführungsbeispiel eben ausgebildet sind, erstrecken sich radial zur Achse, wobei ihre Ebene einen Neigungswinkel α zur Achse des Rotors 9 aufweist, dessen Größe vorzugsweise verstellbar ist. Bei einem Teil der Rotorblätter 11 kann dieser Winkel auch 0° sein.

Über den Rotorblättern 11 ist am Rotor 9 ein Verteilring 12 angebracht, der die durch den Einlaß 13, 13' eingebrachte Cellulosesuspension an der Innenwand 2 schichtartig ausbreitet. Der Verteilring 12 befindet sich somit in Höhe des Einlasses 13, 13'.

Die Rotorblätter 11 weisen im gesamten Bereich des Behälters einen radialen Abstand zur Innenwand 2 des Behälters auf, der maximal 20 mm beträgt und über die Länge des Behälters 2 konstant oder variabel sein kann.

Am unteren Ende ist der Behälter kegelstumpfförmig erweitert und mündet in einen Aufnahmeraum 14 für die aufkonzentrierte Zellstoffsuspension 15. Eine Vorrichtung zum Rühren der konzentrierten Suspension im Aufnahmeraum 14 kann vorgesehen werden, indem z.B. ein Rührer mit dem Rotor verbunden wird, welcher Rührer in die Suspension im Aufnahmeraum 14 hineinragt (nicht dargestellt). Der Pegel der Suspension im Aufnahmeraum 14 kann mittels radioaktiver Füllstandsmessung überwacht werden.

Ferner ist eine Öffnung 16 zur Evakuierung des Behälters und zum Abziehen von Wasserdampf vorgesehen. Die konzentrierte Zellstoffsuspension wird über eine Austragspumpe 17 ausgetragen und in den Dünnschichtbehandlungsapparat D übergeführt, der beispielsweise ein Filmtruder der Type HS 0200, Hersteller Buss AG, Schweiz, sein kann.

Die Funktion des Dünnschichtbehandlungsapparates C ist folgende:

Die erste Zellstoffsuspension wird kontinuierlich durch den Einlaß 13 in den Behälter eingebracht, der unter vermindertem Druck steht, dort vom Verteilring 12 erfaßt, an der Innenwand 2 ausgebreitet und von den Rotorblättern 11 entlang der indirekt geheizten Innenwand 2, die als Heizfläche dient, zum Auslaß am unteren Ende des Behälters transportiert. Für die indirekte Beheizung eignen sich Wärmeträgermedien, wie Wasser, Öl oder Dampf.

Während des Transportes der Zellstoffsuspension entlang der indirekt beheizten Innenwand 2 wird die Suspension erwärmt,

wobei gleichzeitig infolge des verminderten Druckes Wasser verdampft, so daß die Suspension aufkonzentriert wird. Durch die ständige Umwälzung der Cellulosesuspension in der dünnen Schicht kann in sehr kurzer Zeit Wasser abgedampft werden. Der Wasserdampf wird vorzugsweise in Transportrichtung der Zellstoffsuspension abgezogen.

Da der Dünnschichtbehandlungsapparat C kontinuierlich und der Stofflöser diskontinuierlich arbeitet, ist ein zweiter Stofflöser B' vorgesehen, der im Gegenteil zum Stofflöser B Zellstoffsuspension bildet, so daß der Apparat C ohne Unterbrechung betrieben werden kann.

Die aus dem Dünnschichtbehandlungsapparat C ausgetragene konzentrierte Zellstoffsuspension wird in den Filmtruder D übergeführt und in an sich bekannter Weise zu einer Lösung verarbeitet. Die Herstellung der Lösung ist in der EP-A - 0 356 419 beschrieben. Zur Lösungsherstellung wird die Suspension durch den Einlaß 18 in den Filmtruder eingebracht. Der Filmtruder D ist prinzipiell gleich aufgebaut wie der Filmtruder C: die eingebrachte Suspension wird von einem Verteilring erfaßt und von den Rotorblättern entlang einer Heizfläche transportiert und erwärmt, wobei gleichzeitig unter Vakuum weiteres Wasser abgedampft wird, bis gemäß dem ternären Zustandsdiagramm Cellulose/Aminoxid/Wasser (siehe z.B. WO94/28212) der Zellstoff in Lösung geht. Der Wasserdampf wird gegen die Transportrichtung der Suspension abgezogen. Die Absaugeöffnung für den Wasserdampf ist mit 19 dargestellt.

Die fertige formbare Celluloselösung wird aus dem Filmtruder D mittels einer Austragspumpe (nicht dargestellt) ausgetragen und in an sich bekannter Weise z.B. einer Spinnmaschine zugeführt und zu Fasern verarbeitet. Zweckmäßige Verfahren zur Herstellung von Fasern und Folien sind beispielsweise aus der WO 93/19230 bzw. der WO 95/07811 der Anmelderin bekannt.

Die Figur 2 zeigt schematisch eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Folien- bzw. Faserwerkes, wobei mit A eine Anlage zur Herstellung von vorzugsweise feuchtem Zellstoff bezeichnet ist. Mit B, B', C und D sind die in der Figur 1 dargestellten Stofflöser und Filmtruder bezeichnet. E symbolisiert an sich bekannte Vorrichtungen zur Herstellung von Fasern, Folien oder anderen Formkörpern.

Mit dem nachfolgenden Beispiel wird die Herstellung einer formbaren Celluloselösung beschrieben.

Beispiel

100 kg Feuchtzellstoff der Type "Lenzing BKZ EM 9 feucht", welcher 50% Wasser enthält, wurde in einem Pulper der Firma Cellwood Grubbens AB (Vertikalpulper) in 600 kg einer im Handel erhältlichen Lösung von N-Methylmorpholin-N-oxid mit einem NMMO-Gehalt von ca. 58 Masse% etwa 5 Minuten lang suspendiert. Es wurde eine homogene Zellstoffsuspension mit einer Trockenstoffdichte von 8,33 Masse% Zellstoff erhalten.

Diese Suspension (58°C) wurde mit einer Geschwindigkeit von 600 kg/h in einen Filmtruder der Type Buss HS/HSG 0200 eingespeist und dort auf eine Trockenstoffdichte von 12,38 Masse% Zellstoff aufkonzentriert. Die Heizfläche des Filmtruders wurde mit Sattedampf von 160°C beheizt. Die Umfangsgeschwindigkeit des Rotors betrug 4 m/s. Es konnten pro Stunde etwa 404 kg konzentrierte Suspension mit einer Temperatur von 85°C aus dem Filmtruder abgezogen werden.

Die konzentrierte Suspension wurde mit einer Temperatur von 80°C in den Filmtruder der Type Buss HS 0200 mit einer Geschwindigkeit von etwa 404 kg/h eingespeist und dort weiter konzentriert und schließlich in eine formbare Lösung mit einer Cellulosekonzentration von 15,0% übergeführt. Die Heizfläche des Filmtruders wurde mit Sattedampf von 142°C beheizt. Die

Umfangsgeschwindigkeit des Rotors betrug 4 m/s. Es konnten pro Stunde etwa 333 kg formbare Celluloselösung mit einer Temperatur von 105°C aus dem Filmtruder abgezogen werden.

Patentansprüche:

1. Anlage zur Herstellung cellulosischer Folien, Fasern und anderer Formkörper nach dem Aminoxidverfahren, welche Anlage im wesentlichen aufweist:

- eine Mischvorrichtung (B, B') zur Herstellung einer ersten Suspension von Zellstoff in einer wäßrigen Aminoxidlösung, welche Suspension eine Trockenstoffdichte von nicht mehr als 10 Masse% Trockenzellstoff aufweist;
- eine Vorrichtung (C) zur Aufkonzentrierung der in der Mischvorrichtung (B, B') hergestellten ersten Zellstoffsuspension, in welcher Vorrichtung (C) die Zellstoffsuspension auf einer Heizfläche mechanisch schichtartig ausgebreitet, erwärmt und unter intensivem Mischen und unter Abdampfung von Wasser über diese Heizfläche transportiert wird, bis eine vorbestimmte Menge Wasser abgedampft und eine konzentrierte Zellstoffsuspension gebildet ist;
- eine Vorrichtung (D), in welcher die in der Vorrichtung (C) hergestellte konzentrierte Zellstoffsuspension in eine formbare Lösung von Cellulose übergeführt wird, und
- eine mit der Vorrichtung (D) verbundene Vorrichtung (E), in welcher die formbare Celluloselösung zu cellulosischen Folien, Fasern und anderen Formkörpern verarbeitet wird.

2. Anlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung (D) als Dünnschichtbehandlungsapparat ausgebildet ist.

3. Anlage nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung (C) als Dünnschichtbehandlungsapparat ausgebildet ist.



* C L M S *

4. Anlage nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens zwei Mischvorrichtungen (B, B') vorgesehen sind, die mit der Vorrichtung (C) leitungsmäßig verbunden sind.

5. Anlage nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Mischvorrichtung (B, B') eine Vorrichtung vorgesehen ist, welche Zellstoff zerfasern und/oder mahlen kann.

6. Integriertes Folien- und Faserwerk zur Herstellung cellulosischer Folien, Fasern und anderer Formkörper dem Aminoxidverfahren, welches Werk im wesentlichen aufweist:

- eine Anlage (A) zur Erzeugung von Zellstoff; und
- eine Anlage zur Herstellung cellulosischer Folien, Fasern und anderen Formkörpern gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, welche der Anlage (A) zur Erzeugung von Zellstoff nachgeschaltet ist.

7. Integriertes Folien- und Faserwerk nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Anlage (A) so gestaltet ist, daß sie zur Erzeugung von feuchtem Zellstoff mit einem Wassergehalt von mindestens 20 Masse% Wasser, bezogen auf den Zellstoff, dient.

8. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Folien, Fasern und-anderer Formkörper nach dem Aminoxidverfahren, gekennzeichnet durch die Kombination der Maßnahmen:

- Suspendieren von Zellstoff in einer wäßrigen Aminoxidlösung, um eine erste Suspension herzustellen,



- welche eine Trockenstoffdichte von nicht mehr als 10 Masse% Trockenzellstoff aufweist;
- Aufkonzentrieren dieser ersten Zellstoffsuspension, indem die Zellstoffsuspension auf einer Heizfläche mechanisch schichtartig ausgebreitet, erwärmt und unter intensivem Mischen und unter Abdampfung von Wasser über diese Heizfläche transportiert wird, bis eine konzentrierte Zellstoffsuspension gebildet ist;
 - Herstellen einer formbaren Celluloselösung, indem die konzentrierte Zellstoffsuspension erwärmt und unter Abdampfung von Wasser in eine formbare Celluloselösung übergeführt wird; und
 - Verarbeiten der formbaren Celluloselösung in an sich bekannter Weise zu Fasern, Folien bzw. Formkörpern;

mit der Maßgabe, daß das Aufkonzentrieren der ersten Zellstoffsuspension und die Herstellung der formbaren Celluloselösung in verschiedenen Vorrichtungen durchgeführt werden.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die formbare Celluloselösung hergestellt wird, indem die konzentrierte Zellstoffsuspension auf einer Heizfläche mechanisch schichtartig ausgebreitet, erwärmt und unter intensivem Mischen und unter Abdampfung von Wasser über diese Heizfläche transportiert wird, bis eine formbare Celluloselösung gebildet ist.

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung der ersten Suspension ein feuchter Zellstoff eingesetzt wird, der einen Wassergehalt von mindestens 20 Masse% aufweist.

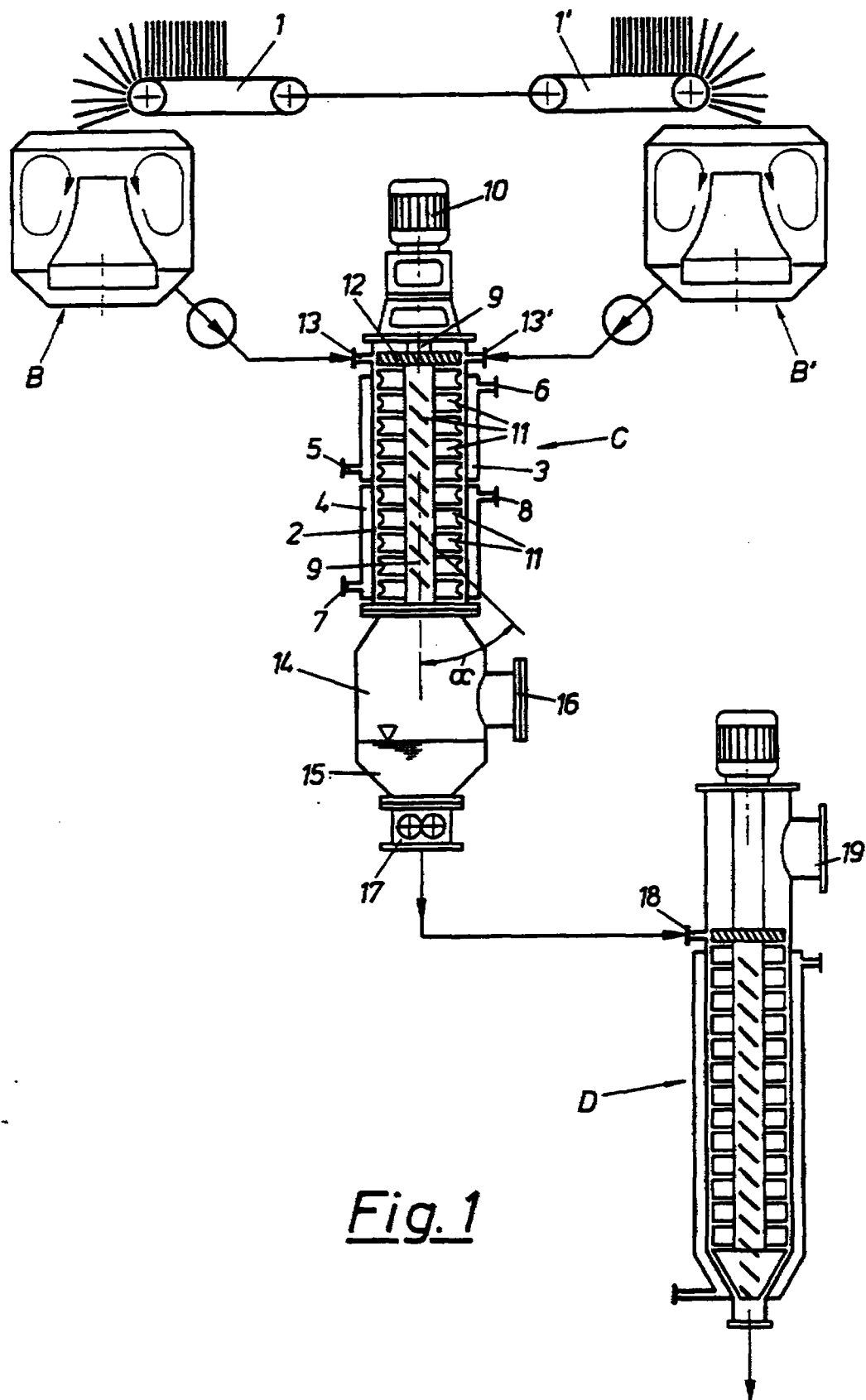


11. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Suspendieren des Zellstoffs in der wäßrigen Aminoxidlösung durch Zerfasern und/oder Mahlen von vorzerkleinertem Zellstoff in der wäßrigen Aminoxidlösung erreicht wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die konzentrierte Suspension eine Trockenstoffdichte von nicht weniger als 12 Masse Trockenzellstoff aufweist.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es kontinuierlich durchgeführt wird.
14. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Folien, Fasern und anderer Formkörper nach einem der Ansprüche 7 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Aminoxid N-Methylmorpholin-N-oxid eingesetzt wird.

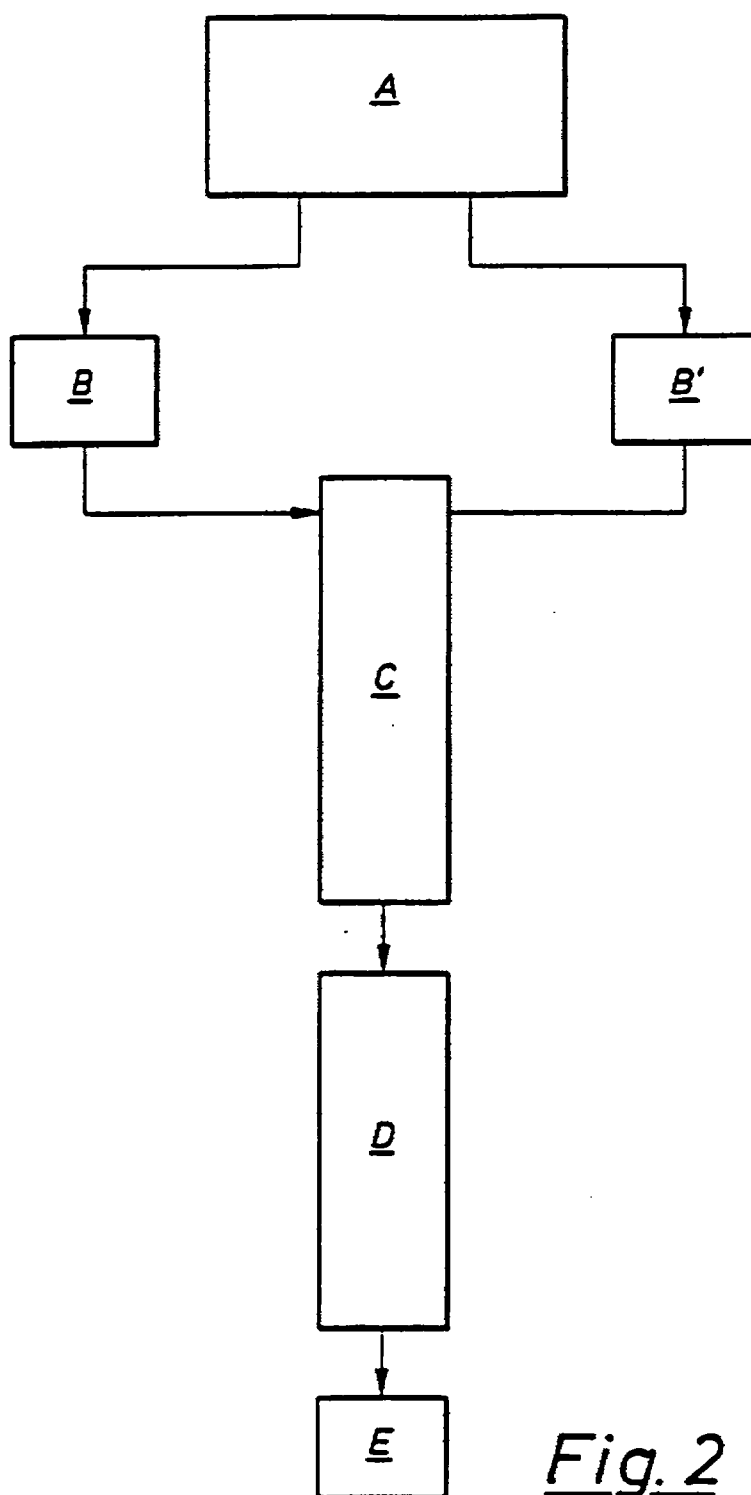


* C L M S *

1/2



2/2

Fig. 2

PLANT FOR THE PRODUCTION OF CELLULOSE FILMS AND FIBRES, AND
INTEGRATED FILM AND FIBRE PLANT

The present invention is concerned with a plant for the production of cellulose films, fibres, membranes or other moulded bodies according to the amine-oxide process, and an integrated film and fibre plant. Further, the present invention is concerned with a process for the production of cellulose films, fibres, membranes etc. according to the amine-oxide process.

From US-PS 2,179,181 it is known that tertiary amine-oxides are capable of dissolving cellulose and that from these solutions cellulose moulded bodies may be produced by precipitation in an aqueous medium. For the purposes of the present specification and claims, such a process is referred to as "amine-oxide process".

From US-A - 4,246,221, an amine-oxide process for the production of mouldable cellulose solutions using as starting material, among other substances, a mixture of cellulose in aqueous N-methylmorpholine-N-oxide (NMMO) is known. The known process is carried out discontinuously, presenting the following 4 steps for obtaining the mouldable solution:

1. processing a mixture of pulp containing approximately 6% by mass of water in an aqueous solution of NMMO in a mixing vessel by subjecting the mixture to reduced pressure and elevated temperature, a first solution being produced,
2. intermediately storing the first solution in a tank,
3. intermediately filtering said solution and
4. processing said first solution in an extruder to obtain the mouldable solution.

According to this process, cellulose may be dissolved only discontinuously, which moreover is very time-consuming. The first step already takes 1 hour and 20 minutes. In this period of time, the pulp is exposed to the amine-oxide solution at a temperature of more than 100°C, which leads to

-2-

a significant degradation of the cellulose and the amine-oxide and to undesired by-products, deteriorating the properties of the produced fibres. Moreover, the big amount of amine-oxide processed per batch implies the risk of explosions, due to the thermal instability of the amine-oxide and degradation of the polymerisation degree of the cellulose may occur.

On the other hand, EP-A - 0 356 419 published in 1990 describes a technique whereby it was possible to overcome the multi-step extruder technique, as for instance described in US-A-4,246,221, and transform a suspension of cellulose in an aqueous solution of an amine-oxide into a mouldable solution continuously and even in one single step. According to this technique, first the suspension is spread like a layer on a heating surface while being intensively mixed and treated by transporting it, while intensively mixing it, across the heating surface, the layer heating up. Simultaneously, the layer is subjected during the treatment to a reduced pressure in such a way that water evaporates and those concentration conditions are adjusted which according to the phase diagram for the ternary substance mixture cellulose/amine-oxide/water (see e.g. WO94/28212) allow for the cellulose to dissolve.

The thin-film treatment process described above conveniently is carried out in an apparatus as illustrated in EP-A - 0 356 419. This apparatus is called a thin-film treatment apparatus. An embodiment of a thin-film treatment apparatus is for instance a so-called Filmtruder, as manufactured by the company Buss AG (Switzerland). A thin-film treatment apparatus is also described in DE-OS 2 011 493.

WO 94/06530 published in 1994 uses the thin-film technique known from EP-A - 0 356 419 to obtain a mouldable solution from a mixture of cellulose in an aqueous solution of a tertiary amine-oxide. The process is carried out in a Filmtruder, analogously to an embodiment described in EP-A - 0 356 419. The process of WO 94/06530 has as its object to

-3-

save energy and proposes for this purpose to rotate the rotor more slowly.

It is the object of the present invention to provide a plant and a process for the production of cellulose films and fibres using as a starting material a suspension of pulp in an aqueous amine-oxide solution, said suspension exhibiting a dry substance density of not more than 10% by mass of dry pulp. This kind of starting material has a high water content and thus a low consistency.

The plant according to the invention for the production of cellulose films and fibres according to the amine-oxide process substantially comprises the following parts:

- a mixing device for the production of a first suspension of pulp in an aqueous amine-oxide solution, which suspension has a dry substance density of not more than 10% by mass of dry pulp;
- a device for the concentration of the first pulp suspension produced in the mixing device, wherein the pulp suspension is mechanically spread like a layer on a heating surface, heated and transported across said heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until a predetermined amount of water has evaporated and a concentrated pulp suspension is produced;
- a further device, preferably a thin-film treatment apparatus, wherein the produced concentrated pulp suspension is transformed into a mouldable solution of cellulose and
- an additional device connected to said further device or said thin-film treatment apparatus, wherein the mouldable cellulose solution is processed to cellulose films, fibres etc.

It has been shown that when processing a suspension of very humid pulp, i.e. pulp having a water content of more than 10%

-4-

by mass, in an aqueous amine-oxide solution or when processing a suspension of pulp in an amine-oxide solution having a very high water content, it is convenient to first suspend the pulp homogeneously in the aqueous amine-oxide solution by using a mixing device, said suspending being carried out without evaporating any water, then to transfer the homogeneous suspension to a further device to concentrate it by means of the film technique, particularly the thin-film technique, to produce a concentrated suspension, and then to transfer the concentrated suspension to a third device, wherein it is transformed into a solution.

A preferred embodiment of the plant according to the invention is characterized in that the device for the concentration of the first pulp suspension is a thin-film treatment apparatus.

If in the plant according to the invention a discontinuously operating mixing device is used, there should be provided at least two such mixing devices feeding the continuously operating thin-film treatment apparatus alternatively. Thus a continuous overall operation of the plant can be assured.

Another preferred embodiment of the plant according to the invention is characterized in that as a mixing device a device capable of defibrating and/or grinding pulp is provided. Such machines include machines of the hollander type, Jordan mills, refiners, disk mills and pulpers. Grinding consists in the processing of pulp between one moving and one fixed machine component.

Further, the invention is concerned with an integrated film and fibre plant for the production of cellulose films and fibres according to the amine-oxide process, said plant substantially comprising:

- a plant for the production of pulp; and

-5-

- a plant according to the invention for the production of cellulose films and fibres as described herein, said plant being provided downstream to the plant for the production of pulp.

The plant for the production of pulp usually starts from cellulose-containing raw materials, particularly wood. To produce pulp, the cellulose-containing raw material is first subjected to a chemical disintegration, attendant materials such as lignine and hemicellulose going into solution. Then the resulting pulp is purified and bleached.

A preferred embodiment of the integrated film and fibre plant according to the invention consists in that the plant for the production of pulp is designed in such a way that it is able to produce humid pulp having a water content of at least 20% by mass of water, based on the pulp. In this embodiment of the plant according to the invention, the pulp is not dried before being processed to a suspension, and thus the cellulose in the aqueous amine-oxide may be ground in a less aggressive way, later dissolving more easily.

Moreover, the invention is concerned with a process for the production of cellulose films and fibres according to the amine-oxide process, comprising:

- suspending pulp in an aqueous amine-oxide solution to produce a first suspension with a dry substance density of not more than 10% by mass of dry pulp;
- concentrating this first pulp suspension by mechanically spreading the pulp suspension like a layer on a heating surface, heating and transporting it across said heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until a concentrated pulp suspension is produced;
- producing a mouldable cellulose solution by heating the concentrated pulp suspension and transforming it into a mouldable cellulose solution while evaporating water; and

-6-

- processing said mouldable cellulose solution in a known way to fibres, films or other moulded bodies;

provided that the concentration of the first pulp suspension and the production of the mouldable cellulose solution are carried out in different devices.

A preferred embodiment of the process according to the invention is to transform the concentrated pulp suspension into a cellulose solution by mechanically spreading the suspension like a layer on a heating surface, heating it and transporting it across this heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until the mouldable cellulose solution is produced.

In the process according to the invention, a humid pulp having a water content of at least 20% by mass is preferably used for the production of the first suspension.

Another preferred embodiment of the process according to the invention is to suspend the pulp in the aqueous amine-oxide solution by means of grinding previously shredded pulp in the aqueous amine-oxide solution. It has been shown that a wet grinding in the presence of the amine-oxide disintegrates or activates the pulp in such an appropriate way that the subsequent production of the solution is achieved more readily.

The wet grinding of cellulose as such is known from CA-PS 914674. Its object is to improve the disintegration of pulp which subsequently is to be transformed into cellulose acetate for the chemical reaction.

The wet grinding consists in cutting, fibrillating and swelling the cellulose fibres. By fibrillation, those skilled in the art mean the splicing of the fibres parallelly to the fibre axis. After grinding, a substantial portion of the fibrils sticks to the fibres like fringes.

Preferably, the concentrated suspension has a dry substance density of not less than 12% by mass of dry pulp.

The process according to the invention may be carried out continuously.

In the process according to the invention for the production of cellulose films and fibres, as an amine-oxide most preferably N-methylmorpholine-N-oxide is used.

In the following an embodiment of the plant according to the invention (Figure 1) and an embodiment of the integrated film and fibre plant according to the invention (Figure 2) will be schematically illustrated by means of the attached drawings

In Figure 1, B and B' respectively denote two so-called pulpers as used for paper production. In paper production, pulpers are used to prepare a fibre paste from pulp and water, from which fibre paste finally paper is made. Pulpers which may be used in the plant according to the invention are available for instance from the company Cellwood Grubbens AB under the product name flat pulper of the W type or vertical pulper of the SRM type. In the illustrated embodiment of the plant according to the invention, the pulpers B, B' are used to prepare the first suspension from pulp and aqueous amine-oxide solution, which suspension is concentrated in thin-film treatment apparatus C and then transformed into a mouldable solution in thin-film treatment apparatus D. From thin-film treatment apparatus D, the mouldable solution is withdrawn and processed to films, fibres or other moulded bodies in a known way. This processing is not illustrated in Figure 1.

The mode of operation of this plant is as follows:

First, a predetermined amount of aqueous amine-oxide is placed in pulper B. Then pulp, in the present case as sheet pulp, is added to the pulper B by means of a belt weigher 1

-8-

while operating the rotor until the desired dry substance density is reached. Preferred dry substance densities are from 4 to 10% by mass of pulp. Subsequently, the pulp is processed in the pulper for some 15 - 30 minutes while operating the rotor to produce a homogeneous first suspension.

This homogeneous first suspension is fed to the thin-film treatment apparatus C, for instance a Filmtruder of the HS/HSG type of the company Buss AG, Switzerland. The illustration chosen for the drawing is typical of a Filmtruder (see e.g. Erich Heimgartner, "Devolatilisation of Plastics", in Ingenieurwissen, pages 69-97, Düsseldorf 1980, VDI-Verlag GmbH). Figure 1 shows a partial longitudinal section of the apparatus. 2 denotes the internal wall of a preferably upright rotational body, which in the exemplary embodiment illustrated is designed as a cylindrical container almost over its entire length. For the major part, the internal wall 2 is surrounded by a heating jacket 3,4 having connection means 5, 6, 7 and 8 for heating medium, the connection means 6 and 8 serving to supply the heating medium (saturated vapor) and the connection means 5 and 7 serving to withdraw it.

9 denotes a rotor having rotor blades 11 connected thereto driven by motor 10. The rotor blades 11, which are plain in the exemplary embodiment illustrated, extend radially to the axis, their plane enclosing an angle of inclination α relative to the axis of rotor 9, the size of the latter preferably being adjustable. In part of the rotor blades 11, this angle may be 0°.

Above the rotor blades 11, a distribution ring 12 is attached to the rotor 9, which ring spreads the cellulose suspension introduced through intake 13, 13' in layers on the internal wall 2. Thus the distribution ring 12 is provided at the level of the intake 13, 13'.

-9-

The rotor blades 11 have a radial clearance from the internal wall 2 of the container over the total extension of the container, which clearance is 20 mm at most and may be constant or may vary over the length of the container 2.

At its lower end, the container is frustoconically tapered, leading into a receptacle 14 for the concentrated pulp suspension 15. A device for stirring the concentrated suspension in receptacle 14 may be provided by e.g. joining a stirrer to the rotor, which stirrer protrudes into the suspension in receptacle 14 (not shown). The level of the suspension in receptacle 14 may be supervised by means of a radioactive level indicator.

Further, an opening 16 is provided for evacuating the container and for drawing off water vapor. The concentrated pulp suspension is discharged by means of a discharge pump 17 and introduced into the thin-film treatment apparatus D, which may be e.g. a Filmtruder of the HS 0200 type manufactured by Buss AG, Switzerland.

The thin-film treatment apparatus C functions in the following manner:

The first pulp suspension is continuously fed through the intake 13 into the container being under a reduced pressure, is seized there by the distribution ring 12, is spread on the internal wall 2 and is transported by the rotor blades 11 along the indirectly heated internal wall 2 serving as heating surface, to the outlet at the lower end of the container. Heat carrier media such as water, oil or vapor are suited for indirect heating.

The suspension is heated during its transportation along the indirectly heated internal wall 2, and simultaneously water evaporates due to the reduced pressure, so that the suspension becomes concentrated. Due to constant circulation and mixing of the cellulose suspension within the thin film,

-10-

water can be removed in a very short period of time. The water vapor is withdrawn preferably in the same direction the pulp suspension is being transported.

Since the thin-film treatment apparatus C is operating continuously and the pulper is operating discontinuously, a second pulper B' is provided producing pulp suspension in counteroperation to pulper B, so that the apparatus C may be operated without interruption.

The concentrated pulp suspension discharged from thin-film treatment apparatus C is fed into Filmtruder D and processed to a solution in a known way. The production of the solution is described in EP-A - 0 356 419. To produce the solution, the suspension is introduced through intake 18 into the Filmtruder. Filmtruder D is designed essentially the same way as Filmtruder C: the fed suspension is seized by a distribution ring and transported along a heating surface by the rotor blades and heated, while simultaneously further water is evaporated under reduced pressure, until according to the ternary phase diagram cellulose/amine-oxide/water (see e.g. WO94/28212) the pulp dissolves. The water vapor is withdrawn in opposite direction to the transportation direction of the suspension. The withdrawing opening for the water vapor is indicated by 19.

The final mouldable cellulose solution is discharged from the Filmtruder D by means of a discharge pump (not shown), fed e.g. to a spinning machine in a known way and processed to fibres. Appropriate processes for the production of fibres and films are known for instance from WO 93/19230 and WO 95/07811 respectively of the applicant.

Figure 2 schematically shows an embodiment of the film and fibre plant according to the invention, A denoting a plant for the production of preferably humid pulp. B, B', C and D denote the pulpers and Filmtruders represented in Figure 1. E

-11-

indicates known devices for the production of fibres, films or other moulded bodies.

By means of the following Example, the production of a mouldable cellulose solution will be described.

Example

100 kg of humid pulp of the "Lenzing BKZ EM 9 feucht" type containing 50% of water was suspended for about 5 minutes in a pulper of the company Cellwood Grubbens AB (vertical pulper) in 600 kg of a commercially available solution of N-methylmorpholine-N-oxide having an NMMO content of approximately 58% by mass. A homogeneous pulp suspension having a dry substance density of 8,33% by mass of pulp was obtained.

This suspension (58°C) was fed into a Filmtruder of the Buss HS/HS 0200 type at a rate of 600 kg/h and therein concentrated to a dry substance density of 12,38% by mass of pulp. The heating surface of the Filmtruder was heated by means of saturated vapor at 160°C. The circumferential rate of the rotor was 4 m/s. Approximately 404 kg of concentrated suspension per hour having a temperature of 85°C could be withdrawn from the Filmtruder.

The concentrated suspension was fed into the Filmtruder of the Buss HS 0200 type at a temperature of 80°C at a rate of about 404 kg/h, therein further concentrated and finally transformed into a mouldable solution having a cellulose concentration of 15,0%. The heating surface of the Filmtruder was heated by means of saturated vapor at 142°C. The circumferential rate of the rotor was 4 m/s. Approximately 333 kg of mouldable cellulose solution per hour having a temperature of 105°C could be withdrawn from the Filmtruder.

CLAIMS:

1. A plant for the production of cellulose films, fibres and other moulded bodies according to the amine-oxide process, said plant substantially comprising:
 - a mixing device (B, B') for the production of a first suspension of pulp in an aqueous amine-oxide solution, which suspension has a dry substance density of not more than 10% by mass of dry pulp;
 - a device (C) for the concentration of the first pulp suspension produced in said mixing device (B, B'), in said device (C) the pulp suspension being mechanically spread like a layer on a heating surface, heated and transported across said heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until a predetermined amount of water has evaporated and a concentrated pulp suspension is produced;
 - a device (D) wherein the concentrated pulp suspension produced in said device (C) is transformed into a mouldable solution of cellulose and
 - a device (E) connected to said device (D), wherein the mouldable cellulose solution is processed to cellulose films, fibres and other moulded bodies.
2. A plant according to Claim 1, characterized in that said device (D) is a thin-film treatment apparatus.
3. A plant according to Claim 1 or 2, characterized in that said device (C) is a thin-film treatment apparatus.
4. A plant according to Claim 1, 2 or 3, characterized in that at least two mixing devices (B, B') are provided which are connected to said device (C) by means of a conduit.
5. A plant according to one of the Claims 1 to 4, characterized in that as said mixing device (B, B') a



-13-

device capable of defibrating and/or grinding pulp is provided.

6. An integrated film and fibre plant for the production of cellulose films, fibres and other moulded bodies according to the amine-oxide process, said plant substantially comprising:
 - a plant (A) for the production of pulp; and
 - a plant for the production of cellulose films, fibres and other moulded bodies according to one or more of the claims 1 to 5, provided downstream to said plant (A) for the production of pulp.
7. An integrated film and fibre plant according to Claim 6, characterized in that said plant (A) is designed such that it is capable of producing humid pulp having a water content of at least 20% by mass of water, based on the pulp.
8. A process for the production of cellulose films, fibres and other moulded bodies according to the amine-oxide process, comprising:
 - suspending pulp in an aqueous amine-oxide solution to produce a first suspension with a dry substance density of not more than 10% by mass of dry pulp;
 - concentrating said first pulp suspension by mechanically spreading the pulp suspension like a layer on a heating surface, heating and transporting it across said heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until a concentrated pulp suspension is produced;
 - producing a mouldable cellulose solution by heating the concentrated pulp suspension and transforming it into a mouldable cellulose solution while evaporating water; and
 - processing said mouldable cellulose solution in a known way to fibres, films or other moulded bodies;



* C L M S *

THIS SHEET HAS BEEN REPLACED

provided that said concentration of said first pulp suspension and said production of said mouldable cellulose solution are carried out in different devices.

9. A process according to Claim 8, characterized in that said mouldable cellulose solution is produced by mechanically spreading the concentrated pulp suspension like a layer on a heating surface, heating and transporting it across said heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until a mouldable cellulose solution is produced.
10. A process according to Claim 8 or 9, characterized in that for the production of said first suspension a humid pulp having a water content of at least 20% by mass is used.
11. A process according to one of the Claims 8 to 10, characterized in that said suspending of the pulp in the aqueous amine-oxide solution is achieved by defibrating and/or grinding previously shredded pulp in said aqueous amine-oxide solution.
12. A process according to one of the Claims 8 to 11, characterized in that said concentrated suspension has a dry substance density of not less than 12% by mass of dry pulp.
13. A process according to one of the Claims 7 to 10, characterized in that it is carried out continuously.
14. A process for the production of cellulose films, fibres and other moulded bodies according to one of the Claims 7 to 11, characterized in that as the amine-oxide N-methylmorpholine-N-oxide is used.

This Sheet Has Been Replaced



Abstract

The invention is concerned with an integrated film and fibre plant for the production of cellulose films and fibres according to the amine-oxide process, said plant substantially comprising: a plant for the production of pulp; a mixing device for the production of a suspension of pulp in an aqueous amine-oxide solution, said suspension having low consistency; a device for the concentration of the pulp suspension having low consistency, wherein the pulp suspension is mechanically spread like a layer on a heating surface, heated and transported across said heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until a predetermined amount of water has evaporated and a concentrated pulp suspension is produced; a device wherein the concentrated cellulose suspension produced in the former device is transformed into a mouldable solution of cellulose, and a forming device connected to said device, wherein the mouldable cellulose solution is processed to cellulose films or fibres (Figure 1).

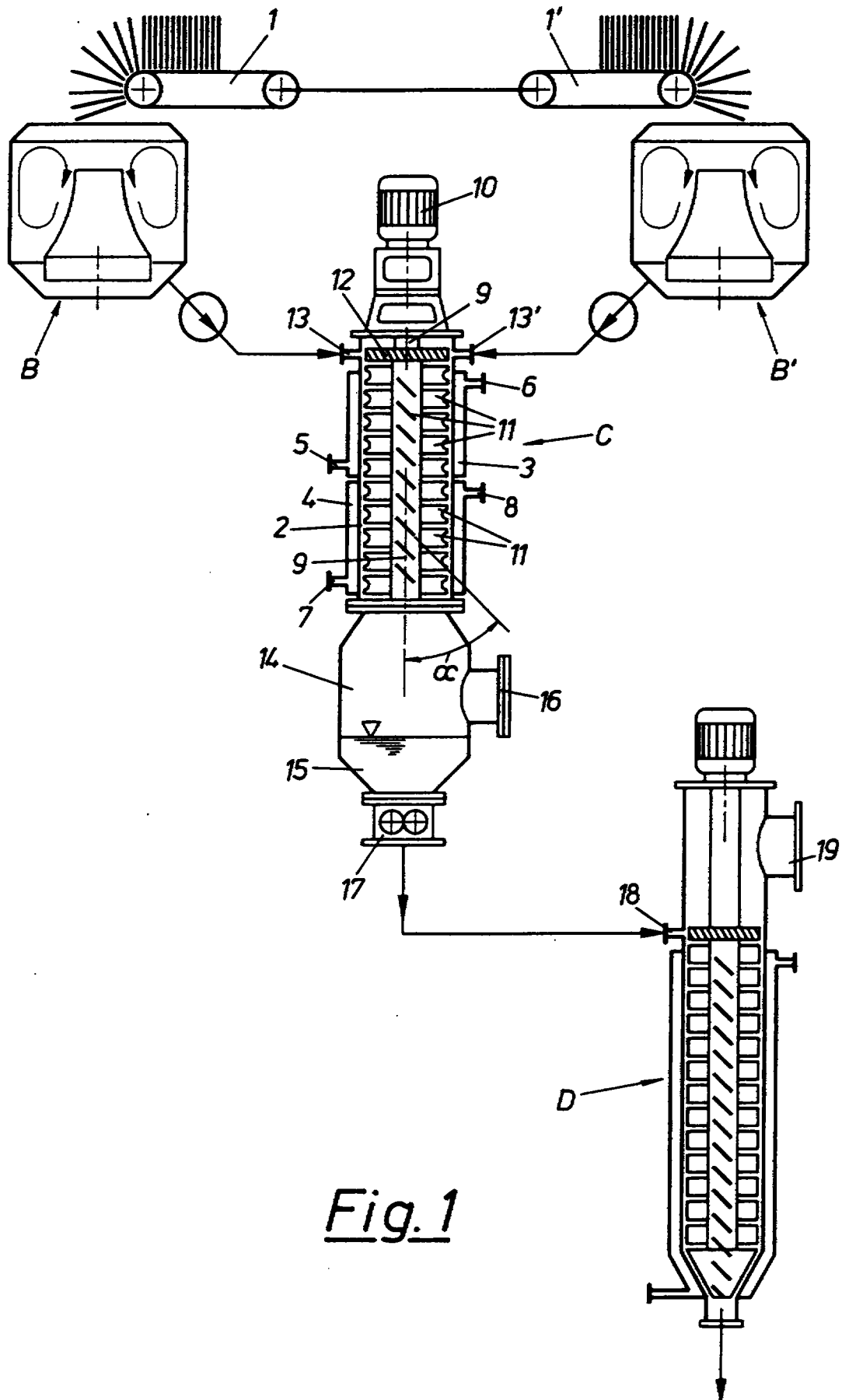


Fig. 1

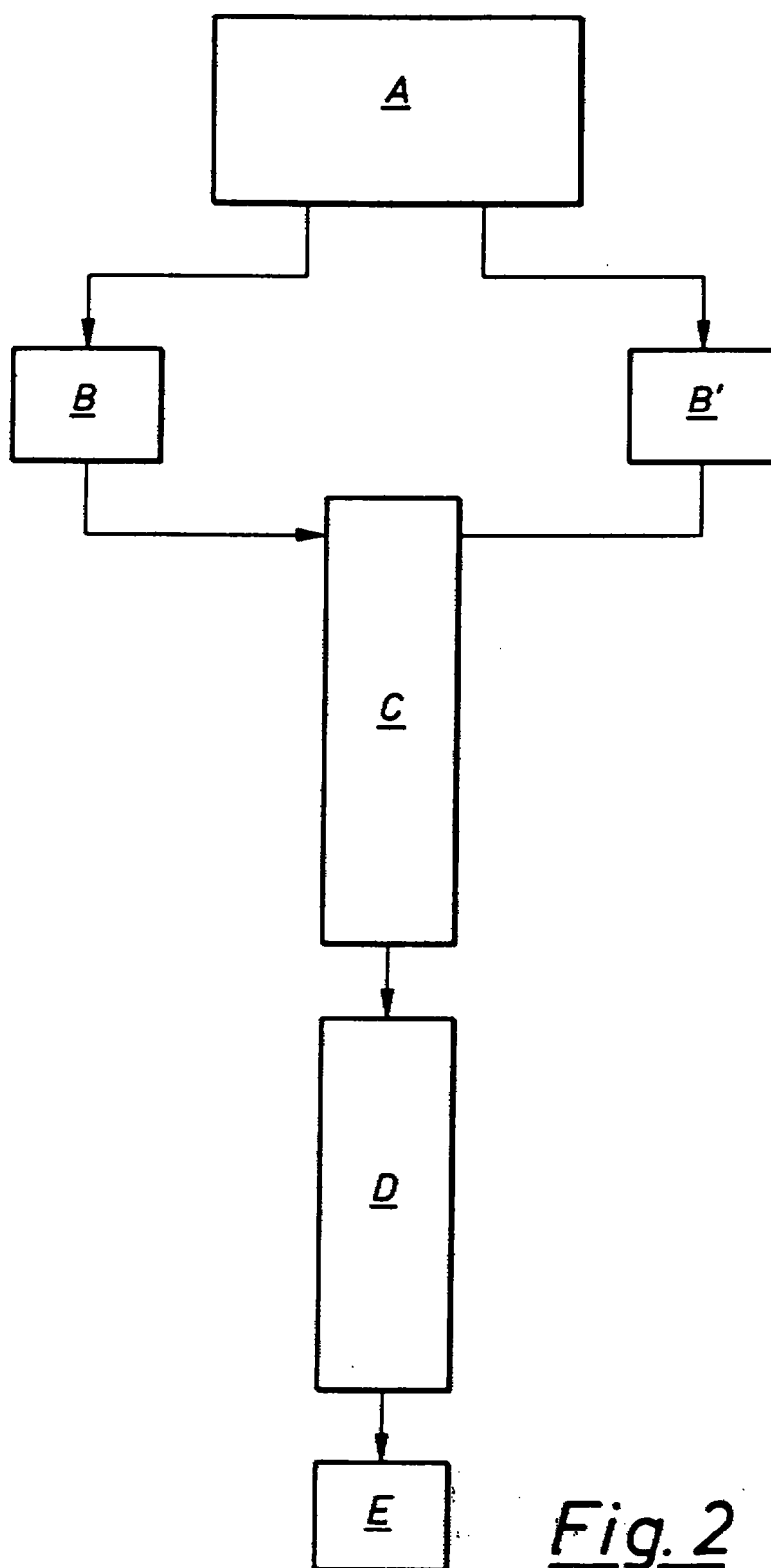


Fig. 2

20 SEP 1997

provided that said concentration of said first pulp suspension and said production of said mouldable cellulose solution are carried out in different devices.

9. A process according to Claim 8, characterized in that said mouldable cellulose solution is produced by mechanically spreading the concentrated pulp suspension like a layer on a heating surface, heating and transporting it across said heating surface while intensively mixing it and evaporating water, until a mouldable cellulose solution is produced.
10. A process according to Claim 8 or 9, characterized in that for the production of said first suspension a humid pulp having a water content of at least 20% by mass is used.
11. A process according to one of the Claims 8 to 10, characterized in that said suspending of the pulp in the aqueous amine-oxide solution is achieved by defibrating and/or grinding previously shredded pulp in said aqueous amine-oxide solution.
12. A process according to one of the Claims 8 to 11, characterized in that said concentrated suspension has a dry substance density of not less than 12% by mass of dry pulp.
13. A process according to one of the Claims 8 to 10, characterized in that it is carried out continuously.
14. A process for the production of cellulose films, fibres and other moulded bodies according to one of the Claims 8 to 11, characterized in that as the amine-oxide N-methylmorpholine-N-oxide is used.



* C L N S *