

(19)



(11)

EP 3 722 501 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
14.10.2020 Patentblatt 2020/42

(51) Int Cl.:
D21C 11/00 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **19168837.3**

(22) Anmeldetag: **12.04.2019**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA ME
Benannte Validierungsstaaten:
KH MA MD TN

(71) Anmelder: **LENZING AKTIENGESELLSCHAFT**
4860 Lenzing (AT)

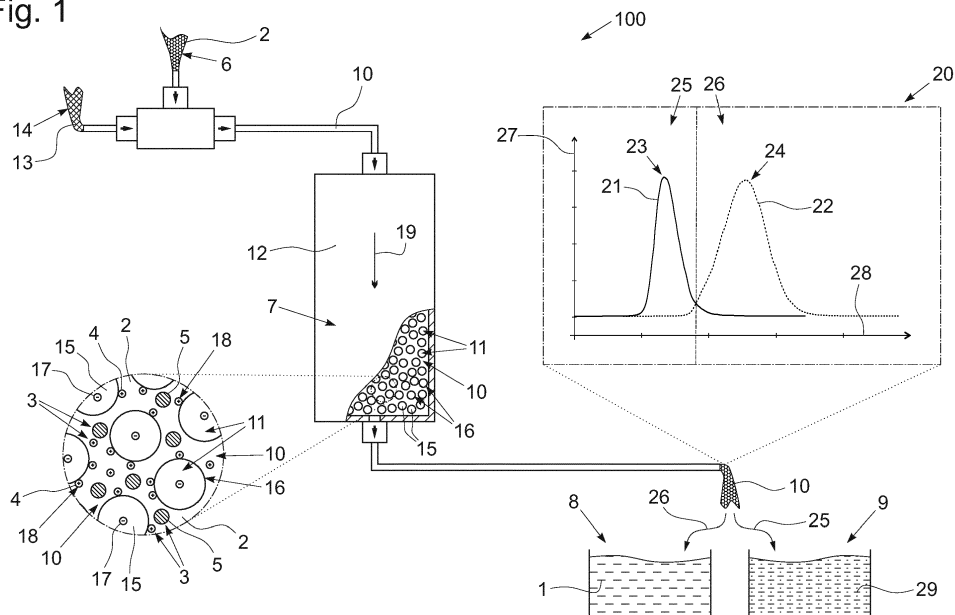
(72) Erfinder:
• **FAKKLER, Karin**
1140 Wien (AT)
• **AIGNER, Danuta**
4863 Seewalchen (AT)
• **HERCHL, Richard**
4910 Ried im Innkreis (AT)

(54) **VERFAHREN ZUR RÜCKGEWINNUNG VON ALKALISCHER LÖSUNG, SOWIE VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG REGENERIERTER CELLULOSISCHER FORMKÖRPER UMFASSENDE EIN SOLCHES VERFAHREN**

(57) Es wird ein Verfahren (100, 101, 102) zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung (1) aus einer mit Hemicellulosen (5) verunreinigten Ablauge (2) und ein Verfahren (200, 300) zur Behandlung (210, 310) eines Cellulose aufweisenden Ausgangsstoffs (203, 303) aufweisend ein solches Verfahren (100, 101, 102) gezeigt, bei welchem die Ablauge (2) als Feedstrom (6) über ein Trennverfahren (7, 50) in zumindest eine alkalisch angereicherte Zielfraktion (8), und zumindest eine Hemi-

cellulosen (5) aufweisende Restfraktion (9) aufgetrennt wird. Um eine rückgewonnene alkalische Lösung mit hoher Reinheit zu erhalten, wird vorgeschlagen, dass das Trennverfahren (7, 50) ein chromatographisches Trennverfahren (7, 50) ist und der Feedstrom (6) darin als Teil einer mobilen Phase (10) durch eine alkalibeständige stationäre Phase (11) geführt wird, um diesen in die Zielfraktion (8) und die Restfraktion (9) aufzutrennen.

Fig. 1



Beschreibung

Technisches Gebiet

[0001] Verfahren zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung aus einer mit Hemicellulosen verunreinigten Ablauge, bei dem die Ablauge als Feedstrom über ein Trennverfahren in zumindest eine alkalisch angereicherte Zielfraktion, und zumindest eine Hemicellulosen aufweisende Restfraktion aufgetrennt wird.

[0002] Zudem betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung regenerierter cellulosischer Formkörper umfassend das zuvor genannte Verfahren, sowie ein Verfahren zur Herstellung von Zellstoff umfassend das zuvor genannte Verfahren.

Stand der Technik

[0003] Es ist bekannt, dass sowohl in Verfahren zur Herstellung von Zellstoff, als auch in Verfahren zur Herstellung regenerierter cellulosischer Formkörper (beispielsweise nach einem Viskose-, oder Modalverfahren), Ablaugen als Stoffströme anfallen, welche mit Hemicellulosen angereichert und verunreinigt sind.

[0004] Unter Hemicellulosen werden im Allgemeinen Polyosen aus Pentosen und/oder Hexosen, wie etwa Xylose, Arabinose, Glucose, Mannose oder Galactose verstanden. Hemicellulosen bezeichnen insbesondere alle Polysaccharide außer Cellulose, welche als Bestandteil pflanzlicher Zellwände, deren Matrix aus fibrillärer, teilweise kristalliner Cellulose besteht, vorkommen, sowie niedermolekulare Abbauprodukte dieser Polyosen und der Cellulose, z.B. Hydroxycarbonsäuren, welche im Rahmen von Aufschlussprozessen gebildet werden können. Im Gegensatz zur Cellulose, welche ein nicht-verzweigtes Homopolymer aus Glucose ist, sind Hemicellulosen Heteropolymere aus oben genannten Pentosen und Hexosen. Oft weisen diese als Hauptkette ein Homopolymer oder Heteropolymer auf, an welcher Verzweigungen aus weiteren Zuckern gebunden sind und so ein unregelmäßiges Makromolekül bilden. Hemicellulosen besitzen gegenüber Cellulose zudem deutlich geringere Polymerisationsgrade bzw. Kettenlängen. Solche Hemicellulosen können beispielsweise Xylane, Mannane, Galactane, oder andere Pentosane bzw. Hexosane sein.

[0005] Eine Unterscheidung zwischen Cellulosen (α -Fraktion) und Hemicellulosen (β - und γ -Fraktion) wird im Stand der Technik über die Löslichkeit in 17,5 %-iger Natronlauge definiert (WÜSTENBERG, Tanja. Cellulose und Cellulosederivate: Grundlagen, Wirkungen und Applikationen. Hamburg: Behr's Verlag, 2013.). Während β - und γ -Hemicellulosen in 17,5 %-iger Natronlauge gelöst werden können, ist α -Cellulose unlöslich. Bei der anschließenden Neutralisation mit Schwefelsäure fallen dann die β -Hemicellulosen aus, während die γ -Hemicellulosen in Lösung bleiben.

[0006] Aus dem Stand der Technik (CN 103349908 A)

ist ein Verfahren zur Rückgewinnung von Natronlauge aus der in einem Viskoseverfahren anfallenden Presslauge, bekannt. Die Presslauge, welche im Viskoseverfahren beim Abpressen von Alkalicellulose anfällt und üblicherweise eine mit Hemicellulosen verunreinigte wässrige alkalische Lösung (enthaltend Natronlauge) ist, wird dabei als Feedstrom über eine Diffusionsdialyse geführt, um somit eine mit Natronlauge angereicherte rückgewonnene alkalische Lösung zu erhalten.

[0007] Verfahren zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung aus mit Hemicellulosen verunreinigten Feedströmen stehen allgemein vor der Herausforderung eine hohe Reinheit in der rückgewonnenen Lösung zu erzielen und gleichzeitig jedoch die Verdünnungen in der rückgewonnenen Lösung so gering wie möglich zu halten. Dies erfordert insbesondere eine hohe Trennschärfe zwischen Hemicellulosen und alkalischer Lösung. Aus dem Stand der Technik bekannte Rückgewinnungsverfahren, wie etwa Nanofiltrations- oder Dialyseverfahren, können diese Anforderungen jedoch teilweise nur ungenügend erfüllen, da solche Verfahren oftmals eine geringe Trennschärfe aufweisen und zu einer hohen Verdünnung in der rückgewonnenen Lösung führen, wodurch wiederum eine zusätzliche Aufkonzentrierung der rückgewonnenen Lösung nötig ist.

Offenbarung der Erfindung

[0008] Es ist daher eine Aufgabe der Erfindung ein Verfahren der eingangs erwähnten Art bereitzustellen, welches eine hohe Reinheit der rückgewonnenen alkalischen Lösung gewährleistet.

[0009] Die Erfindung löst die gestellte Aufgabe durch die Merkmale des unabhängigen Anspruchs 1.

[0010] Ist das Trennverfahren ein chromatographisches Trennverfahren und wird der Feedstrom darin als Teil einer mobilen Phase durch eine stationäre Phase geführt, um diesen in die Zielfraktion und die Restfraktion aufzutrennen, so kann eine besonders hohe Trennschärfe zwischen Hemicellulosen und alkalischer Lösung erreicht werden, und somit eine alkalisch angereicherte Zielfraktion mit geringen Verunreinigungen erhalten werden. Ist die stationäre Phase zugleich alkalibeständig, so kann zugleich ein zuverlässiges Verfahren mit langer Standzeit ermöglicht werden.

[0011] In anderen Worten ausgedrückt: der Feedstrom, welcher aus einer mit Hemicellulosen verunreinigten Ablauge gespeist wird, wird über ein chromatographisches Trennverfahren in die Zielfraktion und die Restfraktion aufgetrennt. Die Ablauge ist dabei in der Regel eine wässrige alkalische Lösung mit einem Gehalt an gelösten Stoffen zwischen 50 g/kg und 400 g/kg (inklusive Base und Hemicellulosen) und wird als Abfallprodukt bzw. als Stoffstrom aus unterschiedlichen Verfahren zur Aufbereitung, dem Aufschluss und/oder der Verarbeitung von Cellulose, wie etwa Verfahren zur Herstellung von Zellstoff oder regenerierten cellulosischen Formkörpern, anfallen. Die Ablauge, und somit der Feed-

strom, weist dabei eine Reihe an gelösten Substanzen auf: beispielsweise sind dies die Base der alkalischen Lösung, die Hemicellulosen oder Verunreinigungen aus einem Zellstoff. Die Base kann dabei beispielsweise NaOH, KOH, oder andere üblicherweise in solchen Aufschluss- und Verarbeitungsverfahren verwendete alkalische Lösungsmittel sein. Der Feedstrom wird in dem chromatographischen Trennverfahren dann als Teil der mobilen Phase durch die stationäre Phase geführt um die Auftrennung in Ziel- und Restfraktion zu erreichen. Dabei werden die gelösten Substanzen von der mobilen Phase aufgenommen und in dieser als Transportmedium durch die stationäre Phase transportiert. Das Laufmittel hilft dabei beim Transport der gelösten Substanzen durch die stationäre Phase, wobei diese mit der stationären Phase in Wechselwirkung treten. Die Stärke dieser Wechselwirkungen ist sowohl von der Art der Substanz und der mobilen und stationären Phase abhängig. Stärkere Wechselwirkung mit der stationären Phase führt zu höheren mittleren Verweilzeiten (Retentionszeiten) in der Trennsäule, wodurch die Substanzen stärker zurückgehalten werden und dadurch langsamer durch die stationäre Phase wandern. Aufgrund der unterschiedlich starken Wechselwirkungen der unterschiedlichen gelösten Substanzen mit der stationären Phase kommt es schließlich zur räumlichen Trennung der gelösten Substanzen in der mobilen Phase, wodurch ein Trennprofil entlang der stationären Phase in Durchflussrichtung gebildet wird. Das Trennprofil spiegelt dabei den örtlichen Verlauf der Konzentrationen der gelösten Substanzen in der mobilen Phase entlang der stationären Phase ab. In dem Trennprofil können demnach Bereiche entstehen, in denen ausschließlich einzelne gelöste Substanzen, wie etwa Base oder die Hemicellulosen, in hoher Konzentration in der mobilen Phase vorliegen. Diese räumliche Trennung ermöglicht demnach ein gezieltes Ausschleusen einzelner Substanzen aus der stationären Phase gemäß deren Konzentrationsverteilung im Trennprofil, womit insbesondere im Gegensatz zu bekannten Verfahren, wie etwa einer Dialyse oder Nanofiltration, eine Rückgewinnung der alkalischen Lösung mit hoher Trennschärfe ermöglicht wird.

[0012] Als mobile Phase werden insbesondere alle flüssigen oder gelösten Substanzen verstanden, die durch das chromatographische System transportiert werden. Die mobile Phase umfasst dabei in der Regel sowohl die Substanzen, die in dem Feedstrom gelöst sind und über diesen in die mobile Phase als Eluit eingetragen werden, als auch jene Substanzen die als Laufmittel bzw. Eluent in die mobile Phase eingebracht werden und dabei als Transportmedium für die gelösten Substanzen zum Einsatz kommen.

[0013] Als Zielfraktion wird im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens die gegenüber der Restfraktion alkalisch angereicherte Fraktion bezeichnet. Diese kann vorteilhafterweise im Wesentlichen aus rückgewonnener alkalischer Lösung bestehen, vorbehaltlich unvermeidbarer Verunreinigungen. In der Restfraktion verbleiben

dabei vorwiegend die Hemicellulosen und weitere unspezifische Verunreinigungen. Die Zielfraktion weist demgemäß eine höhere Alkali-Konzentration als die Restfraktion auf. Gleichzeitig ist die Zielfraktion gegenüber der Restfraktion von Hemicellulosen abgereichert, weist also eine niedrigere Konzentration an Hemicellulosen als die Restfraktion auf. Die Alkali-Konzentration kann dabei jeweils als Stoffmengenkonzentration (g/kg) der Mischungskomponente, bezogen auf das Gesamtvolumen der Mischphase, bestimmt werden.

[0014] Ist die Zielfraktion im Wesentlichen frei von Hemicellulosen, so kann eine Zielfraktion enthaltend eine alkalische Lösung mit besonders hoher Reinheit aus der Ablauge zurückgewonnen werden.

[0015] Ist die Konzentration an alkalischer Lösung in der Zielfraktion zudem höher als die Konzentration an alkalischer Lösung im Feedstrom, so kann eine Zielfraktion erhalten werden, welche auch gegenüber dem Feedstrom alkalisch angereichert ist. Auf zusätzliche nachgelagerte Verfahrensschritte zur Aufkonzentrierung der rückgewonnenen alkalischen Lösung kann somit verzichtet werden, wodurch ein verfahrenstechnisch einfacheres und effizienteres Verfahren geschaffen werden kann.

[0016] Die Zuverlässigkeit des Verfahrens zur Rückgewinnung alkalischer Lösung kann weiter erhöht werden, wenn die Ablauge im Feedstrom eine Alkali-Konzentration von zumindest 50 g/kg, bevorzugterweise von zumindest 70 g/kg, aufweist. Zudem weist die rückgewonnene alkalische Lösung in der Zielfraktion eine Alkali-Konzentration von zumindest 50 g/kg auf.

[0017] Die Zuverlässigkeit des Verfahrens kann weiter erhöht werden, wenn die stationäre Phase ein Ionentauscherharz aufweist und das chromatographische Trennverfahren somit eine Ionenaustauschchromatographie ist. Durch das Ionentauscherharz kann die stationäre Phase nämlich eine Auftrennung der gelösten Substanzen anhand ihrer Ladungen ermöglichen. Derartige Harze können beispielsweise Gelharze oder makroporöse Harze sein, die ein passieren von Flüssigkeiten erlauben. Das Ionentauscherharz bildet insbesondere eine Matrix aus geladenen funktionellen Gruppen, die reversibel Gegenionen binden können.

[0018] Die Selektivität und Trennschärfe des Verfahrens kann weiter verbessert werden, wenn das Ionentauscherharz ein Kationentauscherharz ist. Die stationäre Phase kann so reversibel in der Matrix Kationen aus der mobilen Phase binden und wieder an diese abgeben. Dies ist insbesondere vorteilhaft wenn die gelösten Substanzen wie im Falle der vorliegenden Erfindung alkalische Lösungen aufweisen. Die Kationen der alkalischen Lösung (beispielsweise Na⁺-Ionen im Falle einer Natronlauge als alkalische Lösung) haben eine hohe Affinität sich an den geladenen funktionellen Gruppen in der Matrix des Kationentauschers zu binden während andere Substanzen, wie etwa Hemicellulosen, eine deutlich geringere Affinität zur Bindung an den funktionellen Gruppen aufweisen. Die alkalische Lösung weist daher eine

höhere Retentionszeit in der stationären Phase als die Hemicellulosen auf, wodurch die Ausbildung eines Trennprofils mit scharfer Abgrenzung zwischen Hemicellulosen und alkalischer Lösung in der mobilen Phase ermöglicht wird.

[0019] Die Standzeit des chromatographischen Trennverfahrens kann verbessert werden, wenn das Ionentauscherharz alkalibeständig ist. Ein solches alkalibeständiges Ionentauscherharz kann nämlich insbesondere derart beschaffen sein, dass es durch die mobile Phase im Wesentlichen nicht gelöst oder degradiert wird, bzw. dass im Dauerkontakt mit alkalischer Lösung, welche einen pH-Wert von bis zu 14 aufweisen kann, keine Veränderungen der Struktur oder Funktion des Harzes auftreten. Ein besonders zuverlässiges Verfahren kann somit geschaffen werden.

[0020] Die Zuverlässigkeit des Verfahrens kann weiter verbessert werden, wenn das Kationentauscherharz aus der Gruppe der Styrol-Divinylbenzol-Copolymere ausgewählt wird. Insbesondere sulfonierte Styrol-Divinylbenzol-Copolymere können sich bevorzugt als erfindungsgemäße Kationentauscherharze eignen. Weisen derartige Kationentauscherharze einen Vernetzungsgrad von größer 2%, insbesondere von größer 4%, auf, so kann die Alkalibeständigkeit des Kationentauscherharzes weiter verbessert werden.

[0021] Die Zuverlässigkeit des Verfahrens kann weiter verbessert werden, wenn ein flüssiges Lösungsmittel als Laufmittel an die mobile Phase zugeführt wird, in welchem die mit Hemicellulosen verunreinigte Ablauge zumindest teilweise lösbar ist. So kann nämlich gewährleistet werden, dass die einzelnen gelösten Substanzen aus der Ablauge, welche über den Feedstrom in die mobile Phase eingetragen werden, in dieser eine hohe Löslichkeit aufweisen und nicht aus dieser ausfallen, während diese über die stationäre Phase geführt wird. Besonders bevorzugte Laufmittel können etwa Lösungsmittel sein, welche einerseits die gelösten Substanzen aus dem Feedstrom zuverlässig aufnehmen und transportieren, und andererseits ein zuverlässiges und kontrolliertes Lösen der gelösten Substanzen aus der stationären Phase erlauben. Durch geeignete Wahl des Laufmittels kann zudem die Retentionszeit der gelösten Substanzen in der mobilen Phase beeinflusst werden.

[0022] In einer Ausführungsform der Erfindung kann als Laufmittel eine wässrige NaOH-Lösung verwendet werden. Dies ist insbesondere vorteilhaft, wenn die Ablauge beispielsweise eine mit Hemicellulosen verunreinigte wässrige NaOH-Lösung ist. Die Zielfraktion kann dann eine rückgewonnen NaOH-Lösung mit geringen Verunreinigungen sein, welche eine höhere NaOH-Konzentration aufweist als die Ablauge im Feedstrom. Zudem kann dabei eine Kontamination der Zielfraktion mit Fremden Stoffen vollständig vermieden werden.

[0023] In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung kann als Laufmittel Wasser verwendet werden.

[0024] In der vorliegenden Erfindung wird im Allgemeinen eine Flüssigchromatographie als chromatographi-

sches Trennverfahren verwendet, wobei als mobile Phase eine Flüssigkeit dient, bzw. wobei die mobile Phase durch ein flüssiges Laufmittel gespeist wird. Die mobile Phase verlässt demnach die stationäre Phase auch als flüssiges Eluat, in welchem das Trennprofil ausgebildet ist.

[0025] Wird in dem chromatographischen Trennverfahren die mobile Phase durch ein Trennsystem mit mehreren seriell miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen geführt, so kann besonders zuverlässig eine Auftrennung der gelösten Substanzen in der mobilen Phase und damit eine scharfe Abgrenzung mit geringen Überlappungsbereichen der einzelnen Substanzen im darin ausgebildeten Trennprofil erreicht werden. Das Trennsystem bildet dabei vorzugsweise einen geschlossenen Kreislauf, in welchem die mobile Phase zirkuliert. Insbesondere durch mehrmalige Zirkulation der mobilen Phase im Trennsystem, kann eine noch zuverlässigere Abgrenzung der Substanzen im Trennprofil erreicht werden, womit eine Rückgewinnung der alkalischen Lösung mit hoher Reinheit ermöglicht wird. Das im Trennsystem ausgebildete Trennprofil entspricht dabei einer lokalen Konzentrationsverteilung an gelösten Substanzen im Trennsystem, bzw. in den Trennsäulen des Trennsystems.

[0026] Die zuvor genannten Vorteile können weiter ausgebaut werden, wenn das chromatographische Trennverfahren ein SMB-Chromatographieverfahren ist. In einem SMB-Chromatographieverfahren zirkuliert die mobile Phase zumindest teilweise mehrmals in dem Trennsystem, wobei jeweils ein Teil der mobilen Phase aus dem Trennsystem ausgeschleust wird. Eine Ausschleusung der mobilen Phase kann vorteilhafterweise an jenen Stellen im Trennsystem erfolgen, an denen die Konzentration für eine spezifische gelöste Substanz im Trennprofil ihr Maximum erreicht, bzw. an denen die Konzentrationen für alle anderen gelösten Substanzen ihr Minimum erreichen. So kann sichergestellt werden, dass bei der Ausschleusung eines Teils der mobilen Phase als Eluat im Wesentlichen ausschließlich nur eine gewünschte gelöste Substanz (etwa die rückzugewinnende alkalische Lösung) in diesem enthalten ist. Eine Rückgewinnung der alkalischen Lösung mit hoher Reinheit kann somit erreicht werden.

[0027] Ein besonders zuverlässiges Verfahren zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung kann geschaffen werden, wenn das Laufmittel bzw. der Feedstrom jeweils an unterschiedlichen Positionen zwischen zwei miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen in das Trennsystem (und in die mobile Phase eingeschleust) zugeführt werden und die Zielfraktion bzw. die Restfraktion jeweils an unterschiedlichen Positionen zwischen zwei miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen aus dem Trennsystem ausgeschleust werden. So kann beispielsweise die Zielfraktion entsprechend dem Trennprofil in der mobilen Phase stets an jener Position im Trennsystem ausgeschleust werden, an welcher die höchste Konzentration an jenen gelösten Substanzen

vorliegt, die über die Zielfraktion rückgewonnen werden sollen, also insbesondere die alkalische Lösung im Falle der Zielfraktion. Vorzugsweise kann die Ausschleusung der Zielfraktion an jener Position erfolgen, an welcher die relative Konzentration der alkalischen Lösung am höchsten ist, also die Konzentrationen aller anderen gelösten Substanzen am niedrigsten sind. Eine Zielfraktion mit sehr hoher Reinheit kann auf diese Weise gewonnen werden. Äquivalent dazu kann die Restfraktion an jener Position im Trennsystem ausgeschleust werden, an welcher entsprechend dem Trennprofil die Konzentrationen der anderen gelösten Substanzen maximal sind, oder die Konzentration der alkalischen Lösung minimal ist. Zudem können Laufmittel und Feedstrom an entsprechenden Positionen im Trennsystem eingeschleust werden um einen kontinuierlichen Fluss an mobiler Phase in dem Trennsystem zu gewährleisten.

[0028] Die Ausbeute der rückgewonnenen alkalischen Lösung kann weiter erhöht werden, wenn der Feedstrom vor dessen Zuführen zum chromatographischen Trennverfahren über eine Nanofiltration geführt wird, und die mobile Phase mit dem Permeat oder dem Retentat der Nanofiltration an Stelle des Feedstroms beschickt wird. Durch die Nanofiltration wird der Feedstrom in ein alkalisches Permeat und ein mit Hemicellulosen angereichertes Retentat aufgetrennt. Durch die hohe Trennschärfe der Nanofiltration kann der Großteil der im Feedstrom enthaltenen alkalischen Lösung die Nanofiltration als Permeat passieren, während die im Feedstrom gelösten Substanzen, welche aus großen Molekülen bestehen, wie etwa die Hemicellulosen, von der Nanofiltration als Retentat zurückgehalten und ausgeschieden werden. Das Permeat kann dann im Wesentlichen rückgewonnene alkalische Lösung und gegebenenfalls Rückstände von Hemicellulosen aufweisen. Das Retentat hingegen kann den überwiegenden Teil der Hemicellulosen aus dem Feedstrom und Reste an alkalischer Lösung enthalten. Wird die mobile Phase des Trennverfahrens mit dem Permeat der Nanofiltration an Stelle des Feedstroms beschickt, so kann die Hemicellulosen-Last im chromatographischen Trennverfahren deutlich reduziert werden, wodurch ein Verfahren zur Rückgewinnung der alkalischen Lösung mit hoher Reinheit erreicht werden kann. Auf der anderen Seite kann die mobile Phase des Trennverfahrens auch mit dem Retentat aus der Nanofiltration beschickt werden, wodurch die Rückstände an alkalischer Lösung aus dem Retentat zuverlässig rückgewonnen werden können und ein Verfahren zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung mit sehr hoher Rückgewinnungsrate geschaffen werden kann. Zudem kann eine im Wesentlichen von alkalischer Lösung freie, Hemicellulosen aufweisende Restfraktion geschaffen werden, welche sich zur weiteren Verarbeitung, etwa der Abtrennung und Isolierung von Polysacchariden, wie etwa Xylanen, Mannanen, Galactanen, etc., besonders eignet.

[0029] Wird der Feedstrom vor dessen Zuführen zum chromatographischen Trennverfahren zudem über eine

Vorfiltration geführt, so können ungewünschte Partikel und/oder gröbere Verunreinigungen zuverlässig aus dem Feedstrom entfernt werden, welche sich nachteilig auf die stationäre Phase im chromatographischen Trennverfahren auswirken können, etwa durch die Bildung von Ablagerungen. Besonders zuverlässig können die Partikel entfernt werden, wenn die Vorfiltration eine Mikrofiltration ist. Das Permeat der Vorfiltration enthält dann den von Partikeln befreiten Feedstrom, welcher dann in weiterer Folge dem chromatographischen Trennverfahren direkt oder über eine optional vorgeschaltete Nanofiltration zugeführt werden kann. Somit kann die Zuverlässigkeit des erfindungsgemäßen Verfahrens weiter verbessert werden.

[0030] Wird vor dessen Zuführen zum chromatographischen Trennverfahren das Laufmittel über eine Entgasungseinrichtung geführt, so kann auf verfahrenstechnisch einfache Weise ein Entfernen der Gaskomponenten aus dem Laufmittel erfolgen. Werden aus dem Laufmittel die darin enthaltenen Gaskomponenten entfernt, so kann ein im Wesentlichen von Gaskomponenten freies Laufmittel bereitgestellt werden, welches die Zuverlässigkeit des erfindungsgemäßen Verfahrens weiter erhöhen kann. Durch die Entfernung der Gaskomponenten aus dem Laufmittel kann nämlich sichergestellt werden, dass sich in der stationären Phase des chromatographischen Trennverfahrens keine Gasblasen bilden, welche den Stoffaustausch über die stationäre Phase negativ beeinträchtigen bzw. nachhaltig stören und schließlich zum Erliegen bringen können. Zudem kann ein zu hoher O₂-Gehalt im in der mobilen Phase das Harz der stationären Phase schädigen und somit die Standzeit deutlich verkürzen. Durch ein Entfernen der Gaskomponenten aus dem Laufmittel kann somit ein zuverlässiges Verfahren mit langer Standzeit geschaffen werden.

[0031] Im Allgemeinen wird festgehalten, dass unter Gaskomponenten Stoffe verstanden werden, welche bei der Betriebstemperatur des Laufmittels einen gasförmigen Aggregatzustand aufweisen, jedoch bei gegebenem Partialdruck eine Löslichkeit in diesem aufweisen und somit zumindest teilweise im Laufmittel als gelöste Komponenten vorliegen.

[0032] Die Gaskomponenten können besonders zuverlässig aus dem Laufmittel entfernt werden, wenn das Laufmittel in der Entgasungseinrichtung einem Vakuum ausgesetzt wird. Damit kann ein kostengünstiges und technisch einfaches Verfahren zur Entgasung des Laufmittels bereitgestellt werden, welches für eine zuverlässige Entfernung der Gaskomponenten sorgen kann. Dabei kann das Laufmittel etwa über eine gasdurchlässige, unter Vakuum stehende Membran geführt werden um einen hohen Durchsatz zu ermöglichen. Alternativ kann das Laufmittel in der Entgasungseinrichtung auch beispielsweise mit Ultraschall (etwa über eine Sonotrode) oder thermisch behandelt werden um die Gaskomponenten zu entfernen.

[0033] Das erfindungsgemäße Verfahren kann sich zudem vorteilhaft in einem Verfahren gemäß Anspruch

10 eignen.

[0034] In einem solchen Verfahren, bei dem ein Cellulose aufweisender Ausgangsstoff mit einer wässrigen alkalischen Behandlungslösung behandelt wird und in einem weiteren Schritt eine mit Hemicellulosen verunreinigte Ablauge aus dem mit der Behandlungslösung behandelten Ausgangsstoff erhalten wird, kann diese Ablauge nämlich als Feedstrom einem Verfahren zur Rückgewinnung von alkalischen Lösung nach einem der Ansprüche 1 bis 9 zugeführt werden, wobei eine rückgewonnene alkalische Lösung aus der Zielfraktion erhalten wird. Das Erhalten der Ablauge kann etwa durch Abtrennung des mit der Behandlungslösung behandelten Ausgangsstoffs, beispielsweise durch Filtern, Pressen, Auswaschen, Herauslösen, etc., von der Behandlungslösung erfolgen, wobei zumindest ein Teil der verbrauchten Behandlungslösung zusammen mit einer eventuellen Löse-, Wasch- oder Filterflüssigkeit als Ablauge erhalten wird. Eine Behandlung des Ausgangsstoffs mit alkalischer Lösung im Sinne der vorliegenden Erfindung kann beispielsweise ein Alkalisieren oder ein Lösen der im Ausgangsstoff enthaltenen Cellulose sein. Ein solcher Ausgangsstoff kann beispielsweise ein Zellstoff oder eine Zellstoff-Vorstufe sein. Im Zuge des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 9 kann der die Ablauge enthaltende Feedstrom in eine Zielfraktion und eine Restfraktion aufgetrennt werden, wobei die Zielfraktion die rückgewonnene alkalische Lösung aufweist und die Restfraktion großteils die Hemicellulosen aus der Ablauge enthält. Die dabei erhaltene rückgewonnene alkalische Lösung kann dabei mit hoher Reinheit und geringen Verunreinigungen zurückgewonnen werden kann.

[0035] Ein solches zuvor genanntes Verfahren kann sich besonders in einem Verfahren zur Herstellung regenerierter cellulosischer Formkörper eignen, wobei der Ausgangsstoff ein Zellstoff, vorzugsweise ein Chemiezellstoff (Dissolving Pulp), ist, welcher sich für die Herstellung von regenerierten cellulosischen Formkörpern eignet.

[0036] Die genannten Vorteile können weiter verbessert werden, wenn in dem zuvor beschriebenen Verfahren die rückgewonnene alkalische Lösung zur weiteren Behandlung des Ausgangsstoffs verwendet wird. Die rückgewonnene alkalische Lösung kann dabei an die Behandlungsstufe, in welcher der Ausgangsstoff mit der alkalischen Lösung behandelt wird, zurückgeführt werden um weiteren Ausgangsstoff zu behandeln. Ein besonders kosteneffizientes Verfahren mit geringem Ressourceneinsatz kann damit geschaffen werden.

[0037] Umfasst die Behandlung dabei eine Alkalisierung des Ausgangsstoffs zum Erhalten von Alkalicellulose, so können sich die zuvor genannten Effekte und Vorteile besonders vorteilhaft in einem Viskose- oder Modalverfahren angewendet werden. Viskose- und Modalverfahren sind Verfahren zur Herstellung regenerierter cellulosischer Formkörper, in denen als Behandlungslösung eine wässrige NaOH-Lösung verwendet wird. In einer Alkalisierungsstufe (Behandlungsstufe) wird dann

zur Alkalisierung bzw. Umwandlung von Cellulose in Alkalicellulose der Zellstoff (Ausgangsstoff) mit der NaOH-Lösung behandelt, und anschließend durch Pressen die NaOH-Lösung wieder von der Alkalicellulose getrennt.

Aus der dabei erhaltene Ablauge oder Presslauge kann sodann gemäß einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9 eine rückgewonnene, NaOH aufweisende, alkalische Lösung erhalten werden, indem diese als Feedstrom dem Trennverfahren zugeführt werden, wodurch ein kosteneffizienteres Viskose- oder Modalverfahren mit geringerem Ressourcenverbrauch geschaffen werden kann.

[0038] In weiterer Folge kann die erhaltene rückgewonnene alkalische Lösung dann wieder an die Alkalisierungsstufe zur weiteren Alkalisierung von Zellstoff rückgeführt werden. Alternativ kann die rückgewonnene alkalische Lösung auch für die Lösung eines Cellulose-Derivats (bspw. Cellulosexanthogenat) zur Herstellung einer Spinnmasse verwendet werden. Auf diese Weise können Viscose- bzw. Modalverfahren mit einem geschlossenen Stoffkreislauf geschaffen werden, welche sich durch eine hohe Wirtschaftlichkeit auszeichnen können.

[0039] Umfasst alternativ die Behandlung ein chemisches Entfernen von Hemicellulosen aus dem Ausgangsstoff, wobei die Behandlungslösung eine Extraktionslauge aufweist, so können sich die vorteilhaften Effekte des Verfahrens besonders in einem Verfahren zur Herstellung eines Zellstoffs, insbesondere der Herstellung eines Chemiezellstoffs, auszeichnen. In so einem Verfahren zur Herstellung eines Zellstoffs, oder Zellstoffverfahren, wird ein Ausgangsstoff, welcher vorzugsweise ein aus einer Kochstufe erhaltener Zellstoff ist, in einer Extraktionsstufe als Behandlungsstufe mit einer alkalischen Lösung als Extraktionslauge behandelt. Die Extraktionslauge kann dabei vorzugsweise etwa eine wässrige NaOH-Lösung sein. Durch die Behandlung mit der Extraktionslauge werden die Hemicellulosen aus dem Ausgangsstoff gelöst und in einem nachfolgenden Schritt wird die Extraktionslauge durch Waschen und/oder Pressen von dem Ausgangsstoff getrennt und eine mit Hemicellulosen verunreinigte Ablauge erhalten. Die Extraktionsstufe umfasst damit ein chemisches Entfernen von Hemicellulosen aus dem Ausgangsstoff. Die erhaltene Ablauge kann dann einem Verfahren zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung nach einem der Ansprüche 1 bis 9 zugeführt werden, wobei eine Zielfraktion mit rückgewonnener alkalischer Lösung erhalten wird.

[0040] Die dabei erhaltene rückgewonnene alkalische Lösung kann dann zum weiteren Entfernen von Hemicellulosen aus dem Ausgangsstoff an die Extraktionsstufe im Zellstoffverfahren zurückgeführt werden. Auf diese Weise kann eine Zellstoffverfahren mit geschlossenem Kreislauf und geringerem Ressourcenverbrauch geschaffen werden.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

[0041] Im Folgenden werden die Ausführungsarten der Erfindung anhand der Zeichnungen beschrieben. Es zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Darstellung eines Verfahrens zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung gemäß einer ersten Ausführungsform,
- Fig. 2 eine schematische Darstellung eines Verfahrens zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung gemäß einer zweiten Ausführungsform in einem ersten Verfahrensschritt,
- Fig. 3 eine schematische Darstellung des Verfahrens gemäß Fig. 2 in einem zweiten Verfahrensschritt,
- Fig. 4 eine schematische Darstellung eines Verfahrens zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung gemäß einer dritten Ausführungsform,
- Fig. 5 eine schematische Darstellung eines Verfahrens zur Herstellung von regenerierten cellulosischen Formkörpern,
- Fig. 6 eine schematische Darstellung eines Verfahrens zur Herstellung eines Zellstoffs, und
- Fig. 7 die Analyseergebnisse eines Trennprofils in einer mobilen Phase gemäß einem ersten Beispiel.

Wege zur Ausführung der Erfindung

[0042] In den Figuren 1 bis 4 sind Verfahren 100, 101, 102 zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung 1 aus einer Ablauge 2 dargestellt. Die Ablauge 2 ist dabei eine wässrige alkalische Lösung 2, welche zumindest eine Base 4 und Hemicellulosen 5 als gelöste Substanzen 3 aufweist. Die Ablauge 2 wird dann als Feedstrom 6 über ein chromatographisches Trennverfahren 7, 50 geführt, wobei der Feedstrom 6 in zumindest eine Zielfraktion 8 und eine Restfraktion 9 aufgetrennt wird.

[0043] In Fig. 1 ist ein chromatographisches Trennverfahren 7 mit einer Trennsäule 12 gemäß einer ersten Ausführungsvariante der Erfindung dargestellt, in dem eine mobile Phase 10 über eine stationäre Phase 11 in der Trennsäule 12 geführt, wobei die mobile Phase 10 mit dem Feedstrom 6 gespeist wird und der Feedstrom 6 als Teil der mobilen Phase 10 die stationäre Phase 11 passiert. Die in der Ablauge 2 gelösten Substanzen 3 gelangen somit über den Feedstrom 6 in die mobile Phase 10 und werden in der mobilen Phase 10 durch die stationäre Phase 11 transportiert. Die mobile Phase 10 selbst wird zudem durch ein Lösungsmittel 13 als Laufmittel 14 versorgt, welches für den Transport der gelösten Substanzen 3 sorgt. Das Lösungsmittel 13 kann dabei in dem Ausführungsbeispiel bevorzugt Wasser oder eine wässrige alkalische Lösung, wie etwa Natronlauge, sein. Die gelösten Substanzen 3 wechselwirken gemäß der für die Art der gelösten Substanzen 3 spezifischen Art und Weise beim Transport durch die stationäre Phase

11 mit dieser, wodurch sie mit unterschiedlichen Retentionszeiten von der stationären Phase 11 eluiert werden und in die mobile Phase 10 übergehen und somit schließlich in jeweils unterschiedlichen Konzentrationen und Konzentrationsverhältnissen zueinander in Zielfraktion 8 und Restfraktion 9 vorliegen. Die stationäre Phase 11 besteht dabei bevorzugt aus einem sulfonierten Polystyrol-Divinylbenzol-Harz als Kationentauscherharz 15, welches eine in der Trennsäule 12 verteilte Matrix 16 aus negativ geladenen funktionellen Gruppen 17 ausbildet. Die Kationen 18 der Base 4 können demgemäß stärker mit den funktionellen Gruppen 17 im Kationentauscherharz 15 wechselwirken und damit eine höhere Retentionszeit in der stationären Phase 11 als die Hemicellulosen 5 aufweisen.

[0044] Durch die Verzögerung der Base 4 gegenüber den Hemicellulosen 5 beim Durchlaufen der stationären Phase 11 findet eine räumliche Trennung bzw. Retardierung der gelösten Substanzen 3 entlang der stationären Phase 11 in der Trennsäule 12 in Durchflussrichtung 19 statt. Durch diese räumliche Trennung bildet sich ein Trennprofil 20 in der mobilen Phase 10 aus, welches die örtliche Verteilung der Konzentrationen der gelösten Substanzen 3 in der mobilen Phase 10 nach der Trennsäule 12 widerspiegelt. Beim Austritt der mobilen Phase 10 aus der Trennsäule 12 des chromatographischen Trennverfahrens 7 schlägt sich die örtliche Verteilung des Trennprofils 20 in der mobilen Phase 10 dann als zeitlich abhängige Konzentrationsverteilung 21, 22 der gelösten Substanzen 3 nieder und kann als Konzentration 27, oder einer von der Konzentration 27 linear abhängigen Größe der jeweiligen gelösten Substanz 3 in Abhängigkeit der Zeit 28 dargestellt werden.

[0045] Die Konzentrationsverteilung 21 der Hemicellulosen 5 und die Konzentrationsverteilung 22 der Base 4 weisen dabei jeweils unterschiedliche Positionen der Konzentrationsmaxima 23, 24 auf, wodurch das Trennprofil 20 in zwei Bereiche 25, 26 unterteilt werden kann. Der erste Bereich 25 repräsentiert dabei jenen Teil des Trennprofils 20, in dem die mobile Phase 10 vorwiegend Hemicellulosen 5 als gelöste Substanzen 3 aufweist, während der zweite Bereich 26 den Teil des Trennprofils 20 repräsentiert, in dem die mobile Phase 10 fast ausschließlich die Base 4 als gelöste Substanzen 3 enthält.

[0046] In dem Verfahren gemäß Fig. 1 wird, um den Feedstrom 6, welcher als Teil der mobilen Phase 10 durch die Trennsäule 12 geführt wird, in die Zielfraktion 8 und die Nebenfraktion 9 aufzutrennen, die mobile Phase 10 beim Austritt aus der Trennsäule 12 gemäß den Bereichen 25, 26 des Trennprofils zeitlich aufgetrennt. Der erste Bereich 25, welcher durch eine hohe Konzentration 27 an Hemicellulosen 5 gekennzeichnet ist wird als Restfraktion 9 ausgeschieden, während der zweite Bereich 26, welcher sich durch eine hohe Konzentration 27 der Base 4 auszeichnet, als Zielfraktion 8 erhalten wird. Die Zielfraktion 8 enthält dann die rückgewonnene alkalische Lösung 1, während die Restfraktion 9 eine mit Hemicellulosen angereicherte Lösung 29 enthält. Die

Zielfraktion 8 weist dann eine höhere Konzentration der Base 4 im Verhältnis zu den Hemicellulosen 5 als die Restfraktion 9 und die Ablauge 2 auf, während die Restfraktion 9 eine höhere Konzentration der Hemicellulosen 5 im Verhältnis zu der Base 4 als die Zielfraktion 8 und die Ablauge 2 aufweist.

[0047] In den Fig. 2 und 3 ist ein Verfahren 101 gemäß einer zweiten Ausführungsvariante der Erfindung dargestellt, worin eine mobile Phase 10 durch ein SMB-Chromatographieverfahren 50 mit einem Trennsystem 51 aus mehreren (im gegenständlichen Ausführungsbeispiel exemplarisch mit acht Trennsäulen dargestellt) Trennsäulen 52.1, 52.2, 52.3, 52.4, 52.5, 52.6, 52.7, 52.8 (52.1-52.8) geführt wird, wobei die Trennsäulen 52.1-52.8 über Knotenpunkte 53.1, 53.2, 53.3, 53.4, 53.5, 53.6, 53.7, 53.8 (53.1-53.8) in Serie miteinander zu dem Trennsystem 51 strömungsverbunden sind und einen geschlossenen Kreislauf bilden. Die stationäre Phase 11 ist über alle Trennsäulen 52.1-52.8 verteilt und weist ebenso ein Polystyrol-Divinylbenzol-Harz als Kationentauscherharz 15 auf. Die mobile Phase 10 zirkuliert dabei zumindest teilweise mehrmals in der stationären Phase 11 in dem Trennsystem 51. Durch die Zirkulation der mobilen Phase 10 findet äquivalent wie zuvor für das erste Ausführungsbeispiel beschrieben aufgrund der unterschiedlichen Retentionszeiten der gelösten Substanzen 3 eine räumliche Trennung der gelösten Substanzen 3 entlang der stationären Phase 11 in dem Trennsystem 51 in Durchflussrichtung 54 statt. Durch diese räumliche Trennung der gelösten Substanzen 3 bildet sich wiederum ein Trennprofil 60 aus, in welchem sich die unterschiedlichen Konzentrationsverteilungen 61, 62 für die Hemicellulosen 5 und die Base 4 widerspiegeln. Das Trennprofil 60 kann dabei in Bereiche I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII unterteilt werden, welche respektive dem jeweiligen Teil der mobilen Phase 10 in den Trennsäulen 52.1-52.8 entsprechen. Die Konzentrationsverteilungen 61, 62 geben also die jeweilige Konzentration 63 der gelösten Substanz 3 in Abhängigkeit der Position 64 im Trennsystem 51 an.

[0048] Zur Speisung der mobilen Phase 10, werden der Feedstrom 6 und das Laufmittel 14 jeweils in jedem Verfahrensschritt an unterschiedlichen Positionen in das Trennsystem 51 zugeführt. Dies geschieht jeweils an unterschiedlichen Knotenpunkten 53.1-53.8 zwischen zwei miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen 52.1-52.8. Äquivalent werden Zielfraktion 8 und Restfraktion 9 in jedem Verfahrensschritt an unterschiedlichen Positionen aus dem Trennsystem 51 ausgeschleust. Auch dies geschieht stets an unterschiedlichen Knotenpunkten 53.1-53.8 zwischen zwei miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen 52.1-52.8 entsprechend der lokalen Konzentration 63 der gelösten Substanzen 3 im Trennprofil 60.

[0049] Es wird angemerkt, dass die im Folgenden beschriebene Konfiguration des Verfahrens 101 rein beispielhaft ist und lediglich der Veranschaulichung des Verfahrensprinzips dient, wobei diese Konfiguration anhand

eines fiktiven Trennprofils 60 bzw. fiktiven Konzentrationsverteilungen 61, 62 gewählt wurde. Die tatsächliche Konfiguration, insbesondere die Positionen der Zuführung von Feedstrom 6 und Laufmittel 14 sowie der Ausschleusung von Zielfraktion 8 und Restfraktion 9, hängen von der Art der Base 4 und den tatsächlichen Konzentrationen von Base 4 und Hemicellulosen 5 in der Ablauge 2 ab.

[0050] Fig. 2 stellt einen ersten Verfahrensschritt des Verfahrens 101 dar, wobei der Feedstrom 6 am Knotenpunkt 53.8 zwischen den Trennsäulen 52.8 und 52.1 zugeführt wird und das Laufmittel 14 am Knotenpunkt 53.4 zwischen den Trennsäulen 52.4 und 52.5 an die mobile Phase 10 im Trennsystem 51 zugeführt wird. Während Laufmittel 14 am Knotenpunkt 53.4 an die mobile Phase zugeführt wird, wird gleichzeitig am Knotenpunkt 53.6 zwischen den Trennsäulen 52.6 und 52.7 die Zielfraktion 8, welche die rückgewonnene alkalische Lösung 1 aufweist, aus der mobilen Phase 10 ausgeschleust. Äquivalent wird am Knotenpunkt 53.2 zwischen den Trennsäulen 52.2 und 52.3 die Restfraktion 9 aus der mobilen Phase ausgeschleust, während der Feedstrom 6 am Knotenpunkt 53.8 zugeführt wird. Das Laufmittel 14 ist damit über die Trennsäulen 52.5 und 52.6 mit der Zielfraktion 8 strömungsverbunden, und der Feedstrom ist über die Trennsäulen 52.1 und 52.2 mit der Restfraktion 9 strömungsverbunden.

[0051] Die Entnahme der Zielfraktion 8 am Knotenpunkt 53.6 findet an einer Position im Trennsystem 51 statt, an der gemäß der Konzentrationsverteilungen 61, 62 im Trennprofil 60 ausschließlich die Base 4 als gelöste Substanz 3 in der mobilen Phase 10 vorliegt. Dies kann im Trennprofil 60 als Bereich VI der mobilen Phase 10 identifiziert werden, welcher sich in der Trennsäule 52.6 befindet. Die Zielfraktion 8 besteht somit im Wesentlichen nur aus rückgewonnener alkalischer Lösung 1 mit sehr hoher Reinheit. Auf der anderen Seite wird die Restfraktion 9 am Knotenpunkt 53.2 entnommen, also an einer Position im Trennsystem 51, an der ausschließlich Hemicellulosen 5 als gelöste Substanzen 3 in der mobilen Phase 10 vorliegen, wie dies aus dem Trennprofil 60 im Bereich II ersichtlich ist, welcher sich in der Trennsäule 52.2 befindet.

[0052] Am Ende des Verfahrensschrittes wird das Zuführen von Laufmittel 14 und Feedstrom 6 sowie die Entnahme von Zielfraktion 8 und Restfraktion 9 beendet. Die Zuführung und Entnahme rückt dann in Durchflussrichtung 54 im Trennsystem 51 jeweils um einen Knotenpunkt 53.1-53.8 weiter.

[0053] In Fig. 3 ist das Verfahren 101 aus Fig. 2 in einem weiteren Verfahrensschritt dargestellt, wobei die Zuführung von Laufmittel 14 nun an Knotenpunkt 53.5 zwischen den Trennsäulen 52.5 und 52.6 erfolgt, die Zuführung von Feedstrom 6 an Knotenpunkt 53.1 zwischen den Trennsäulen 52.1 und 52.2 erfolgt, die Entnahme von Zielfraktion 8 an Knotenpunkt 53.7 zwischen den Trennsäulen 52.7 und 52.8 erfolgt und die Entnahme von Restfraktion 9 an Knotenpunkt 53.3 zwischen den Trenn-

säulen 52.3 und 52.4 erfolgt. Damit wurden Zufuhr und Entnahme gegenüber dem ersten Verfahrensschritt in Fig. 2 um jeweils einen Knotenpunkt 53.1-53.8 weitergerückt.

[0054] Durch den kontinuierlichen Fluss an mobiler Phase 10 in Durchflussrichtung 54 hat sich während des ersten Verfahrensschritts auch das Trennprofil 60 um im Trennsystem 51 weiterbewegt, was in Fig. 3 an dem veränderten Trennprofil 60' mit den veränderten Konzentrationsverteilungen 61', 62' der Hemicellulosen 5 und Base 4 erkennbar ist. Der zur Entnahme von Zielfraktion 8 aus der mobilen Phase 10 vorgesehene Bereich VI ist nun um einen Bereich auf Bereich VII weitergerückt, welcher sich entsprechend dem Trennprofil 60' in der Trennsäule 52.7 befindet. Durch das Weiterücken der Entnahme von Zielfraktion 8 auf Knotenpunkt 53.7 kann also im zweiten Verfahrensschritt wiederum eine mobile Phase 10 als Zielfraktion 8 entnommen werden, die im Wesentlichen nur die Base 4 als gelöste Substanz 3 aufweist und eine rückgewonnene alkalische Lösung 1 mit hoher Reinheit ist. Ebenso wurde die Entnahme von Restfraktion 9 um einen Knotenpunkt 53.1-53.9 weitergerückt, womit wiederum eine mobile Phase 10 als Restfraktion 9 entnommen wird, die im Wesentlichen nur Hemicellulosen 5 als gelöste Substanz 3 aufweist.

[0055] Nach Beendigung des zweiten Verfahrensschritts wird die Zuführung und Entnahme dann wieder in Durchflussrichtung 54 im Trennsystem 51 jeweils um einen Knotenpunkt 53.1-53.8 weitergerückt. Dies kann solange mit weiteren Verfahrensschritten wiederholt werden, bis die Konfiguration des ersten Verfahrensschritts in Fig. 2 wieder erreicht wird, womit ein vollständiger Zyklus des Verfahrens abgeschlossen ist. Die weiteren Verfahrensschritte wurden in den Figuren nicht näher dargestellt. Anschließend kann ein neuer Zyklus mit dem ersten Verfahrensschritt wie oben beschrieben begonnen werden. Es können beliebig viele Zyklen aneinander folgen.

[0056] In Fig. 4 ist ein Verfahren 102 gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung gezeigt, welches das in den Fig. 2 und 3 beschriebene Verfahren 101 erweitert. Das Verfahren 102 weist identisch zum Verfahren 101 ein SMB-Chromatographieverfahren 50 auf. Die oben angeführte Beschreibung für das Verfahren 101 gilt demnach äquivalent für das Verfahren 102. Zusätzlich wird im Verfahren 102 der Feedstrom 6 vor dem Zuführen an das Trennsystem 51 über eine Nanofiltration 70, und über eine der Nanofiltration 70 vorgeschaltete Vorfiltration 80 geführt. Die Ablauge 2 im Feedstrom 6 wird dabei der Vorfiltration 80 als Feed 81 zugeführt, wobei grobe Verunreinigungen 84 als Retentat 83 aus dem Feedstrom 6 entfernt werden. Das Permeat 82 der Vorfiltration 80 wird dann als Feed 71 der Nanofiltration 70 zugeführt, wobei ein Retentat 73 mit einem Hemicellulosen-Rest 74, welcher eine hohe Hemicellulosen-Konzentration aufweist, ausgeschieden wird. Das Permeat 72 der Nanofiltration 70 weist also bereits eine deutlich reduzierte Hemicellulosen-Konzentration als die Ablauge 2 auf und

kann so die Last an Hemicellulosen 5 im SMB-Chromatographieverfahren 50 deutlich reduziert werden. Das Permeat 72 kann dann als gereinigte Ablauge 2' im Feedstrom 6 in einem ersten Verfahrensschritt - wie für Fig. 2 beschrieben - am Knotenpunkt 53.8 in das Trennsystem 51 zugeführt werden.

[0057] In einer weiteren Ausführungsform des Verfahrens 102 kann auf den Einsatz einer Vorfiltration 80 verzichtet werden und die Ablauge 2 im Feedstrom 6 direkt als Feed 71 an die Nanofiltration 70 zugeführt werden.

[0058] Zusätzlich wird das Lösungsmittel 13 im Laufmittel 14 vor dessen Zuführen an das Trennsystem 51 im Trennverfahren 50 über eine Entgasungseinrichtung 90 geführt. Wie in Fig. 4 dargestellt wird das Lösungsmittel 13 in der Entgasungseinrichtung 90 über eine gasdurchlässige Membran 91 geführt, welche unter Vakuum 92 steht. Dabei werden die im Lösungsmittel 13 gelösten Gaskomponenten 93, im Besonderen O₂ und CO₂, aus diesem entfernt. Das entgaste Lösungsmittel 13', welches somit im Wesentlichen frei von Gaskomponenten 13' ist, wird danach an das Trennsystem 51 als Laufmittel 14 zugeführt. Dies ist in Fig. 4 - analog zu dem in Fig. 2 dargestellten ersten Verfahrensschritt - als Zuführung am Knotenpunkt 53.4 in das Trennsystem 51 dargestellt. Alternativ kann die Entgasungseinrichtung 90 auch jede andere Vorrichtung sein, welche eine Entfernung der Gaskomponenten 93 aus dem Lösungsmittel 13 ermöglicht.

[0059] In einer weiteren Ausführungsform des Verfahrens 102, welche in den Figuren nicht näher dargestellt ist, wird der Feedstrom 6 anstelle des SMB-Chromatographieverfahrens 50 an ein chromatographisches Trennverfahren 7, gemäß der ersten in Fig. 1 dargestellten Ausführungsform des Verfahrens 100, zugeführt und über dieses in Zielfraktion 8 und Restfraktion 9 aufgetrennt.

[0060] In Fig. 5 ist ein erfindungsgemäßes Verfahren 200 zur Herstellung regenerierter cellulosischer Formkörper 201 gezeigt. Bei dem Verfahren 200 handelt es sich insbesondere um ein Viskose- oder Modalverfahren zur Herstellung von Viskose- oder Modalfasern 202. In dem Verfahren 200 wird ein Cellulose aufweisender Ausgangsstoff 203 in einer Behandlungsstufe 210 mit einer wässrigen alkalischen Behandlungslösung 205 behandelt. Das Behandeln des Ausgangsstoffs 203 ist dabei ein Alkalisieren, wobei ein Zellstoff 204 als Cellulose aufweisender Ausgangsstoff 203 in einer Alkalisierungsstufe 211 mit Natronlauge 206 als Behandlungslösung 205 alkalisiert wird um einen alkalisierten Zellstoff (eine Alkalicellulose) 208 als behandelten Ausgangsstoff 207 zu erhalten. In einem weiteren Schritt wird durch ein Abtrennen 220 die Behandlungslösung 205 wieder von dem behandelten Ausgangsstoff 207 entfernt bzw. getrennt, wodurch eine mit Hemicellulosen 5 verunreinigte Ablauge 2 erhalten wird. In dem Viskose- bzw. Modalverfahren 200 ist das Abtrennen 220 ein Abpressen 221, wobei durch das Abpressen 221 des alkalisierten Zellstoffs 208 die überschüssige Natronlauge 206 als Presslauge 209

anfällt, welche aus dem Zellstoff 204 gelöste Hemicellulosen 5 enthält und die Ablauge 2 bildet.

[0061] Nachfolgend wird die abgepresste Alkalicellulose 214 in einer Reife- und Lösestufe 240 zu einer Viskose 215 weiterverarbeitet. In der Reife- und Lösestufe 240 wird die abgepresste Alkalicellulose 214 in ein Cellulosederivat, beispielsweise Cellulosexanthogenat, umgewandelt und danach in einem Lösungsmittel, beispielsweise Natronlauge, gelöst um die verspinnbare Viskose 215 zu erhalten. Die Viskose 215 wird dann in einer Extrusionsstufe 250 zu den regenerierten cellulosischen Formkörpern 201, insbesondere den Viskosefasern 202, ausgesponnen.

[0062] Die beim Abpressen 221 des alkalisierten Zellstoffs 208 als Ablauge 2 anfallende Presslauge 209 wird einer Rückgewinnungsstufe 230 zugeführt, um aus der Ablauge 2 die alkalische Lösung 1 rückzugewinnen. Die Rückgewinnungsstufe 230 weist ein erfindungsgemäßes Verfahren 100 auf, welchem die Ablauge 2 als Feedstrom 6 zugeführt und dabei in eine Zielfraktion 8 und eine Nebenfraktion 9 aufgetrennt wird. Aus der Zielfraktion 8 wird eine rückgewonnene alkalische Lösung 1, also rückgewonnene Natronlauge, erhalten, welche wiederum in dem Verfahren 200 zur erneuten Verwendung zur Alkalisierung von Zellstoff 204 an die Alkalisierungsstufe 211 zugeführt wird. Alternativ oder zusätzlich kann in einer weiteren Ausführungsform der Erfindung die rückgewonnene alkalische Lösung 1 auch zur Lösung eines Cellulosederivats und zur Herstellung der Viskose 215 an die Lösestufe 240 zugeführt werden.

[0063] In einer weiteren Ausführungsform des Verfahrens 200 zur Herstellung regenerierter cellulosischer Formkörper 201 welche in den Figuren nicht näher dargestellt wurde, weist die Rückgewinnungsstufe 230 ein Verfahren 101 auf, um die Presslauge 209 in Zielfraktion 8 und Nebenfraktion 9 aufzutrennen. In wieder einer weiteren Ausführungsform weist die Rückgewinnungsstufe 230 ein Verfahren 102 auf. Die eingesetzte Natronlauge 206 kann somit in einem Kreislauf 260 geführt werden und stets wieder als rückgewonnene alkalische Lösung 1 erhalten und erneut verwendet werden.

[0064] In Fig. 6 ist ein erfindungsgemäßes Verfahren 300 zur Herstellung eines Zellstoffs (Zellstoffverfahren) 301 gezeigt. Bei dem Verfahren 300 handelt es sich insbesondere um ein Verfahren zur Herstellung eines Chemiezellstoffs 302, welcher sich als Ausgangsmaterial zur Herstellung von regenerierten cellulosischen Formkörpern eignet. Ein solcher Chemiezellstoff 302 wird oftmals auch als Dissolving Pulp oder Dissolving Wood Pulp (DWP) bezeichnet. Im Rahmen des Verfahrens 300 wird ein Cellulose aufweisender Ausgangsstoff 303 in einer Behandlungsstufe 310 mit einer wässrigen alkalischen Behandlungslösung 305 behandelt. Das Behandeln des Ausgangsstoffs 303 ist in dem Zellstoffverfahren 300 ein chemisches Entfernen von Hemicellulosen 5 in einer Extraktionsstufe 311 als Behandlungsstufe 310, wobei eine Zellstoff-Vorstufe 304 als Cellulose aufweisender Ausgangsstoff 303 in einer Extraktionsstufe 311 mit einer

Natronlauge 306 enthaltenden wässrigen Lösung als Behandlungslösung 305 behandelt wird und durch die Natronlauge 306 die Hemicellulosen 5 aus der Zellstoff-Vorstufe 304 entfernt werden. Die Zellstoff-Vorstufe 304 ist dabei vorzugsweise ein aus einer Kochstufe eines Zellstoffverfahrens erhaltener Zellstoff, welcher neben Cellulose noch nicht-cellulosische Bestandteile, beispielsweise holzspezifische Verunreinigungen wie etwa Hemicellulosen 5, enthält. Eine solche Zellstoff-Vorstufe 304 ist aufgrund der Verunreinigungen in der Regel nicht als Ausgangsstoff 203 für die Produktion von cellulosischen Formkörpern 201 gemäß einem Verfahren 200 (wie in Fig. 5 gezeigt) geeignet. In einem weiteren Schritt wird durch ein Abtrennen 320 die Behandlungslösung 305 wieder von dem behandelten Ausgangsstoff 307 entfernt bzw. getrennt, wodurch eine mit Hemicellulosen 5 verunreinigte Ablauge 2 erhalten wird. In dem Zellstoffverfahren 300 ist das Abtrennen 320 ein Waschen 321 und/oder Abpressen 321, wobei durch das Waschen 321 bzw. Abpressen 321 der behandelten Zellstoff-Vorstufe 308 die verunreinigte Extraktionslauge 309 anfällt, welche aus der Zellstoff-Vorstufe 304 entfernte Hemicellulosen 5 aufweist und die Ablauge 2 bildet.

[0065] In einem nachfolgenden Verfahrensschritt wird der Cellulose-Rückstand 214, welcher als Cellulose aufweisender Rest beim Abtrennen 320 des behandelten Ausgangsstoffs 307 von der Extraktionslauge 309 anfällt, in einer nachgelagerten Waschstufe 340 gewaschen und schließlich der fertige Chemiezellstoff 302 erhalten. Weitere optionale Aufbereitungsschritte sind zudem in anderen Ausführungsvarianten möglich, wurden in den Figuren jedoch nicht näher dargestellt.

[0066] Die Extraktionslauge 309 fällt beim Abtrennen 320 von der behandelten Zellstoff-Vorstufe 308 als Ablauge 2 an, und wird einer Rückgewinnungsstufe 330, welche ein erfindungsgemäßes Verfahren 101 aufweist, als Feedstrom 6 zugeführt und dabei in eine Zielfraktion 8 und eine Nebenfraktion 9 aufgetrennt. Äquivalent kann in weiteren Ausführungsformen des Verfahrens 300 zur Auftrennung des Feedstroms 6 in Zielfraktion 8 und Nebenfraktion 9 die Rückgewinnungsstufe 330 auch ein Verfahren 100 oder ein Verfahren 102 aufweisen. Aus der Zielfraktion 8 wird eine rückgewonnene alkalische Lösung 1, also rückgewonnene Natronlauge 312, erhalten, welche wiederum in dem Verfahren 300 zur erneuten Behandlung der Zellstoff-Vorstufe 304 an die Extraktionsstufe 311 zugeführt wird. Die eingesetzte Natronlauge 306 wird somit in einem Kreislauf 360 als rückgewonnene Natronlauge 312 wieder erhalten und kann erneut verwendet werden.

Beispiele

[0067] Im Folgenden wird die Erfindung anhand mehrerer Beispiele dargestellt.

[0068] In allen angeführten Beispielen wurden chromatographische Trennverfahren mit einer oder mehrerer Trennsäulen vom Typ GE Healthcare XK 16/40 verwen-

det. Als stationäre Phase in den Trennsäulen wurde ein Kationentauscherharz auf Styrol-Divinylbenzol-Copolymer-Basis der Type Finex CS11GC-320NA verwendet.

Beispiel 1:

[0069] In Beispiel 1 wurde ein chromatographisches Trennverfahren mit einer einzelnen Trennsäule zur Auftrennung der Ablauge eingesetzt. Als Probe kam eine mit Hemicellulosen verunreinigte Natronlauge aus einem Viskoseverfahren als Ablauge zum Einsatz, aufweisend einen Gehalt an NaOH von 63,1 g/kg und einen Gehalt an organischem Kohlenstoff (TOC) von 22,8 g/kg. Die Temperatur während des Trennverfahrens in der Trennsäule wurde auf 40 °C gehalten. Als Laufmittel bzw. Lösungsmittel wurde für die Trennungen eine wässrige Natronlauge-Lösung mit einem NaOH-Gehalt von 24,4 g/kg verwendet. Die Flussrate des Laufmittels durch die Trennsäule betrug 10 ml/min. Es wurde 1 ml der Probe als Feedstrom zur mobilen Phase zugegeben und nach einer definierten Zeit im Abstand von jeweils 20 Sekunden die Zusammensetzung der mobilen Phase (Trennprofil) ermittelt. In Fig. 7 ist das Trennprofil 400 in der mobilen Phase in Abhängigkeit der Zeit 410 dargestellt. Dabei zeigen die Kurven 421, 422 den Brechungsindex bzw. die UV-Vis Absorption der mobilen Phase in willkürlichen Einheiten 420 als Funktion der Zeit 410. Die Kurve 421 zeigt dabei die relative Veränderung des Brechungsindex, während die Kurve 422 die Veränderung der Absorption der mobilen Phase bei einer Wellenlänge von 250 nm zeigt. Sowohl Brechungsindex 412 als auch UV-Vis Absorption 422 zeigen dabei jeweils Maxima 425, 426 zu den Zeitpunkten 411 und 412. Die Kurve 431 zeigt zudem den Gehalt an organischem Kohlenstoff (TOC) 430 als Funktion der Zeit 410. Aus dem TOC-Gehalt in Kurve 431 wird ersichtlich, dass die gesamte organische Fracht im Maximum 435 im Wesentlichen ausschließlich zeitlich mit dem Maximum 425 in Brechungsindex und Absorption der Kurven 421, 422 zum Zeitpunkt 411 zusammenfällt. Das Maximum 425 entspricht demnach einer hohen Konzentration an Hemicellulosen und anderen organischen Verunreinigungen in der mobilen Phase, während das Maximum 426 einer hohen Konzentration an NaOH in der mobilen Phase entspricht. Das Trennprofil 400 kann daher in zeitlich in zwei Fraktionen 451, 452 getrennt werden, wobei bis zum Trennungszeitpunkt 450 die Restfraktion 451, welche die Hemicellulosen enthält, und ab dem Trennungszeitpunkt 450 die Zielfraktion 452, welche die rückgewonnene Natronlauge enthält, aus der mobilen Phase entnommen werden. Die NaOH-Konzentration in der entnommenen Zielfraktion betrug schließlich 27,5 g/kg, während der TOC-Gehalt bei kleiner gleich 0,1 g/kg lag. Die Restfraktion enthielt schließlich deutlich über 90% der organischen Komponenten, einschließlich β - und γ -Hemicellulosen. Die so rückgewonnene alkalische Lösung (Natronlauge) weist eine hohe Reinheit auf, liegt jedoch in verdünnter Form vor. Nach einem Aufkonzentrierungsschritt kann die Na-

tronlauge wieder als Alkalisierung- oder Löselauge in dem Viskoseverfahren verwendet werden.

Beispiel 2:

[0070] Gemäß Beispiel 2 wurde ein SMB-Chromatographieverfahren als Trennverfahren mit einem Trennsystem bestehend aus vier Trennsäulen in Serie zur Auftrennung der Ablauge eingesetzt. Die Ablauge war eine mit Hemicellulosen verunreinigte Natronlauge, mit einem Gehalt an NaOH von 173 g/kg und einem TOC-Gehalt von 12,9 g/kg, welche als Presslauge in einem Viskoseverfahren erhalten wurde. Als Laufmittel wurde eine wässrige Natronlauge-Lösung mit einem NaOH-Gehalt von 15 g/kg eingesetzt. Laufmittel und Feedstrom (Ablauge) wurden kontinuierlich an das Trennsystem zugeführt und in Zielfraktion und Restfraktion aufgetrennt. Auf die Zielfraktion entfielen insgesamt 75 % des Gesamtvolumenstroms, während die Restfraktion mit 25 % entnommen wurde. Die gewonnene Zielfraktion hatte demnach einen NaOH-Gehalt von 98 g/kg und einen TOC-Gehalt von 0,3 g/kg. Die rückgewonnene Natronlauge lag somit in wesentlich höherer Konzentration als in Beispiel 1 vor und kann ohne weitere Aufkonzentrierungsschritte wieder als Alkalisierungs- oder Löselauge im Viskoseverfahren eingesetzt werden.

Beispiel 3:

[0071] In Beispiel 3 wurde äquivalent zu Beispiel 2, ein SMB-Chromatographieverfahren als Trennverfahren mit einem Trennsystem mit vier Trennsäulen verwendet. Es wurde die gleiche Ablauge mit einem Gehalt von 173 g/kg NaOH und einem TOC-Gehalt von 15,1 g/l als Feedstrom zugeführt. Hierbei entfielen auf die Zielfraktion insgesamt 38 % des Gesamtvolumenstroms, während die Restfraktion 62 % ausmachte. Die gewonnene Zielfraktion wies einen NaOH-Gehalt von 180 g/kg und einen TOC-Gehalt von 0,1 g/kg auf.

Beispiel 4:

[0072] In Beispiel 4 wurde wiederum als chromatographisches Trennverfahren ein SMB-Chromatographieverfahren mit einem Trennsystem bestehend aus vier Trennsäulen verwendet. Als Ablauge wurde eine mit γ -Hemicellulosen verunreinigte Natronlauge mit einem NaOH-Gehalt von 165 g/kg und einem TOC-Gehalt von 5,1 g/kg verwendet. Als Laufmittel wurde entionisiertes Wasser verwendet. Laufmittel und Ablauge als Feedstrom wurden kontinuierlich an die mobile Phase ins Trennsystem zugeführt. Es wurde eine Zielfraktion als 36 %-iger Anteil vom Gesamtvolumenstrom gewonnen (Restfraktion 64 %), deren NaOH-Gehalt 181 g/kg und deren TOC-Gehalt 0,08 g/kg betrug. Die rückgewonnene alkalische Lösung (Natronlauge) konnte ohne weitere Aufbereitungsschritte als Alkalisierungslauge in einer Alkalisierungsstufe im Viskoseverfahren eingesetzt werden.

Beispiel 5:

[0073] In Beispiel 5 wurde ebenso zur Auftrennung des Feedstroms in Ziel- und Restfraktion ein SMB-Chromatographieverfahren mit einem Trennsystem bestehend aus vier Trennsäulen verwendet. Als Ablauge wurde eine mit Hemicellulosen verunreinigte Extraktionslauge aus einer Kaltalkaliextraktion (Extraktionsstufe) eines sauerstoffgebleichten Hartholzulfatzellstoffes verwendet, welche einen NaOH-Gehalt von 97 g/kg und einen TOC-Gehalt von 31,4 g/kg enthielt. Als Laufmittel wurde wiederum eine NaOH-Lösung mit 20 g/kg NaOH kontinuierlich an die mobile Phase zugeführt. Die gewonnene Zielfraktion, welche 87 % vom Gesamtvolumenstrom ausmachte (Restfraktion 13 %), hatte dabei einen NaOH-Gehalt von 57 g/kg und einen TOC-Gehalt von 0,7 g/kg. Diese rückgewonnene alkalische Lösung kann nach einem optionalen Aufkonzentrierungsschritt erneut in einem Zellstoffverfahren (etwa als Extraktionslauge) eingesetzt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Rückgewinnung von alkalischer Lösung (1) aus einer mit Hemicellulosen (5) verunreinigten Ablauge (2), bei dem die Ablauge (2) als Feedstrom (6) über ein Trennverfahren (7, 50) in zumindest eine alkalisch angereicherte Zielfraktion (8), und zumindest eine Hemicellulosen (5) aufweisende Restfraktion (9) aufgetrennt wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Trennverfahren (7, 50) ein chromatographisches Trennverfahren (7, 50) ist und der Feedstrom (6) darin als Teil einer mobilen Phase (10) durch eine alkalibeständige stationäre Phase (11) geführt wird, um diesen in die Zielfraktion (8) und die Restfraktion (9) aufzutrennen.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die alkalibeständige stationäre Phase (11) ein Ionentauscherharz (15), insbesondere ein Kationentauscherharz (15), aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Kationentauscherharz (15) ausgewählt ist aus der Gruppe enthaltend sulfonierte Polystyrol-Divinylbenzol-Harze.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein flüssiges Lösungsmittel (13) als Laufmittel (14) an die mobile Phase (10) zugeführt wird, in welchem die mit Hemicellulosen (5) verunreinigte Ablauge (2) zumindest teilweise lösbar ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** in dem chromatographischen Trennverfahren (50), insbesondere in dem

SMB-Chromatographieverfahren (50), die mobile Phase (10) durch ein Trennsystem (51) mit mehreren seriell miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen (52.1, 52.2, 52.3, 52.4, 52.5, 52.6, 52.7, 52.8) geführt wird, wobei das Trennsystem (51) insbesondere einen geschlossenen Kreislauf bildet und wobei insbesondere die mobile Phase (10) zumindest teilweise mehrmals in dem Trennsystem (51) zirkuliert.

6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Laufmittel (14) bzw. der Feedstrom (6) jeweils an unterschiedlichen Positionen, insbesondere an Knotenpunkten (53.1, 53.2, 53.3, 53.4, 53.5, 53.6, 53.7, 53.8), zwischen zwei miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen (52.1, 52.2, 52.3, 52.4, 52.5, 52.6, 52.7, 52.8) in das Trennsystem (50) zugeführt werden und die Zielfraktion (8) bzw. die Restfraktion (9) jeweils an unterschiedlichen Positionen zwischen zwei miteinander strömungsverbundenen Trennsäulen (52.1, 52.2, 52.3, 52.4, 52.5, 52.6, 52.7, 52.8) aus dem Trennsystem (50) ausgeschleust werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Feedstrom (6) vor dessen Zuführen zum chromatographischen Trennverfahren (50) über eine Nanofiltration (70) geführt wird, worin dieser in ein alkalisches Permeat (72) und in ein mit Hemicellulosen (5) angereichertes Retentat (73) aufgetrennt wird, wobei das Permeat (72) oder das Retentat (73) als Feedstrom (6) der mobilen Phase (10) des chromatographischen Trennverfahrens (50) zugeführt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Feedstrom (6) vor dessen Zuführen zum chromatographischen Trennverfahren (50) über eine Vorfiltration (80) geführt wird um ungewünschte Partikel (84) und/oder Verunreinigungen (84) zu entfernen.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** vor dessen Zuführen zum chromatographischen Trennverfahren (50) das Lösungsmittel (13) über eine Entgasungseinrichtung (90) geführt wird um Gaskomponenten (93) aus dem flüssigen Lösungsmittel (13) zu entfernen.
10. Verfahren, bei dem ein Cellulose aufweisender Ausgangsstoff (203, 303) in einem ersten Schritt (210) mit einer wässrigen alkalischen Behandlungslösung (205, 305) behandelt wird und in einem weiteren Schritt (220) eine mit Hemicellulosen (5) verunreinigte Ablauge (2) aus dem mit der Behandlungslösung (205, 305) behandelten Ausgangsstoff (207, 307) erhalten wird, wobei die Ablauge (2) als Feedstrom (6) einem Verfahren (100, 101, 102) nach ei-

nem der Ansprüche 1 bis 9 zugeführt wird und dabei eine rückgewonnene alkalische Lösung (1) aus der Zielfraktion (8) erhalten wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Verfahren (200) ein Verfahren zur Herstellung regenerierter cellulosischer Formkörper (201) ist, wobei der Cellulose aufweisende Ausgangsstoff (203) ein Zellstoff (204), insbesondere ein Chemiezellstoff (204), ist. 5
10

12. Verfahren nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Verfahren (200) ein Viskose- oder Modalverfahren ist, und dass die Behandlung (210) eine Alkalisierung (211) des Ausgangsstoffs (203) zum Erhalten von Alkalicellulose (208) umfasst, wobei die Behandlungslösung (205) Natronlauge (206) aufweist. 15

13. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Verfahren (300) ein Verfahren zur Herstellung eines Zellstoffes (301), insbesondere eines Chemiezellstoffes (302), ist, und dass die Behandlung (310) ein chemisches Entfernen (311) von Hemicellulosen (5) ist, wobei die Behandlungslösung (305) eine Extraktionslauge (306) aufweist. 20
25

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 14, **dadurch gekennzeichnet, dass** die rückgewonnene alkalische Lösung (1) zur weiteren Behandlung (210, 310) des Ausgangsstoffs (203, 303) verwendet wird. 30

35

40

45

50

55

Fig. 1

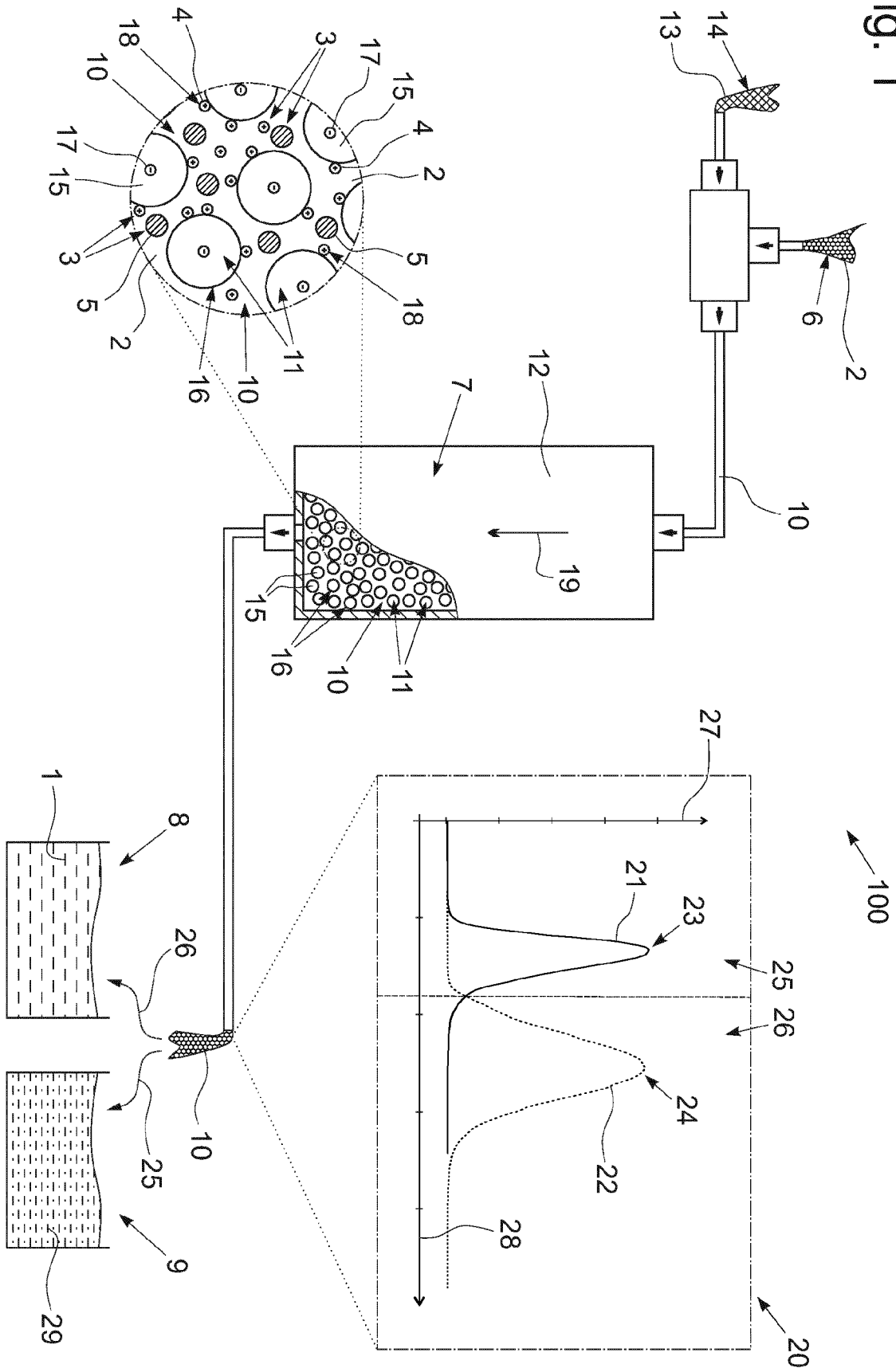


Fig. 2 101

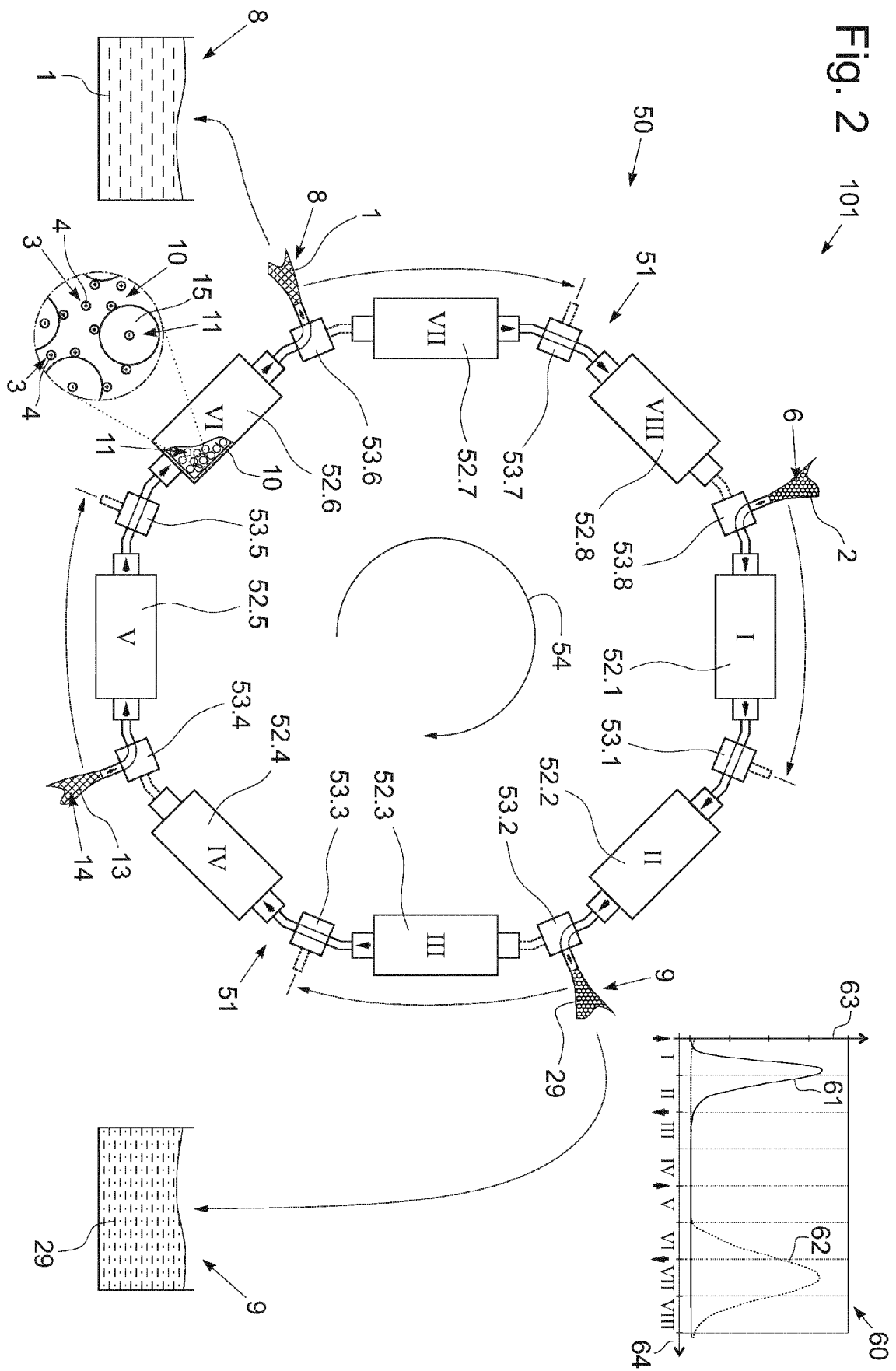


Fig. 3

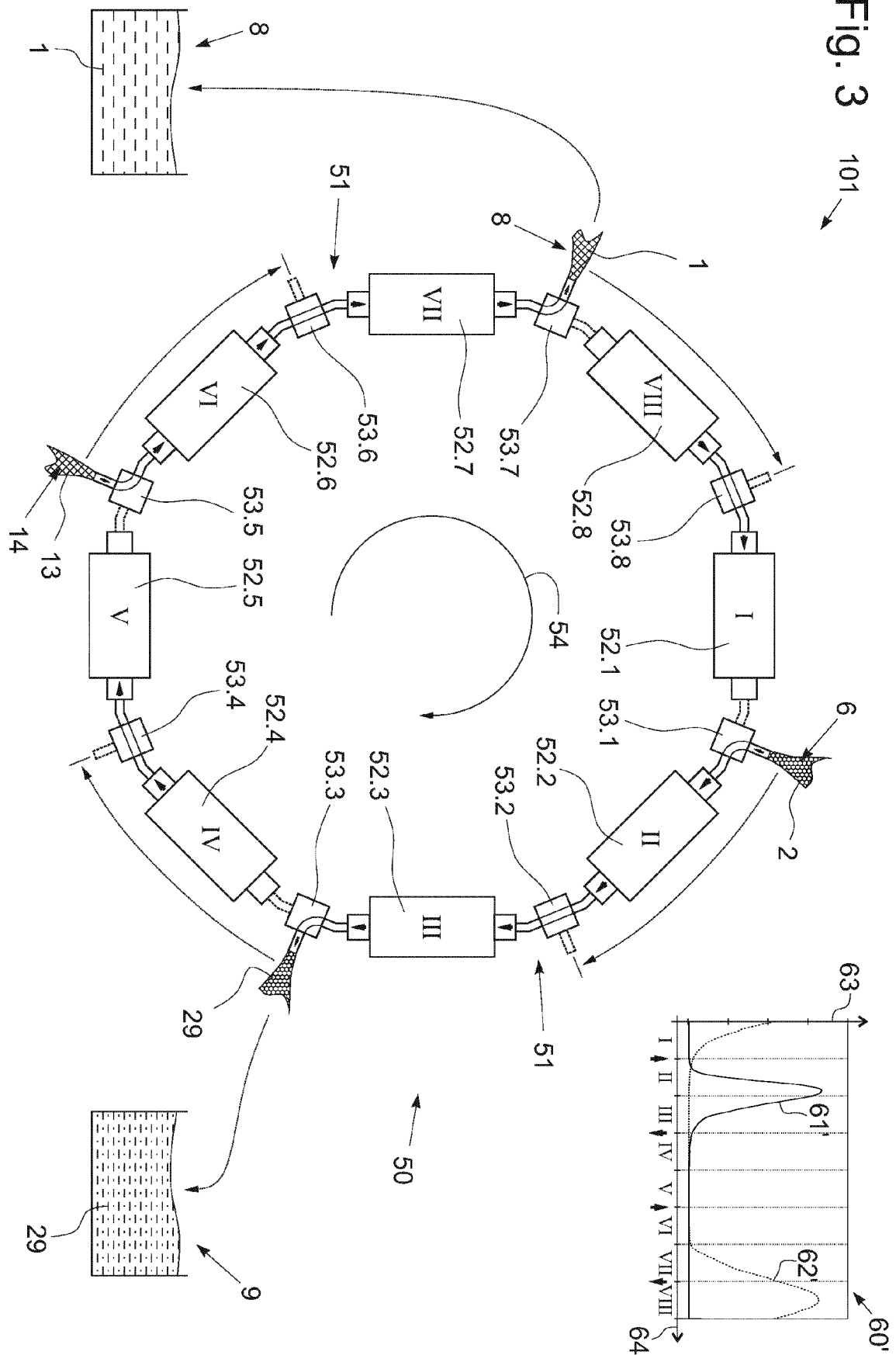


Fig. 4

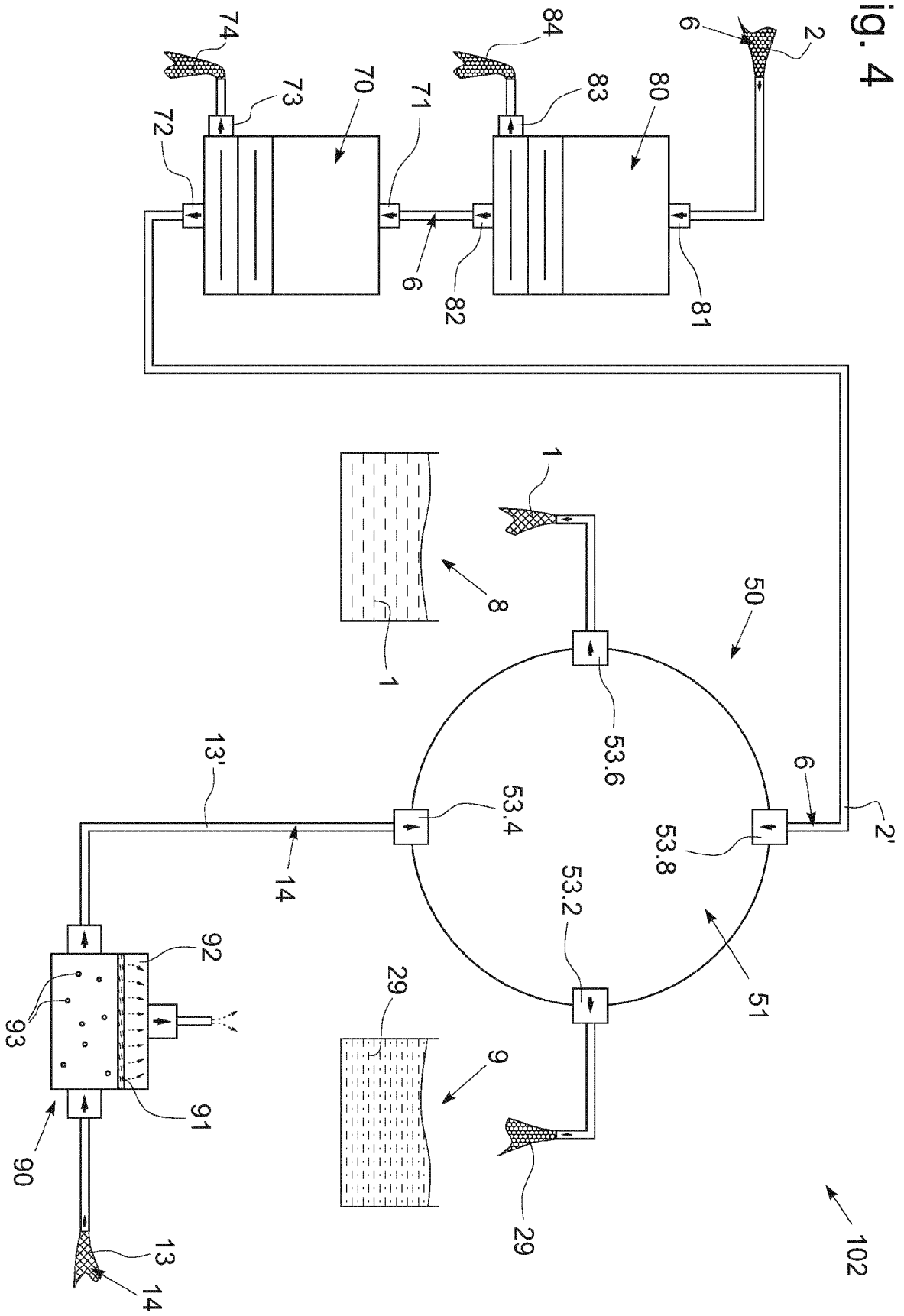


Fig. 5

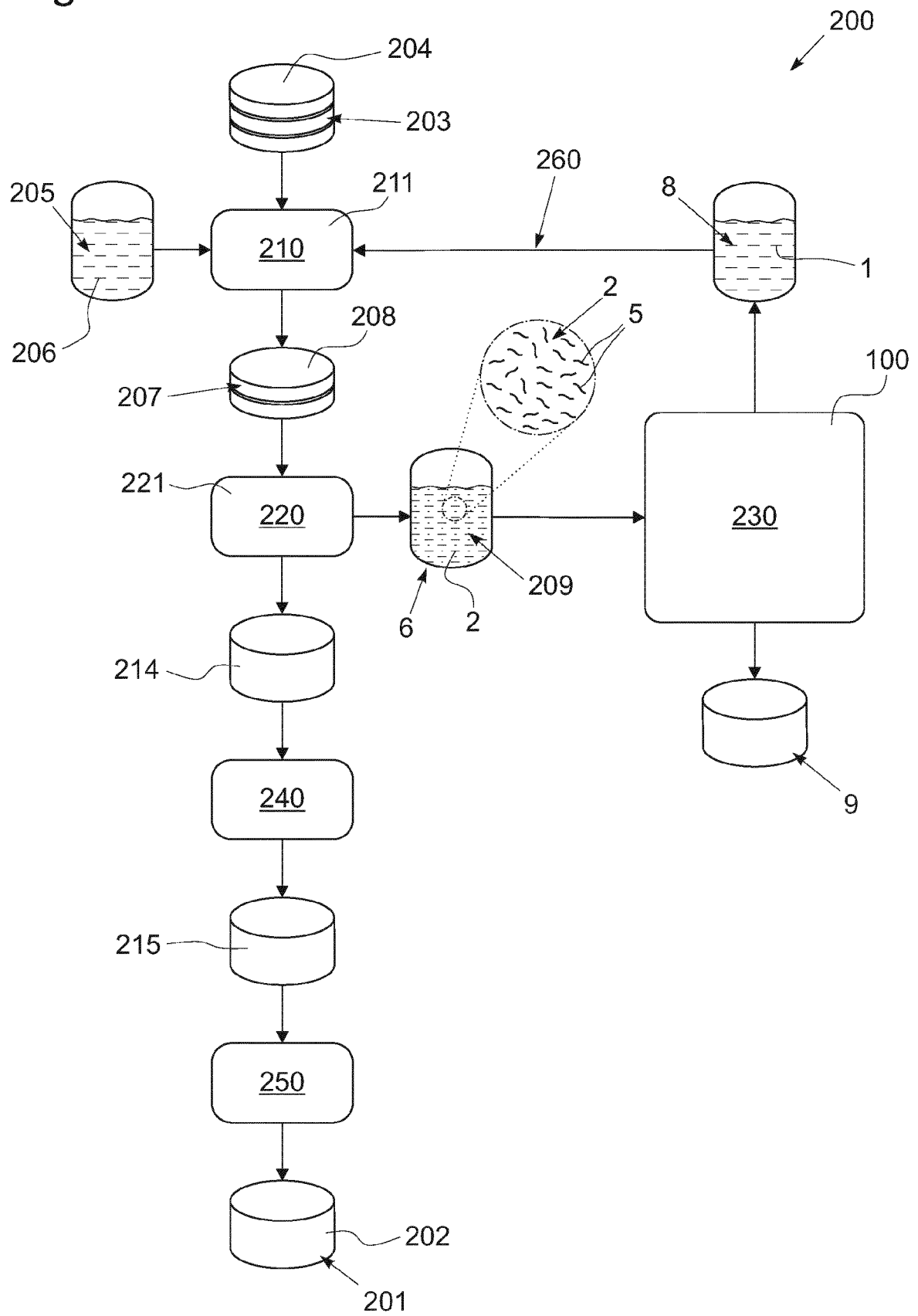


Fig. 6

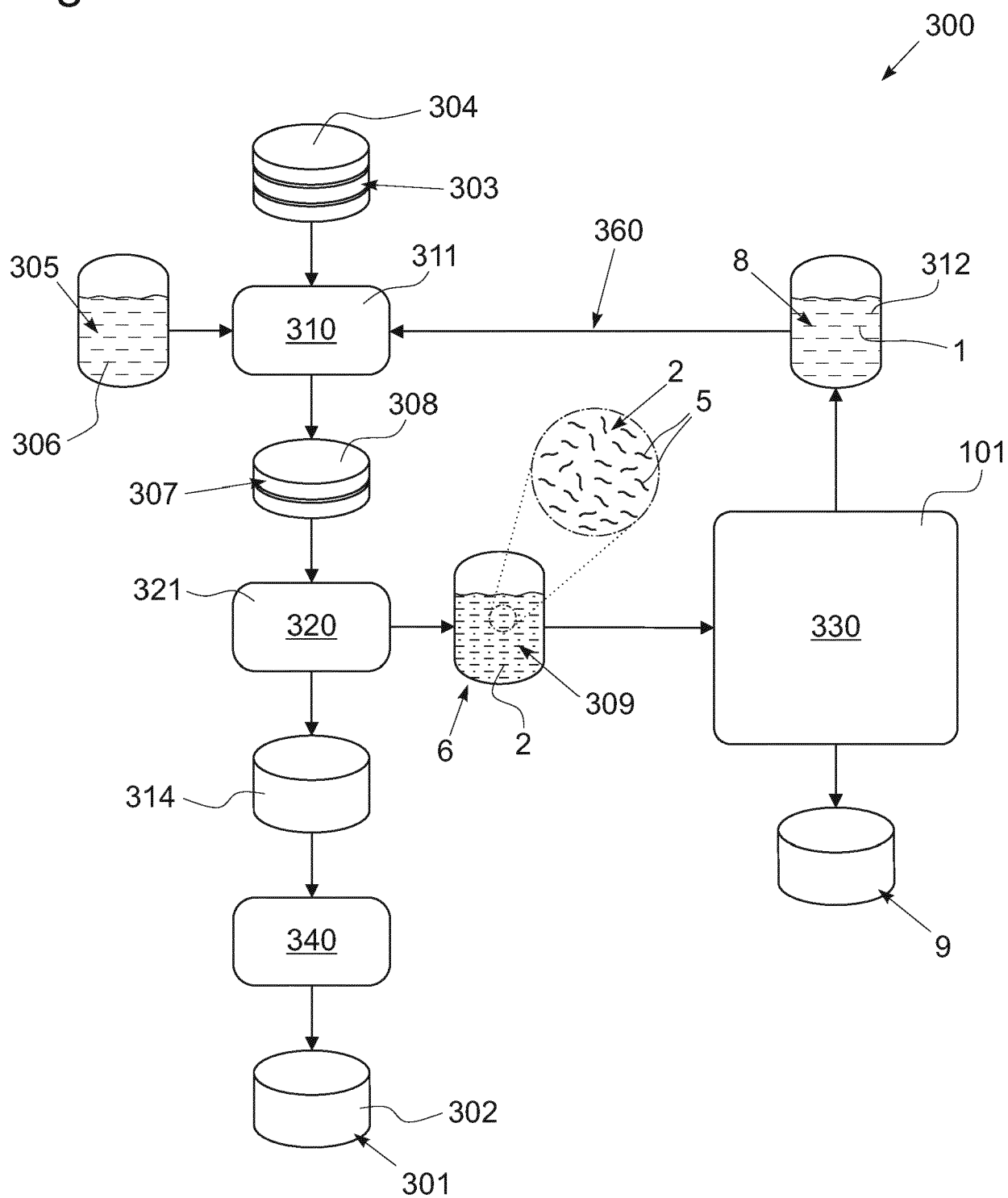
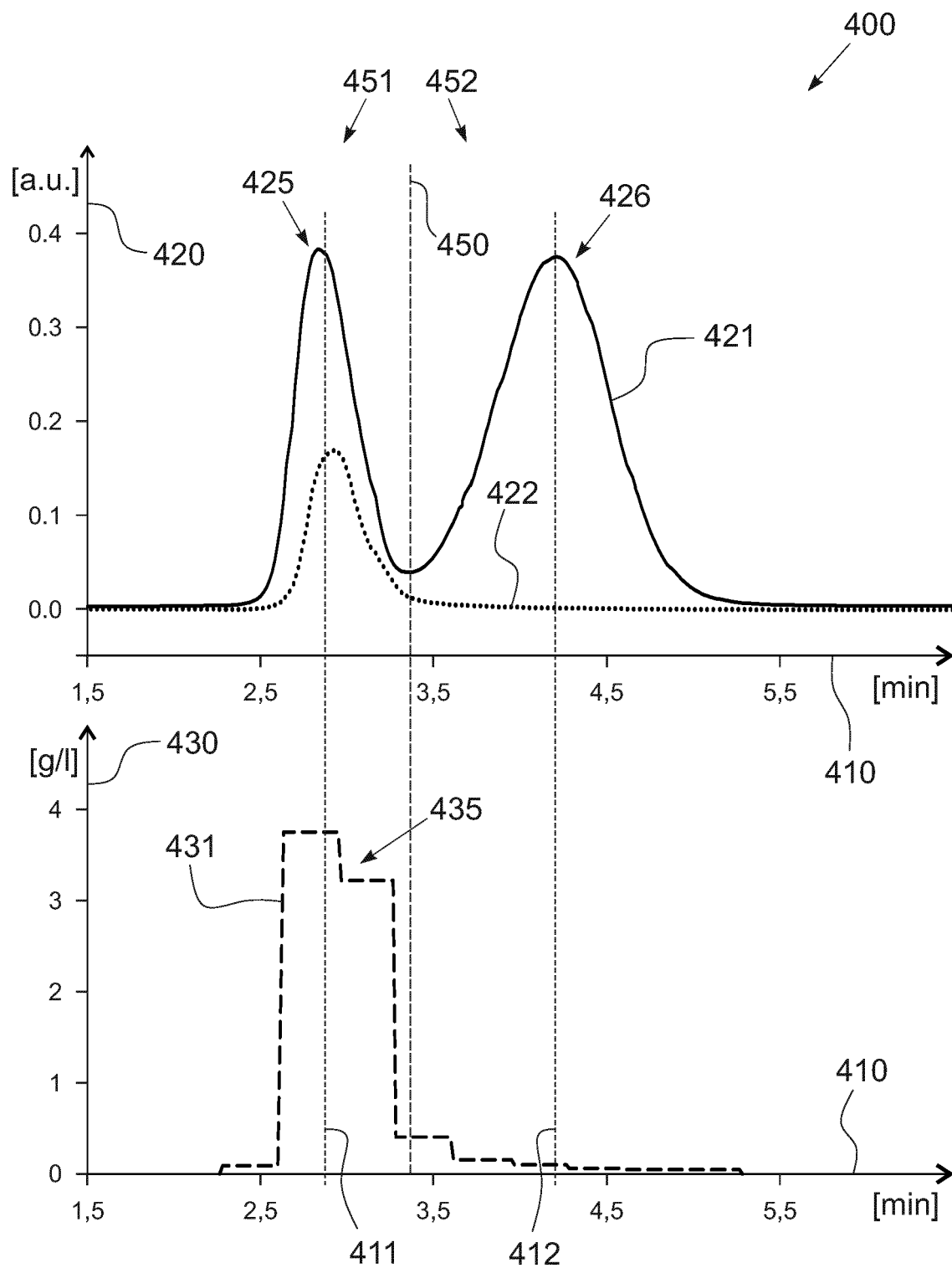


Fig. 7





EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 19 16 8837

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
A	WO 2010/046532 A1 (DANISCO [DK]; HEIKKILAE HEIKKI [FI] ET AL.) 29. April 2010 (2010-04-29) * das ganze Dokument *	1-14	INV. D21C11/00
A	US 2005/203291 A1 (SVENSON DOUGLAS R [US] ET AL) 15. September 2005 (2005-09-15) * das ganze Dokument *	1-14	
A	WO 95/29002 A1 (XYROFIN OY [FI]; HEIKKILAE HEIKKI [FI] ET AL.) 2. November 1995 (1995-11-02) * das ganze Dokument *	1-14	
A	WO 2011/123948 A1 (CANADA NATURAL RESOURCES [CA]; MILESTONE CRAIG BRENNAN [CA] ET AL.) 13. Oktober 2011 (2011-10-13) * das ganze Dokument *	1-14	
A	EP 0 140 226 A2 (MD ORGANOCELL ZELLST UMWELTTEC [DE]) 8. Mai 1985 (1985-05-08) * das ganze Dokument *	1-14	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
A	WO 00/34568 A1 (RHODIA ACETOW GMBH [DE]; KARSTENS TIES [DE] ET AL.) 15. Juni 2000 (2000-06-15) * das ganze Dokument *	1-14	D21C
A	WO 2013/164234 A1 (ANNIKKI GMBH [AT]) 7. November 2013 (2013-11-07) * das ganze Dokument *	1-14	
A	US 3 404 063 A (HARDING CHARLES I) 1. Oktober 1968 (1968-10-01) * das ganze Dokument *	1-14	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 18. Oktober 2019	Prüfer Karlsson, Lennart
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 19 16 8837

5

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

18-10-2019

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2010046532	A1	29-04-2010	CA 2740708	A1 29-04-2010
			CN 102257164	A 23-11-2011
			EP 2350322	A1 03-08-2011
			FI 20085997	A 22-04-2010
			RU 2011120326	A 27-11-2012
			US 2011192560	A1 11-08-2011
			WO 2010046532	A1 29-04-2010

US 2005203291	A1	15-09-2005	BR PI0500882	A 02-05-2006
			US 2005203291	A1 15-09-2005

WO 9529002	A1	02-11-1995	AT 187657	T 15-01-2000
			AU 2260795	A 16-11-1995
			CA 2188262	A1 02-11-1995
			DE 69513966	D1 20-01-2000
			DE 69513966	T2 04-05-2000
			DK 0756511	T3 01-05-2000
			EP 0756511	A1 05-02-1997
			ES 2141931	T3 01-04-2000
			FI 941866	A 22-10-1995
			GR 3032860	T3 31-07-2000
			HU 216319	B 28-06-1999
			JP 3903266	B2 11-04-2007
			JP H09511946	A 02-12-1997
			KR 970702093	A 13-05-1997
			PT 756511	E 28-04-2000
			RU 2136345	C1 10-09-1999
			TW 351678	B 01-02-1999
			US 5730877	A 24-03-1998
			WO 9529002	A1 02-11-1995
			ZA 9503242	B 18-01-1996

WO 2011123948	A1	13-10-2011	AR 082838	A1 16-01-2013
			AU 2011238386	A1 22-11-2012
			BR 112012025704	A2 05-07-2016
			CA 2795642	A1 13-10-2011
			CL 2012002807	A1 22-03-2013
			EP 2556041	A1 13-02-2013
			ES 2701027	T3 20-02-2019
			NZ 603328	A 30-01-2015
			NZ 702100	A 29-07-2016
			RU 2012147024	A 20-05-2014
			US 2013072724	A1 21-03-2013
			US 2015322627	A1 12-11-2015
			US 2016326695	A1 10-11-2016
			UY 33321	A 30-09-2011

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 19 16 8837

5

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

18-10-2019

10

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
		WO 2011123948 A1	13-10-2011
EP 0140226	A2 08-05-1985	BR 8405541 A	10-09-1985
		CA 1269345 A	22-05-1990
		DE 3339449 A1	09-05-1985
		EP 0140226 A2	08-05-1985
		ES 8506820 A1	16-08-1985
		FI 76849 B	31-08-1988
		NO 169289 B	24-02-1992
		PT 79434 A	01-11-1984
		US 4584076 A	22-04-1986
WO 0034568	A1 15-06-2000	AU 6201299 A	26-06-2000
		DE 19856582 C1	15-03-2001
		WO 0034568 A1	15-06-2000
WO 2013164234	A1 07-11-2013	AR 091998 A1	18-03-2015
		EP 2844796 A1	11-03-2015
		US 2015122429 A1	07-05-2015
		WO 2013164234 A1	07-11-2013
US 3404063	A 01-10-1968	KEINE	

15

20

25

30

35

40

45

50

EPO FORM P0461

55

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

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

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- CN 103349908 A [0006]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **WÜSTENBERG, TANJA.** Cellulose und Cellulosed-
erivate: Grundlagen, Wirkungen und Applikationen.
Behr's Verlag, 2013 [0005]