



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0033948

(51)<sup>7</sup> D21C 1/00; D21C 7/00; D21C 3/22; (13) B  
D21C 11/00; D21C 3/02

(21) 1-2018-05156

(22) 27/05/2016

(86) PCT/IB2016/053111 27/05/2016

(87) WO/2017/203329 30/11/2017

(45) 25/11/2022 416

(43) 27/05/2019 374A

(73) FIBRATECH PTE. LTD (SG)

7 Martia Road, 04-03 Martia Residence, 424794, Singapore

(72) Matti KURKI (FI).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO RA LIGNIN KHỐI LƯỢNG PHÂN TỬ CAO VÀ PHƯƠNG  
PHÁP TẠO RA BỘT GIẤY CÓ HÀM LƯỢNG HẠT MỊN CAO

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp nấu và hệ thống nồi chiết suất trong đó nguồn sợi xenluloza được chiết suất một phần được nén trong quá trình nấu để tạo ra lignin khối lượng phân tử cao và bột giấy.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến phương pháp nấu và hệ thống nồi chiết suất để tạo ra lignin khối lượng phân tử cao và bột giấy từ nguồn sợi xenluloza. Bột giấy được tạo ra theo phương pháp nấu rất có ích đối với các sản phẩm giấy lụa, bụi xơ giấy, giấy lọc, giấy mịn và giấy mịn phủ ngoài, giấy trang trí, bìa cứng nhiều lớp, bột giấy hoà tan và/hoặc các sản phẩm xenluloza có hàm lượng hạt mịn cao.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Lignin được dùng làm nhiên liệu để tạo ra năng lượng trong quy trình tạo bột giấy. Hơn nữa, lignin được dùng để tạo ra các dẫn xuất lignin khác nhau như các chất kết dính, sợi cacbon, cacbon hoạt tính và cacbon đen. Khối lượng phân tử của lignin là yếu tố quan trọng giúp xác định các đặc tính của lignin và có thể sử dụng trong quá trình sản xuất các dẫn xuất lignin. Một đặc tính quan trọng được xác định bởi khối lượng phân tử của lignin là nhiệt trị của lignin. Lignin khối lượng phân tử cao có nhiệt trị cao và do đó có ưu điểm hơn làm nhiên liệu so với lignin khối lượng phân tử thấp hơn.

Trong quy trình Kraft, vật liệu thô chứa xenluloza và lignin được nấu trong nồi chiết suất. Trong quá trình nấu, polyme lignin được giải phóng bằng cách phá vỡ các liên kết mà liên kết các polyme lignin với xenluloza. Nhiệt độ và chất kiềm cần phải có trong các điều kiện nấu cũng có tác dụng đối với các polyme lignin mà được phân huỷ thành lignin có khối lượng phân tử thấp hơn. Lignin khuếch tán từ bên trong vật liệu thô vào dịch nấu khi polyme lignin đã được phân huỷ đến kích cỡ nhỏ hơn so với các khoảng trống được tạo ra bằng cách nấu vật liệu thô chứa xenluloza. Do đó, thời gian nấu lâu hơn dẫn đến kích cỡ phân tử lignin giảm thu được trong dịch màu đen. Hơn nữa, thời gian nấu kéo dài cũng làm tăng sự hoà tan hemixenluloza trong dịch nấu và còn làm giảm nhiệt trị của lignin. Hệ thống nồi chiết suất theo giải pháp kỹ thuật đã biết để nấu nguồn sợi xenluloza bao gồm:

- i. nấu nguồn sợi xenluloza trong dịch nấu;
- ii. chiết suất dịch nấu và làm nguội bột giấy bằng dịch thay thế (tùy ý)

iii. lấy bột giấy ra và rửa dịch này từ nồi chiết suất.

Với các quy trình tạo bột giấy Kraft hiện nay, như quy trình được bộc lộ trong PCT/FI2011/050651, không thể tạo ra lignin khối lượng phân tử cao: vì cần nhiều thời gian và nhiệt độ cao trong các quy trình nấu hiện có, lignin trong dịch màu đen phân huỷ thành khối lượng phân tử thấp sao cho chỉ có lignin khối lượng phân tử thấp có thể được thu hồi bằng các quy trình đã biết. Trong các quy trình hiện nay, cột vỏ bào không được ép cùng với nhau sau khi rửa và chỉ có lignin khối lượng phân tử thấp được loại bỏ. Hơn nữa, lượng đáng kể lignin bị bỏ lại bên trong vỏ bào và do đó hiệu suất lignin thấp. Hơn nữa, việc thu hồi lignin từ quy trình tạo bột giấy bằng các phương pháp hiện tại cần phải tiêu thụ nhiều năng lượng. Lignin có thể được loại bỏ ra khỏi dịch màu đen bằng kết tủa như đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực bột giấy hoá học hoặc các quy trình như LignoBoost™.

Hơn nữa, trong các hệ thống nấu hiện nay, độ xốp của cột thấp, nghĩa là các cột nén, được ngăn ngừa bởi vì độ xốp thấp hơn 0,25 dịch màu đen không thể chảy bên trong cột vỏ bào. Khi dòng dịch màu đen bị chặn, không thể nấu vỏ bào được và các sản phẩm của phản ứng nấu không được chuyển từ bên trong vỏ bào ra phía ngoài dịch tự do của cột vỏ bào. Do đó, các hệ thống nấu hiện nay phải đảm bảo dòng dịch nấu tự do để duy trì quy trình nấu không bị gián đoạn và, do đó, các hệ thống nấu hiện nay tránh được bước của quy trình bất kỳ mà nén cột vỏ bào hoặc các nguy cơ làm nghẽn dòng dịch tự do trong nồi chiết suất.

Cột vỏ bào đã nén và cột bột giấy cũng được tránh trong các quy trình hiện nay bởi vì khi dòng chảy tự do giữa vỏ bào hoặc sợi bị giới hạn, sẽ làm tăng chênh lệch áp suất qua cột, dẫn đến tạo thành kênh. Việc tạo kênh dịch nấu hoặc dịch rửa sẽ khiến thay đổi nhiệt độ nấu và tháo hết chất kiềm trong vùng cột nén. Việc này cũng làm giảm hiệu quả rửa sau khi nấu mà sẽ dẫn đến hiệu quả rửa kém và hiệu suất lignin trong dịch thay thế sẽ bị giảm.

Xenluloza là vật liệu được sử dụng, ví dụ cho giấy lụa, bụi xơ giấy, giấy lọc, giấy mịn và giấy mịn được phủ, giấy trang trí, bìa nhiều lớp, xenluloza có hàm lượng bột giấy hòa tan và hàm lượng hạt mịn ở mức cao chứa sợi xenluloza và bột mịn (các phần bột mịn của sợi có tỷ lệ chiều dài với chiều rộng ở mức cao) hoặc bột mịn. Các quy trình sản xuất các sản phẩm giấy lụa, bụi xơ giấy, giấy lọc, giấy mịn và giấy mịn

được phủ, giấy trang trí, bìa nhiều lớp, sản phẩm xenluloza có hàm lượng bột giấy hòa tan và/hoặc hàm lượng hạt mịn ở mức cao thường dựa trên sợi xenluloza xử lý hoá học.

Đối với sản phẩm giấy lụa, đặc tính quan trọng là độ mềm của sản phẩm. Để cải thiện đặc tính này, người ta thường cần phải tiêu thụ nhiều tác nhân làm mềm trong quá trình sản xuất. Đối với các sản phẩm bụi xơ giấy, đặc tính quan trọng là sự hút nước của sản phẩm. Đối với các sản phẩm giấy lọc, đặc tính quan trọng là độ xốp của sản phẩm. Lượng nước đáng kể cũng được tiêu thụ và nước thải được tạo ra trong các quy trình này, do đó tạo ra gánh nặng đáng kể lên môi trường.

Đối với các sản phẩm giấy mịn được phủ và không được phủ, đặc tính quan trọng là hàm lượng chất độn ở mức cao của sản phẩm trong khi duy trì cùng một độ dày của sản phẩm. Để làm tăng hàm lượng chất độn ở độ dày không đổi, người ta thường phải tiêu thụ nhiều hóa chất và/hoặc enzym và cần phải tiêu thụ nhiều năng lượng trong quá trình sản xuất giấy mịn được phủ và không được phủ. Lượng nước đáng kể cũng được tiêu thụ và nước thải được tạo ra trong các quy trình này, do đó tạo ra gánh nặng đáng kể lên môi trường.

Đối với các sản phẩm giấy trang trí, đặc tính quan trọng là độ ổn định kích thước của sản phẩm giấy nền. Thường phải tiêu thụ nhiều hóa chất và/hoặc enzym và cần phải tiêu thụ nhiều năng lượng trong quá trình sản xuất giấy mịn được phủ và không được phủ. Lượng nước đáng kể cũng được tiêu thụ và nước thải được tạo ra trong các quy trình này, do đó tạo ra gánh nặng đáng kể lên môi trường.

Đối với các sản phẩm giấy bìa nhiều lớp, đặc tính quan trọng là hàm lượng chất rắn khô ở mức cao sau bộ phận ép ở mức gắn kết cố định của lớp giữa trong sản phẩm. Để cải thiện đặc tính này, người ta thường phải tiêu thụ nhiều hóa chất và/hoặc enzym và cần phải tiêu thụ nhiều năng lượng trong quá trình sản xuất giấy mịn được phủ và không được phủ. Lượng nước đáng kể cũng được tiêu thụ và nước thải được tạo ra trong các quy trình này, do đó tạo ra gánh nặng đáng kể lên môi trường.

Đối với các sản phẩm bột giấy/xenluloza hòa tan, đặc tính quan trọng là khả năng phản ứng Fock. Để cải thiện đặc tính này, người ta thường phải tiêu thụ nhiều hóa chất và/hoặc enzym và cần phải tiêu thụ nhiều năng lượng trong quá trình sản xuất hòa tan bột giấy/xenluloza. Lượng nước đáng kể cũng được tiêu thụ và nước thải được

tạo ra trong các quy trình này, do đó tạo ra gánh nặng đáng kể lên môi trường.

Đối với các sản phẩm xenluloza hàm lượng mịn cao, đặc tính quan trọng là lượng bột mịn trong sản phẩm xenluloza để làm tăng độ bền phân lớp của sản phẩm. Để cải thiện đặc tính này, người ta thường tiêu thụ nhiều hoá chất và/hoặc enzym và tiêu thụ nhiều năng lượng được quan sát trong quá trình sản xuất giấy phủ và không phủ. Lượng nước đáng kể cũng được tiêu thụ và nước thải được tạo ra trong quy trình này, do đó tạo ra gánh nặng đáng kể lên môi trường.

Công bố đơn sáng chế Mỹ số 2011/0277947 A1 bộc lộ phương pháp sản xuất giấy lụa từ xenluloza. Phương pháp này sử dụng máy khuấy bóc với cánh có vận tốc cao mà được định để tạo ra các sợi nano xenluloza dài hơn so với các phương pháp trong giải pháp kỹ thuật đã biết.

Công bố đơn sáng chế Mỹ số US 2008/0057307 A1 chỉ dạy phương pháp sản xuất giấy mịn được phủ hoặc không được phủ. Các vật liệu thô có thể sử dụng được theo các phương án có thể được chọn từ sợi xenluloza, acrylic và polyeste.

Công bố đơn sáng chế Canada số CA 2437616 A1 chỉ dạy phương pháp sản xuất giấy nền trang trí. Các vật liệu thô có thể sử dụng được theo các phương án có thể được chọn từ sợi xenluloza, acrylic và polyeste. Phương pháp này bao gồm bước cho sợi qua lực biến dạng cao trong thiết bị tinh chế dạng đĩa kép.

Trong công bố bằng sáng chế Mỹ số US 4869783, đặc tính quan trọng của các sản phẩm giấy bìa nhiều lớp là độ xốp. Để loại bỏ phần lớn lignin trong vỏ bào, vỏ bào này được đưa vào quá trình tạo bột hoá học ở nhiệt độ cao.

Công bố đơn sáng chế Canada số CA 2437616 A1 bộc lộ phương pháp sản xuất xenluloza có hàm lượng mịn cao với mức tiêu thụ năng lượng thấp. Các vật liệu thô này có thể sử dụng được theo các phương án có thể được chọn từ các sợi xenluloza, acrylic và polyeste. Phương pháp này bao gồm bước cho sợi qua lực biến dạng cao trong thiết bị tinh chế dạng đĩa kép.

Công bố đơn quốc tế số WO/2012/007642A1 bộc lộ phương pháp ép và cắt vỏ bào từ gỗ ngâm tẩm với các tấm phân đoạn. Các vật liệu thô có thể sử dụng được theo các phương án này được chọn từ gỗ bạch đàn. Công bố đơn quốc tế số WO/2014/147293A1 bộc lộ phương pháp ép và cắt vỏ bào từ gỗ ngâm tẩm theo hướng

ngang sợi của vỏ bào sao cho thành tế bào bị biến đổi.

Mặc dù có các nỗ lực nêu trên, trong ngành công nghiệp vẫn cần đề xuất các phương pháp tách lignin khối lượng phân tử cao, và sản xuất bột giấy chất lượng cao từ nguồn sợi xenluloza.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo một phương án, sáng chế đề xuất phương pháp nấu nguồn sợi xenluloza thân thiện với môi trường giúp tạo ra bột giấy và lignin khối lượng phân tử cao.

Theo một phương án, sáng chế cũng đề xuất phương pháp tạo ra bột giấy từ nguồn sợi xenluloza, trong đó phương pháp này tiêu thụ ít năng lượng khi biến đổi thành bột giấy có hàm lượng hạt mịn cao.

Theo khía cạnh tiếp theo, sáng chế đề xuất hệ thống nấu dùng cho nguồn sợi xenluloza giúp tạo ra bột giấy và lignin khối lượng phân tử cao.

Theo phương án khác nữa, sáng chế đề xuất các đặc tính sản phẩm cuối cùng được tăng cường và năng suất cao hơn.

Sáng chế đề xuất phương án thay thế kỹ thuật mới.

Các mục đích trên đây và các mục đích khác có thể thu được bởi sáng chế như được xác định trong các điểm yêu cầu bảo hộ độc lập. Sáng chế cho phép làm giảm thời gian nấu và tạo ra lignin khối lượng phân tử cao. Các phương án được mô tả trong phần mô tả sau đây còn có các ưu điểm khác nữa.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất phương pháp nấu dùng cho nguồn sợi xenluloza, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

- i. nấu nguồn sợi xenluloza trong dịch nấu;
- ii. nén nguồn sợi xenluloza để tạo ra phân đoạn xenluloza được nén trong dịch màu đen chứa lignin khối lượng phân tử cao;
- iii. thay thế dịch màu đen bằng dịch thay thế;
- iv. thu hồi phân đoạn lignin khối lượng phân tử cao từ dịch màu đen và dịch thay thế;
- v. và thu hồi bột giấy từ phân đoạn xenluloza được nén.

So với các quy trình nấu trong giải pháp kỹ thuật đã biết, như quy trình được bộc lộ trong PCT/FI2011/050651, các bước nén và thay thế trong phương pháp theo khía cạnh thứ nhất có hiệu suất lignin và nồng độ lignin cao hơn trong dịch đã chiết, giúp làm giảm mức tiêu thụ năng lượng trong quá trình bay hơi dịch màu đen, như được chứng minh bởi ví dụ 6.

Các bước nén và thay thế làm tăng khối lượng phân tử của lignin được tạo ra. Khối lượng phân tử của lignin được thu hồi tăng lên làm tăng nhiệt trị của phân đoạn lignin được thu hồi. Ví dụ 1 cho thấy các kết quả từ các bột giấy từ gỗ khác nhau và xác nhận việc tăng khối lượng phân tử lignin bằng cách sử dụng quy trình theo sáng chế.

Hơn nữa, phương pháp nấu theo khía cạnh thứ nhất có thể cải thiện hiệu suất xenluloza của quy trình nấu và làm giảm mức tiêu thụ gỗ, thời gian nấu và lượng nước trong phân đoạn chứa lignin, dẫn đến tiêu thụ ít năng lượng trong quá trình bay hơi. Điều này được chứng minh bởi các dữ liệu được trình bày trong Ví dụ 1.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phân đoạn lignin khối lượng phân tử cao có thể thu được sử dụng phương pháp nấu theo khía cạnh thứ nhất.

Phân đoạn lignin khối lượng phân tử cao có khối lượng phân tử tăng lên so với phân đoạn được tạo ra theo các quy trình trong giải pháp kỹ thuật đã biết, như quy trình được bộc lộ trong PCT/FI2011/050651. Các kết quả so sánh trong ví dụ 6 cũng cho thấy rằng hiệu suất lignin tốt hơn và độ đặc cao hơn có thể thu được bằng cách sử dụng phương pháp theo sáng chế.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất việc sử dụng phân đoạn lignin khối lượng phân tử cao được tạo ra theo khía cạnh thứ hai trong sản xuất năng lượng, sợi cacbon, nhựa, cacbon hoạt tính hoặc cacbon đen.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề xuất bột giấy thu được bằng cách sử dụng phương pháp nấu theo khía cạnh thứ nhất.

Khi bột giấy được tạo ra theo các quy trình của giải pháp kỹ thuật đã biết, như quy trình được bộc lộ trong PCT/FI2011/050651, vỏ bào được ép và được cắt theo tấm phân đoạn theo hướng không xác định của vỏ bào. Việc này làm tăng độ uốn cong sợi của bột giấy, mà làm giảm chỉ số kéo của bột giấy. Khi nguồn sợi xenluloza là vỏ bào,

việc nén theo phương pháp của sáng chế tốt hơn nếu được áp dụng cho vỏ bào trên mặt vỏ bào có diện tích bề mặt lớn hơn, nghĩa là mặt phẳng của vật liệu gỗ. Việc này dẫn đến độ uốn cong sợi thấp hơn. Các kết quả so sánh trong ví dụ 7 cho thấy rằng độ uốn cong sợi thấp hơn có thể thu được bằng cách sử dụng phương pháp theo sáng chế.

Theo khía cạnh thứ năm, sáng chế đề xuất việc sử dụng bột giấy theo khía cạnh thứ tư để sản xuất giấy, bìa cứng hoặc xenluloza có hàm lượng mìn cao.

Bột giấy theo khía cạnh thứ tư có thể làm tăng hàm lượng chất khô của bìa cứng sau phần ép trong quá trình sản xuất bìa cứng. Hơn nữa, khi bột giấy theo khía cạnh thứ tư được sử dụng để tạo ra giấy lụa, độ mềm của sản phẩm giấy lụa này được tăng lên bất ngờ.

Ngoài ra, khi bột giấy theo khía cạnh thứ tư được sử dụng để tạo ra bột giấy cho các ứng dụng bột bụi xơ giấy, nhu cầu năng lượng để tạo sợi trong máy nghiền kiểu búa được giảm bất ngờ và tỷ lệ phần trăm tạo sợi được tăng lên bất ngờ. Ngoài ra, khả năng hấp thụ nước của bột giấy được tạo sợi tăng lên bất ngờ.

Độ ổn định kích thước của giấy trang trí và các sản phẩm giấy mìn cũng đã được phát hiện tăng lên bất ngờ khi bột giấy theo khía cạnh thứ tư được sử dụng trong quá trình sản xuất chúng. Khi bột giấy theo khía cạnh thứ tư được sử dụng để tạo ra giấy lọc, độ xốp của sản phẩm có thể lọc tăng lên bất ngờ.

Theo khía cạnh thứ sáu, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra bột giấy với hàm lượng mìn cao, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

- a. tạo ra bột giấy theo phương pháp nấu theo khía cạnh thứ nhất; và
- b. tinh chế bột giấy thu hồi được ở bước v.

Lượng bột mìn được phát hiện tăng lên bất ngờ khi bột giấy được tạo ra theo khía cạnh thứ nhất được tinh chế. Bột giấy thu được khác biệt ở chỗ lượng bột mìn cao hoặc các mẫu nhỏ của các cấu tử thành sợi xenluloza. Bột mìn hoặc các mẫu cấu tử thành sợi xenluloza có thể có chiều rộng trung bình số học nằm trong khoảng từ 1nm đến 1000nm. Bột mìn hoặc mẫu cấu tử thành sợi xenluloza có thể có chiều dài trung bình số học nằm trong khoảng từ 1nm đến 4mm.

Theo khía cạnh thứ bảy, sáng chế đề xuất bột giấy có hàm lượng hạt mìn cao được tạo ra theo phương pháp của khía cạnh thứ sáu.



Theo khía cạnh thứ tám, sáng chế đề xuất hệ thống nồi chiết suất để nấu nguồn sợi xenluloza, trong đó hệ thống này bao gồm:

i. nồi chiết suất để nấu nguồn sợi xenluloza trong dịch nấu đến trị số kapa được chọn nằm trong khoảng từ 100 đến 5, ở nhiệt độ nấu được chọn nằm trong khoảng từ 120°C đến 180°C;

ii. bộ nén để nén nguồn sợi xenluloza ở nhiệt độ nấu đến độ đặc cao hơn 10% trọng lượng

iii. vùng thay thế để tạo ra cột chứa phân đoạn xenluloza có độ đặc ít nhất là 5% trong dịch màu đen chứa lignin khối lượng phân tử cao;

iv. ít nhất một đường nối chất lưu để thêm dịch thay thế vào trong vùng thay thế để thay thế dịch màu đen bằng dịch thay thế có hàm lượng lignin thấp hơn so với dịch màu đen;

v. ít nhất một cửa xả thứ nhất để thu hồi phân đoạn lignin khối lượng phân tử cao từ dịch màu đen và dịch thay thế; và

v. cửa xả thứ hai để thu hồi phân đoạn xenluloza.

Theo khía cạnh thứ tám, sáng chế đề xuất hệ thống nồi chiết suất để nấu nguồn sợi xenluloza, trong đó hệ thống này bao gồm:

i. bộ nồi chiết suất để nấu nguồn sợi xenluloza trong dịch nấu đến trị số kapa được chọn nằm trong khoảng từ 100 đến 5, ở nhiệt độ nấu được chọn nằm trong khoảng từ 120°C đến 180°C;

ii. bình thay thế bao gồm

bộ nén và vùng thay thế; và

a. bộ nén để nén nguồn sợi xenluloza ở nhiệt độ nấu đến độ đặc cao hơn 10% trọng lượng để tạo ra cột chứa phân đoạn xenluloza trong dịch màu đen chứa lignin khối lượng phân tử cao;

b. ít nhất một đường nối chất lưu để bổ sung dịch thay thế vào bình thay thế;

c. ít nhất một cửa xả trong bình thay thế để thu hồi phân đoạn lignin khối lượng phân tử cao;

- iii. đường truyền nối bộ nối chiết với bộ nén của bình thay thế;
- iv. vùng pha loãng để pha loãng vỏ bào đã nấu;
- v. ít nhất một đường nối chất lưu để nối bình thay thế với vùng pha loãng; và
- vi. cửa xả thứ hai để thu hồi phân đoạn xenluloza từ vùng pha loãng.

Các phương án của sáng chế có các lợi ích nhất định. Phụ thuộc vào phương án, có thể đạt được một hoặc một vài lợi ích sau: mức tiêu thụ hoá chất, nước, nguồn sợi xenluloza và năng lượng giảm đi; hiệu suất xenluloza được cải thiện, khối lượng phân tử lignin tăng lên và hiệu suất bột mịn cao được cải thiện trong xenluloza sau quá trình tinh chế.

### **Mô tả vắn tắt các hình vẽ**

Fig.1 là hình vẽ dưới dạng sơ đồ minh hoạ hệ thống nối chiết suất 1 để nén lignin ra khỏi vỏ bào trong quy trình nấu kraft.

Fig.2 là hình vẽ dưới dạng sơ đồ minh hoạ hệ thống nối chiết suất 2 để nén lignin ra khỏi vỏ bào trong quy trình nấu kraft.

Fig.3 minh hoạ quy trình dưới dạng sơ đồ để nén vỏ bào để ép ra lignin.

Fig.4 thể hiện dưới dạng sơ đồ quy trình thay thế dịch màu đen chứa lignin khối lượng phân tử cao từ vỏ bào được nén.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Phương pháp và thiết bị hiện nay có thể sử dụng được trong các quy trình Kraft liên tục và theo mẻ. Các giai đoạn trong quy trình nấu Kraft liên tục bao gồm việc thủy phân sơ bộ, ngâm tẩm, vận chuyển tuần hoàn và nấu. Trong quy trình nấu theo mẻ, việc xử lý theo sáng chế có thể được thực hiện ở cùng các giai đoạn của quy trình trong quy trình liên tục, nghĩa là trong quá trình nấu.

Các vật liệu thô thích hợp bao gồm các kiểu nguồn sợi xenluloza bất kỳ, mà chứa lignin, như vật liệu gỗ, vật liệu không phải gỗ và hỗn hợp của chúng. Nguồn sợi xenluloza có thể bao gồm hoặc chỉ bao gồm hạt, mùn cưa, mẩu hoặc vỏ bào. Tốt hơn nếu nguồn sợi xenluloza ở dạng mẩu gỗ hoặc vỏ bào. Vật liệu gỗ bao gồm gỗ cứng bất kỳ, gỗ mềm bất kỳ, gỗ bạch dương, gỗ dương lá rung, gỗ thông, gỗ vân sam và hỗn hợp của chúng. Vỏ bào có thể được xử lý hoặc được ngâm tẩm, trong các điều kiện

kiềm hoặc axit trước khi sử dụng trong các phương pháp theo sáng chế. Các sợi không phải gỗ thích hợp bao gồm sợi xenluloza không phải gỗ, mà có thể sử dụng để tạo bột giấy, như bã mía và cây gai dầu.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, cụm từ “thuỷ phân sơ bộ và làm trung hòa” dùng để chỉ pha nấu sơ bộ của quy trình Kraft tạo bột giấy hoá học. Tốt hơn nếu pha thuỷ phân sơ bộ và làm trung hòa được thực hiện trong nồi chiết suất.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “nấu” dùng để chỉ pha nấu của quy trình Kraft tạo bột giấy hoá học. Tốt hơn nếu pha nấu được thực hiện trong nồi chiết suất.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “nén” và “nén vỏ bào theo sáng chế” dùng để chỉ việc sử dụng, trong quá trình bước nấu, xử lý nén mà thường không có mặt trong quy trình Kraft. Theo một phương án, lực nén được đặt cho từng phần nguồn sợi xenluloza đã nấu để tạo ra phân đoạn xenluloza được nén và dịch màu đen chứa lignin khối lượng phân tử cao.

Khi nguồn sợi xenluloza là vỏ bào, việc nén tốt hơn là được áp dụng cho vỏ bào trên phía vỏ bào có diện tích bề mặt lớn hơn, nghĩa là phía này là mặt phẳng của vật liệu dạng gỗ.

Tốt hơn là, việc xử lý nén được thực hiện bằng cách nén vỏ bào sao cho tất cả hoặc gần như tất cả khoảng trống của vỏ bào được nén và dịch cùng với lignin bên trong vỏ bào được nén hoàn toàn hoặc đến mức đáng kể (ví dụ lớn hơn 50%, 70% hoặc 90%) ra khỏi khoảng trống trong vỏ bào. Tốt hơn là, việc nén được áp dụng để đạt được mật độ vỏ bào nén  $1525\text{kg/m}^3$ .

Việc nén thường được bắt đầu khi việc nấu có trị số từ 0 đến 40 đơn vị lớn hơn trị số kapa mong muốn đạt được trong quá trình nén và cắt trong kỹ thuật trước đây trong PCT/FI2011/050651 được bắt đầu sau khi lignin, hemixenluloza và xenluloza đạt được các điểm mềm của chúng, nghĩa là việc nén được bắt đầu trước khi vỏ bào trong quá trình nấu đạt đến mức độ xốp nhỏ hơn 0,83. Theo sáng chế, việc tạo lớp lót được ép từ thành tế bào và được thay thế bằng dịch thay thế cần được thu hồi.

Theo một phương án, nguồn sợi xenluloza được nấu một phần khi bắt đầu nén. Tốt hơn là, tiến hành nén tại nhiệt độ nấu hoặc gần với nó. Bước nén có thể được thực

hiện bên ngoài nồi chiết suất hoặc trong bình riêng biệt mà trong đó nguồn sợi xenluloza đã nấu riêng phần được chuyển vào.

Các ví dụ không giới hạn về cách thức thích hợp để áp dụng việc nén ở bước ii. theo khía cạnh thứ nhất bao gồm các hình trụ tròn xoay, hình trụ tròn xoay trong ống, pít-tông hoặc đỉnh vít mà nén nguồn sợi xenluloza. Bước nén được tạo ra bởi khe mà nhỏ hơn chiều rộng của vỏ bào hoặc vải vỏ bào nằm giữa ví dụ hình trụ tròn xoay và hình trụ tròn xoay trong ống mà trong đó, gỗ quay sang mặt phẳng của vật liệu để đi qua khe hở. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật có thể biết được cách thức khác để áp dụng việc nén như được xác định trên đây lên nguồn sợi xenluloza. Các phương án được ưu tiên bao gồm cách thức nguồn sợi xenluloza được nén ở dạng, mà dễ cho vào bước thay thế iii.

Ví dụ, có thể tiến hành ép cột để tạo ra cột của các chất rắn có độ đặc cao hơn trong dịch thay thế. Việc ép cột giúp tăng cường cho bước thay thế tiếp theo, làm giảm mức tiêu thụ dịch khi thay thế và làm tăng nồng độ lignin khối lượng phân tử cao trong dịch màu đen đã thay thế, giúp tăng cường mức thu hồi lignin khối lượng phân tử cao.

Nồi chiết suất, trong đó việc nấu được thực hiện, bao gồm, ví dụ một bình nấu chiết hoặc hai bình nấu chiết. Các ví dụ không giới hạn về các hệ thống này được minh hoạ trên Fig.1 và Fig.2.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, dịch nấu có nghĩa là dịch mới tạo ra hoặc được tuần hoàn được thêm vào nồi chiết trong pha nấu. Dịch nấu chứa lượng chất kiềm từ 10 đến 40% dưới dạng chất kiềm hữu hiệu là NaOH. Theo phương án khác, dịch nấu chứa khoảng 10%, 25%, 30%, 35% hoặc 40% chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH. Theo phương án khác, KOH được sử dụng để thay thế cho NaOH.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, dịch màu đen có nghĩa là dịch được tạo ra trong quá trình nấu khi các thành phần của nguồn sợi xenluloza được hòa tan vào trong dịch nấu. Trong quá trình nén dịch màu đen, cùng với lignin khối lượng phân tử cao, di chuyển ra phía ngoài khoảng trống.

Cột nguồn sợi xenluloza được nén có thể được pha loãng đến độ đặc được chọn nằm trong khoảng từ 2 đến 35% trọng lượng, như 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30% hoặc 35% trọng lượng.

Sau khi nén, dịch màu đen được thay thế bằng dịch thay thế có hàm lượng lignin thấp hơn so với dịch màu đen. Do đó, dịch màu đen được thay thế từ nồi chiết suất trong đó có cột chứa phân đoạn xenluloza. Tiến hành thay thế bằng cách sử dụng dòng ngược hoặc dòng xuôi của dịch thay thế. Theo một phương án, dịch thay thế chứa lượng chất kiềm được chọn nằm trong khoảng từ 1% đến 40% chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH. Nhiệt độ trong quá trình thay thế có thể được chọn nằm trong khoảng từ 50°C đến 200°C. Việc thay thế có thể được thực hiện với độ đặc được chọn nằm trong khoảng từ 5% đến 50%.

Theo một phương án, phương pháp bao gồm bước thủy phân sơ bộ và làm trung hòa trước bước i.

Theo một phương án, bước thủy phân sơ bộ tùy ý bao gồm thủy phân sơ bộ nguồn sợi xenluloza bằng hơi nước tại nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 200°C và tiếp theo tiến hành trung hòa với lượng chất kiềm được chọn nằm trong khoảng từ 1% đến 25% chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH.

Theo một phương án, bước thủy phân sơ bộ tùy ý bao gồm thủy phân sơ bộ nguồn sợi xenluloza bằng hơi nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 200°C và sau bước làm trung hòa bằng lượng chất kiềm 1%, 3%, 6%, 9%, 15%, 20% hoặc 25% chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH.

Theo một phương án trong khía cạnh thứ nhất, ở bước i. nguồn sợi xenluloza được nấu đến trị số kapa được chọn nằm trong khoảng từ 100 đến 5, tại nhiệt độ nấu được chọn nằm trong khoảng từ 120 đến 180°C; và ở bước ii. việc nén được thực hiện ở nhiệt độ nấu và đến độ đặc cao hơn 10% trọng lượng.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, lượng chất kiềm ở bước i. lượng chất kiềm là 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% hoặc 40% chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH được sử dụng.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, bước ii. được bắt đầu khi nồng độ lignin của dịch màu đen ít nhất là 15g/l. Theo phương án khác, bước ii. được bắt đầu khi trị số kapa đã đạt đến 100, 95, 90, 85, 80, 75, 70, 65, 60, 55, 50, 45, 40, 35, 30, 25, 20, 15, 14, 13, 12, 11, 10, 9, 8, 7, 6 hoặc 5 và nồng độ lignin của dịch màu đen ít nhất là 15g/l.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, ở bước ii., áp suất nén đặt lên nguồn sợi xenluloza là giá trị được chọn nằm trong khoảng từ 35kPa đến 1000kPa, như 35kPa, 40kPa, 45kPa, 50kPa, 55kPa, 60kPa, 65kPa, 70kPa, 75kPa, 80kPa, 85kPa, 90kPa, 95kPa, 100kPa, 200kPa, 250kPa, 300kPa, 400kPa, 500kPa, 600kPa, 700kPa, 800kPa, 900 hoặc 1000kPa. Hàm lượng chất khô đích của nguồn sợi xenluloza trong khi nén thường cao hơn 10% trọng lượng, như giá trị được chọn nằm trong khoảng từ 10% đến 99% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30% đến 99% trọng lượng và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50% đến 99% trọng lượng, như 10%, 11%, 12%, 13%, 14%, 15%, 16%, 17%, 18%, 19%, 20%, 25%, 30%, 35%, 40%, 45%, 50%, 55%, 60%, 65%, 70%, 75%, 80%, 85%, 90%, 95%, 96%, 97%, 98% hoặc 99% trọng lượng. Áp suất được đặt trong bước ii. có thể được chọn nếu thích hợp để thu được hàm lượng chất khô thực tế bất kỳ cao hơn 10%.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, bước iii. bao gồm việc ép nguồn sợi xenluloza trong dịch màu đen với áp suất được chọn nằm trong khoảng từ 1 đến 250kPa để tạo ra cột các chất rắn có độ đặc ít nhất là 5% trọng lượng, sau đó là thay thế dịch màu đen bằng dịch thay thế có hàm lượng lignin thấp hơn hàm lượng trong dịch màu đen. Các ví dụ không giới hạn về áp suất thích hợp để đạt được giá trị độ mục tiêu được chọn là 1kPa, 2kPa, 3kPa, 4kPa, 5kPa, 6kPa, 7kPa, 8kPa, 9kPa, 10kPa, 20kPa, 30kPa, 40kPa, 50kPa, 60kPa, 70kPa, 80kPa, 90kPa, 100kPa, 110kPa, 120kPa, 130kPa, 140kPa, 150kPa, 160kPa, 170kPa, 180kPa, 190kPa, 200kPa, 210kPa, 220kPa, 230kPa, 240kPa và 250kPa. Các ví dụ không giới hạn về giá trị độ đặc thích hợp là 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35%, 40%, 45% và 50% trọng lượng.

Theo một phương án, việc ép, khi được sử dụng ở bước iii. của khía cạnh thứ nhất, được thực hiện bằng cách sử dụng đinh vít, bơm hoặc bộ nạp cao áp.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, áp suất được đặt ở bước iii. thấp hơn so với áp suất ở bước ii.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, nguồn sợi xenluloza bao gồm hoặc chỉ bao gồm vỏ bào, tốt hơn là vỏ bào từ gỗ mềm hoặc gỗ cứng, như gỗ bạch đàn, gỗ thông hoặc gỗ vân sam.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, nguồn sợi xenluloza bao gồm hoặc

chỉ bao gồm vỏ bào và vỏ bào được nén ở bước ii. đến mật độ được chọn nằm trong khoảng từ  $350 \text{ kg/m}^3$  đến  $2000 \text{ kg/m}^3$ , tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $350 \text{ kg/m}^3$  đến  $1525 \text{ kg/m}^3$ , như  $350 \text{ kg/m}^3$ ,  $360 \text{ kg/m}^3$ ,  $370 \text{ kg/m}^3$ ,  $380 \text{ kg/m}^3$ ,  $390 \text{ kg/m}^3$ ,  $400 \text{ kg/m}^3$ ,  $410 \text{ kg/m}^3$ ,  $420 \text{ kg/m}^3$ ,  $430 \text{ kg/m}^3$ ,  $440 \text{ kg/m}^3$ ,  $450 \text{ kg/m}^3$ ,  $460 \text{ kg/m}^3$ ,  $470 \text{ kg/m}^3$ ,  $480 \text{ kg/m}^3$ ,  $490 \text{ kg/m}^3$ ,  $500 \text{ kg/m}^3$ ,  $550 \text{ kg/m}^3$ ,  $600 \text{ kg/m}^3$ ,  $650 \text{ kg/m}^3$ ,  $700 \text{ kg/m}^3$ ,  $750 \text{ kg/m}^3$ ,  $800 \text{ kg/m}^3$ ,  $850 \text{ kg/m}^3$ ,  $900 \text{ kg/m}^3$ ,  $950 \text{ kg/m}^3$ ,  $1000 \text{ kg/m}^3$ ,  $1050 \text{ kg/m}^3$ ,  $1100 \text{ kg/m}^3$ ,  $1150 \text{ kg/m}^3$ ,  $1200 \text{ kg/m}^3$ ,  $1250 \text{ kg/m}^3$ ,  $1300 \text{ kg/m}^3$ ,  $1350 \text{ kg/m}^3$ ,  $1400 \text{ kg/m}^3$ ,  $1450 \text{ kg/m}^3$ ,  $1500 \text{ kg/m}^3$ ,  $1520 \text{ kg/m}^3$ ,  $1525 \text{ kg/m}^3$ ,  $1550 \text{ kg/m}^3$ ,  $1600 \text{ kg/m}^3$ ,  $1650 \text{ kg/m}^3$ ,  $1700 \text{ kg/m}^3$ ,  $1750 \text{ kg/m}^3$ ,  $1800 \text{ kg/m}^3$ ,  $1850 \text{ kg/m}^3$ ,  $1900 \text{ kg/m}^3$ ,  $1950 \text{ kg/m}^3$  hoặc  $2000 \text{ kg/m}^3$ .

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, nguồn sợi xenluloza bao gồm hoặc chỉ bao gồm vỏ bào và việc nén được áp dụng cho diện tích lớn nhất của bề mặt vỏ bào hoặc thường là mặt phẳng của phần tử.

Theo một phương án, dịch thay thế có lượng chất kiềm được chọn nằm trong khoảng từ 1% đến 40% dưới dạng chất kiềm hữu hiệu trên nguồn sợi xenluloza, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10% đến 30%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15% đến 25%, như 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% hoặc 40% chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH.

Theo một phương án, việc thay thế được thực hiện ở nhiệt độ được chọn nằm trong khoảng từ  $70^\circ\text{C}$  đến  $200^\circ\text{C}$ , tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $100^\circ\text{C}$  đến  $185^\circ\text{C}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $140^\circ\text{C}$  đến  $165^\circ\text{C}$ , như  $70^\circ\text{C}$ ,  $75^\circ\text{C}$ ,  $80^\circ\text{C}$ ,  $85^\circ\text{C}$ ,  $90^\circ\text{C}$ ,  $95^\circ\text{C}$ ,  $100^\circ\text{C}$ ,  $105^\circ\text{C}$ ,  $110^\circ\text{C}$ ,  $115^\circ\text{C}$ ,  $120^\circ\text{C}$ ,  $125^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$ ,  $135^\circ\text{C}$ ,  $140^\circ\text{C}$ ,  $145^\circ\text{C}$ ,  $150^\circ\text{C}$ ,  $155^\circ\text{C}$ ,  $160^\circ\text{C}$ ,  $165^\circ\text{C}$ ,  $170^\circ\text{C}$ ,  $175^\circ\text{C}$ ,  $180^\circ\text{C}$ ,  $185^\circ\text{C}$ ,  $190^\circ\text{C}$ ,  $195^\circ\text{C}$  hoặc  $200^\circ\text{C}$ .

Theo một phương án, việc thay thế được thực hiện bằng cách thay thế dịch màu đen bằng dịch thay thế với vận tốc dịch thay thế được chọn nằm trong khoảng từ 0,35 mm/giây đến 35 mm/giây, như 0,35 mm/giây, 0,4 mm/giây, 0,45 mm/giây, 0,5 mm/giây, 0,6 mm/giây, 0,7 mm/giây, 0,8 mm/giây, 0,9 mm/giây, 1 mm/giây, 2 mm/giây, 3 mm/giây, 4 mm/giây, 5 mm/giây, 6 mm/giây, 7 mm/giây, 8 mm/giây, 9 mm/giây, 10 mm/giây, 15 mm/giây, 20 mm/giây, 25 mm/giây, 30 mm/giây, 31 mm/giây, 32 mm/giây, 33 mm/giây, 34 mm/giây hoặc 35 mm/giây.

Theo một phương án, nhiệt độ và lượng chất kiềm không bị thay đổi giữa các bước nấu và nén.

Theo một phương án, độ xốp của cột ít nhất là 0,25.

Theo một phương án, việc thay thế được thực hiện đến độ đặc được chọn nằm trong khoảng từ 6% đến 15% trọng lượng, như 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13%, 14% hoặc 15% trọng lượng.

Theo một phương án về việc thay thế, sàng lọc thay thế được sử dụng để phân tách phân đoạn lignin với phân đoạn chứa xenluloza. Theo một phương án, sàng lọc thay thế là đĩa được trang bị các rãnh hoặc các lỗ, mà cho phép chất lỏng đi qua nhưng vật liệu thô vẫn ở trong cột.

Theo một phương án, nguồn sợi xenluloza đã nấu được pha loãng đến độ đặc được chọn nằm trong khoảng từ 2% đến 35% trọng lượng, như 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13%, 14%, 15%, 20%, 25%, 30%, 31%, 32%, 33%, 34% hoặc 35% trọng lượng.

Theo một phương án của khía cạnh thứ tư, việc tinh chế được thực hiện bởi thiết bị tinh chế bột giấy, như thiết bị tinh chế bột giấy dạng hình nón, thiết bị tinh chế bột giấy dạng đĩa hoặc máy gia tốc khối Masuko.

Các phương án của các khía cạnh theo sáng chế được giải thích một cách chi tiết có dựa vào các hình vẽ Fig.1 đến Fig.4.

Một phương án về một quy trình chiết suất và hệ thống nồi chiết suất được giải thích có dựa vào Fig.1. Vỏ bào được sử dụng làm ví dụ về nguồn sợi xenluloza khi tham chiếu đến các hình vẽ Fig.1 đến Fig.4. Đầu tiên, vỏ bào được ngâm tẩm với hoá chất nấu với lượng chất kiềm hữu hiệu nằm trong khoảng từ 1% đến 40% dưới dạng NaOH được di chuyển theo dòng 1 vào nồi chiết suất 2 ở nhiệt độ từ 70°C đến 200°C. Sau khi nấu trong nồi chiết suất 2 đến trị số kapa từ 8 đến 100, vỏ bào đi qua bộ nén 3 nén vỏ bào, được thực hiện với áp suất được chọn nằm trong khoảng từ 35kPa đến 1000kPa, để thu được hàm lượng chất khô vỏ bào cao hơn 10%. Sau khi nén, vỏ bào được ép vào cột trong vùng thay thế 4 với áp suất được chọn nằm trong khoảng từ 1kPa đến 250kPa, tốt hơn là từ 2kPa đến 150kPa, tốt nhất là từ 5kPa đến 35kPa. Chất lỏng thay thế có thể được thêm vào bình thay thế qua ít nhất một đường nối chất lưu



10 có cửa nạp vào bình thay thế. Độ đặc thay thế trong vùng thay thế 4 của vỏ bào có thể cao hơn 5% để làm giảm lượng nước trong dịch màu đen, mà chứa lignin khối lượng phân tử cao. Nhiệt độ của dịch thay thế trong vùng thay thế 4 trong dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi 7 nằm trong khoảng từ 70°C đến 200°C. Lượng chất kiềm trong dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi 7 là chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH nằm trong khoảng từ 1% đến 40%. Vận tốc của dịch thay thế của dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi 7 nằm trong khoảng từ 0,35mm/giây đến 35mm/giây so với vận tốc của cột vỏ bào được tạo ra trong vùng thay thế 4 nhờ hoạt động của bộ nén 3. Vỏ bào đã nấu được pha loãng trong vùng pha loãng 8 đến độ đặc nằm trong khoảng từ 2 đến 35%. Sản phẩm thay thế của lignin khối lượng phân tử cao được chiết trong dòng chiết 5 trong trường hợp dòng ngược; và trong trường hợp dòng xuôi bởi dòng chiết 6. Theo thử nghiệm, việc này hiện đã được thể hiện để làm tăng khối lượng phân tử lignin. Ngoài ra, hiệu suất nấu ở mức cao cũng đã được chứng minh bởi các thử nghiệm này đối với lignin thu được bằng quy trình và thiết bị theo sáng chế. Sản phẩm xenluloza 9 được xả ra từ vùng thay thế qua vùng pha loãng 8.

Một phương án về hai quy trình chiết suất và hệ thống nồi chiết suất được giải thích cùng với tham chiếu đến Fig.2. Vỏ bào được sử dụng làm ví dụ về nguồn sợi xenluloza khi tham chiếu đến Fig.2. Đầu tiên, vỏ bào được ngâm tẩm với các hoá chất nấu với lượng chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH nằm trong khoảng từ 1% đến 40% được di chuyển theo dòng 1 vào bộ chiết suất 2' ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 200°C. Sau khi nấu trong bộ chiết suất 2' đến trị số kapa từ 8 đến 100, vỏ bào được chuyển qua đường truyền 3A đến bình thay thế riêng rẽ 4 với bộ nén 3B ở phần trên của bình thay thế 4. Vỏ bào đi qua quá trình nén mà được thực hiện tại áp suất được chọn nằm trong khoảng từ 35kPa đến 1000kPa hoặc sao cho hàm lượng vật liệu khô vỏ bào cao hơn 10% trọng lượng. Sau khi nén, vỏ bào được ép vào trong cột trong bình thay thế 4 với áp suất từ 1kPa đến 250kPa. Độ đặc thay thế trong bình thay thế 4 của vỏ bào có thể cao hơn 5% để làm giảm lượng nước trong dịch màu đen, mà chứa lignin khối lượng phân tử cao. Dịch thay thế có thể được bổ sung vào bình thay thế qua ít nhất một đường nối chất lưu 10, 10' có cửa nạp trong bình thay thế. Nhiệt độ của dịch thay thế trong bình thay thế 4 trong dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi 7 nằm trong khoảng từ 70°C đến 200°C. Lượng chất kiềm trong dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi 7 dưới dạng chất kiềm hữu hiệu được chọn nằm trong khoảng từ 1% đến 40%

dưới dạng NaOH. Vận tốc của dịch thay thế của dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi 7 nằm trong khoảng từ 0,35 mm/giây đến 35mm/giây so với vận tốc của cột vỏ bào trong vùng thay thế 4. Vỏ bào đã nấu được pha loãng trong vùng pha loãng 8 đến độ đặc nằm trong khoảng từ 2% đến 35%. Sản phẩm thay thế có lignin khối lượng phân tử cao được chiết suất bởi dòng chiết suất 5 trong trường hợp dòng xuôi và trong trường hợp dòng ngược bởi dòng chiết suất 6. Theo thử nghiệm, việc này hiện đã được thể hiện để làm tăng khối lượng phân tử lignin trong quá trình sản xuất lignin. Hơn nữa, hiệu suất nấu cao cũng đã được chứng minh bởi các thử nghiệm đối với lignin thu được bằng phương pháp của sáng chế. Xenluloza 9 được xả ra từ vùng thay thế 7 thông qua vùng pha loãng 8.

Một phương án về bộ nén 300 được thể hiện trên Fig.3. Vỏ bào được nạp để nén 200 bằng cách nạp, việc nạp được thực hiện ví dụ bằng đỉnh vít, bơm hoặc bộ nạp cao áp. Việc nén trong phần nén 200 có thể được thực hiện bằng cách nạp 100 vỏ bào thông qua hai, ví dụ, hình trụ tròn xoay, một hình trụ tròn xoay trong ống hoặc pít-tông hoặc đỉnh vít hoặc phương tiện nén khác bất kỳ mà nén vỏ bào với áp suất được chọn nằm trong khoảng từ 35kPa đến 1000kPa sao cho vỏ bào nén đến mật độ nằm trong khoảng từ 350kg/m<sup>3</sup> đến 1525kg/m<sup>3</sup>, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 650kg/m<sup>3</sup> đến 1525kg/m<sup>3</sup>, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 800kg/m<sup>3</sup> đến 1520kg/m<sup>3</sup>. Sau đó, vỏ bào được xả 400 ví dụ, bằng đỉnh vít, bơm hoặc bộ nạp cao áp ra khỏi phần nén 200.

Một phương án về vùng thay thế được thể hiện trên Fig.4. Theo phương án này, nguồn sợi xenluloza từ bộ nén được ép vào trong cột trong vùng thay thế 210 với áp suất được chọn nằm trong khoảng từ 1 đến 250. Việc này có thể được thực hiện, ví dụ, bằng đỉnh vít, bơm hoặc bộ nạp cao áp từ phần nén. Độ đặc thay thế trong vùng thay thế 210 của vỏ bào tốt hơn là cao hơn 10% để làm giảm lượng nước trong dịch màu đen, mà chứa lignin khối lượng phân tử cao. Nhiệt độ của dịch thay thế trong vùng thay thế 210 trong dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi (số tham chiếu lần lượt là 710 hoặc 810) được chọn nằm trong khoảng từ 70 đến 200°C. Lượng chất kiềm trong dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi (số tham chiếu 710 hoặc 810) dưới dạng chất kiềm hữu hiệu được chọn nằm trong khoảng từ 1% đến 40% dưới dạng NaOH, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1% đến 30%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1% đến 25% và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 1% đến 15%. Vận tốc của dịch thay thế của dịch dòng ngược hoặc dòng xuôi (số tham chiếu 710 hoặc 810) nằm trong khoảng từ 0,35

mm/giây đến 35mm/giây so với vận tốc của cột vỏ bào trong vùng thay thế 210. Sản phẩm thay thế lignin khối lượng phân tử cao được chiết suất, dòng 510, trong trường hợp dòng ngược và trong trường hợp dòng xuôi theo dòng chiết suất 610. Tốt hơn là, bình có sàng lọc chiết suất để duy trì lignin và sản phẩm xenluloza trong các dòng riêng biệt. Vỏ bào đã nấu được pha loãng trong vùng pha loãng 310 đến độ đặc nằm trong khoảng từ 2% đến 35%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 20%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 8% đến 12%. Sản phẩm xenluloza được xả ra từ vùng thay thế 210 thông qua vùng pha loãng 310 và có thể được khử lignin hoá ví dụ bởi oxy, và/hoặc được tẩy trắng đến độ sáng đích theo yêu cầu của sản phẩm cuối cùng. Việc tẩy trắng có thể được thực hiện với việc chiết suất clo dioxit, peroxit hoặc chất kiềm.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

Các hiệu quả thu được bởi các phương án về phương pháp của sáng chế được chứng minh bởi các thử nghiệm sau, mà không nên được hiểu là làm giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế. Với chữ viết tắt REF được dùng để chỉ phương pháp thông thường, nghĩa là phương pháp nấu kraft mà không có bước nén theo sáng chế. REF được so sánh với quy trình theo sáng chế có bước nén (chữ viết tắt COM).

#### Ví dụ 1

Trong ví dụ này, việc tăng khối lượng phân tử của lignin trong dịch màu đen và thời gian nấu đến số kapa cố định được đo lại. Bột gỗ cây bạch đàn và cây thông được tạo ra theo cả sáng chế (COM) và tham chiếu (REF), thường với việc nấu ở 165°C với lượng chất kiềm là 20% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ bạch đàn và lượng chất kiềm là 25% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ thông-bạch đàn. Các kết quả được trình bày trong bảng 1. Vỏ bào được nén trong bình thí nghiệm được trang bị pít-tông với áp suất là 263kPa và áp suất cột vỏ bào là 6kPa với tốc độ dịch rửa là 1,1mm/giây.

Bảng 1.

| Mẫu             | Khối lượng phân tử lignin | Thời gian nấu giảm đi (phút) |
|-----------------|---------------------------|------------------------------|
| REF gỗ bạch đàn | 2300                      | -                            |
| REF gỗ thông    | 2110                      | -                            |
| COM gỗ bạch đàn | 3600                      | 36 phút                      |
| COM gỗ thông    | 4100                      | 25 phút                      |

Theo bảng 1, khối lượng phân tử của lignin tăng lên và thời gian nấu giảm đi

khi tiến hành nấu theo sáng chế.

### Ví dụ 2

Trong ví dụ về độ mềm tấm xenlulza được đo bằng máy phân tích độ mềm của giấy lụa, bằng thiết bị EMTEC, bột gỗ bạch đàn và gỗ thông được tạo ra cả theo sáng chế (COM) và tham chiếu (REF), thường với việc nấu ở 165°C với chất kiềm dùng là 20% (dưới dạng NaOH) cho gỗ bạch đàn và chất kiềm là 25% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ thông-bạch đàn. Bột gỗ còn được khử lignin hoá bằng oxy và được tẩy trắng đến độ sáng của ISO 90. Các kết quả được trình bày trong bảng 2. Vỏ bào được nén với áp suất là 263kPa. Vỏ bào được nén với áp suất là 263kPa và áp suất cột vỏ bào là 6kPa với tốc độ dịch rửa là 1,1mm/giây.

Bảng 2.

| Mẫu             | Độ mềm theo cảm giác bằng tay TSA, EMTEC |
|-----------------|------------------------------------------|
| REF gỗ bạch đàn | 24                                       |
| REF gỗ thông    | 17                                       |
| COM gỗ bạch đàn | 41                                       |
| COM gỗ thông    | 35                                       |

Theo bảng 2, độ mềm theo cảm giác bằng tay của tấm xenluloza tăng lên khi tiến hành nấu theo sáng chế.

### Ví dụ 3

Trong ví dụ này, bột gỗ bạch đàn và gỗ thông được tạo ra cả theo sáng chế (COM) và tham chiếu (REF), thường với việc nấu ở 165°C với lượng chất kiềm là 20% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ bạch đàn và lượng chất kiềm là 25% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ thông-bạch đàn. Các kết quả được trình bày trong bảng 3. Vỏ bào được nén với áp suất là 263kPa và áp suất cột vỏ bào là 6kPa với tốc độ dịch rửa là 1,1mm/giây. Ép tấm ướt bằng thiết bị MTS để mô phỏng độ khô sau phần ép máy giấy.

Bảng 3.

| Mẫu | Hàm lượng chất khô, (%) |
|-----|-------------------------|
|-----|-------------------------|

|                 |    |
|-----------------|----|
| REF gỗ bạch đàn | 46 |
| REF gỗ thông    | 48 |
| COM gỗ bạch đàn | 49 |
| COM gỗ thông    | 51 |

Theo bảng 3, vật liệu khô dạng tấm xenluloza tăng lên khi tiến hành nấu theo sáng chế.

#### Ví dụ 4

Trong ví dụ này, bột gỗ bạch đàn và gỗ thông được tạo ra cả theo sáng chế (COM) và tham chiếu (REF), thường với việc nấu ở 165°C với lượng chất kiềm là 20% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ bạch đàn và lượng chất kiềm là 25% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ thông-bạch đàn. Các kết quả được trình bày trong bảng 4. Vỏ bào được nén với áp suất là 263kPa và áp suất cột vỏ bào là 6kPa với tốc độ dịch rửa là 1,1mm/giây. Bột giấy được tinh chế với vành va chạm khối lượng Masuko (1 lần) và hàm lượng hạt mịn được đo bằng Kajaani FS-300.

Bảng 4.

| Mẫu             | Hàm lượng hạt mịn, (%) |
|-----------------|------------------------|
| REF gỗ bạch đàn | 11                     |
| REF gỗ thông    | 10                     |
| COM gỗ bạch đàn | 26                     |
| COM gỗ thông    | 35                     |

Theo bảng 4, hàm lượng hạt mịn xenluloza tăng lên khi tiến hành nấu theo sáng chế.

#### Ví dụ 5

Trong ví dụ này, hiệu suất bột giấy được đo, bột gỗ bạch đàn và bột gỗ thông được tạo ra cả theo sáng chế (COM) và tham chiếu (REF), thường với việc nấu ở 165°C với lượng chất kiềm là 20% dùng cho gỗ bạch đàn (dưới dạng NaOH) và lượng chất kiềm là 25% (dưới dạng NaOH) dùng cho gỗ thông-bạch đàn. Các kết quả được trình bày trong bảng 5. Vỏ bào được nén với áp suất 263kPa và áp suất cột vỏ bào là 6kPa với tốc độ dịch rửa là 1,1mm/giây

Bảng 5.

| Mẫu                      | Hiệu suất nấu, % |
|--------------------------|------------------|
| REF gỗ bạch đàn, kapa 17 | 51               |
| REF gỗ thông, kapa 28    | 47               |
| COM gỗ bạch đàn, kapa 17 | 52,3             |
| COM gỗ thông, kapa 28    | 48,1             |

Theo bảng 5, hiệu suất nấu tăng lên khi tiến hành nấu theo sáng chế.

Ví dụ 6

Trong ví dụ này, hiệu suất lignin và độ đặc được so sánh với phương pháp nấu đã biết được bộc lộ trong PCT/FI2011/050651 (Prev.) sau khi nấu. Trong các mẫu COM, vỏ bào được nén với áp suất 263kPa và áp suất cột vỏ bào là 6kPa với tốc độ dịch rửa là 1,1mm/giây. Không có quy trình nén nào của giải pháp kỹ thuật đã biết được sử dụng.

Bảng 6.

| Mẫu                        | Hiệu suất lignin, %<br>từ gỗ | Độ đặc lignin, (%) |
|----------------------------|------------------------------|--------------------|
| Prev. gỗ bạch đàn, kapa 17 | 22%                          | 8                  |
| Prev. gỗ thông, kapa 28    | 14,1%                        | 6                  |
| COM gỗ bạch đàn, kapa 17   | 24%                          | 12                 |
| COM gỗ thông, kapa 28      | 16%                          | 8                  |

Là các kết quả xác nhận, phương pháp theo sáng chế cải thiện hiệu suất và độ đặc của lignin được thu hồi từ cả hai vật liệu thô và giá trị kapa khác nhau.

Ví dụ 7

Trong ví dụ này, độ cong của sợi (được đo bằng máy thử nghiệm sợi) được so sánh với phương pháp nấu đã biết được bộc lộ trong PCT/FI2011/050651 (Prev.) sau khi nấu.

Bảng 7.

| Mẫu                       | Độ cong, % |
|---------------------------|------------|
| Prev. gỗ bạch đàn kapa 17 | 18         |

|                          |    |
|--------------------------|----|
| Prev. gỗ thông, kapa 28  | 20 |
| COM gỗ bạch đàn, kapa 17 | 12 |
| COM gỗ thông, kapa 28    | 14 |

Là các kết quả xác nhận, phương pháp theo sáng chế cải thiện độ cong của sợi của cả hai vật liệu thô và với các trị số kapa khác nhau.

#### Ví dụ 8

Trong ví dụ này, khả năng phản ứng của xenluloza được đo bằng thử nghiệm về khả năng phản ứng Fock đối với các bột gỗ bạch đàn và bột gỗ thông được tạo ra với các bước thủy phân sơ bộ và trung hòa tùy ý cả theo sáng chế (COM) và tham chiếu (REF), thường với việc nấu ở 165°C với lượng chất kiềm là 20% dùng cho gỗ bạch đàn (dưới dạng NaOH) và lượng chất kiềm dùng cho gỗ thông-gỗ bạch đàn 25% (dưới dạng NaOH). Các kết quả được trình bày trong bảng 5. Vỏ bào được nén với áp suất 263kPa và áp suất cột vỏ bào là 6kPa với tốc độ dịch rửa là 1,1mm/giây

Bảng 8.

| Mẫu              | Khả năng phản ứng Fock, % |
|------------------|---------------------------|
| REF. gỗ bạch đàn | 48                        |
| REF. gỗ thông    | 45                        |
| COM gỗ bạch đàn  | 68                        |
| COM gỗ thông     | 62                        |

Là các kết quả xác nhận, phương pháp theo sáng chế cải thiện khả năng phản ứng của cả hai vật liệu thô.

Sáng chế theo các phương án của nó đã được mô tả trên đây, bằng các ví dụ không giới hạn về các cách thực hiện và các phương án thực hiện sáng chế, phần mô tả đầy đủ và thông tin về phương án tốt nhất hiện được dự định bởi tác giả sáng chế để thực hiện sáng chế. Tuy nhiên, người có kiến thức trung bình trong lĩnh vực này cần phải hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn ở phần mô tả chi tiết của các phương án được nêu trên đây, sáng chế có thể được thực hiện theo các phương án khác bằng cách sử dụng phương tiện tương đương hoặc theo các tổ hợp khác nhau của các phương án mà không chệch khỏi đặc tính kỹ thuật của sáng chế.

Hơn nữa, một số dấu hiệu kỹ thuật của các phương án nêu trên theo sáng chế có

thể được sử dụng trước mà không cần phải sử dụng tương ứng các dấu hiệu kỹ thuật khác. Do đó, cần phải hiểu rằng phần mô tả trên đây chỉ đơn thuần nhằm mục đích minh họa các nguyên lý của sáng chế mà không làm giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế. Do đó, phạm vi bảo hộ của sáng chế chỉ được giới hạn bởi yêu cầu bảo hộ kèm theo.



## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp nấu để tạo ra lignin khối lượng phân tử cao có khối lượng phân tử cao hơn 2300 và bột giấy bao gồm các bước:

i. nấu nguồn sợi xenluloza chứa vỏ bào trong dịch nấu tại nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 180°C đến trị số kappa được chọn từ khoảng 100 đến 5 để tạo ra nguồn sợi xenluloza đã nấu;

ii. nén nguồn sợi xenluloza đã nấu tại nhiệt độ nấu bằng áp suất được chọn nằm trong khoảng 35 kPa đến 1000 kPa, để tạo ra phân đoạn xenluloza đã nén với độ đặc cao hơn 10% trọng lượng và mật độ được chọn nằm trong khoảng từ 350 kg/m<sup>3</sup> đến 2000 kg/m<sup>3</sup> trong dịch màu đen chứa lignin khối lượng phân tử cao có khối lượng phân tử cao hơn 2300;

iii. thay thế dịch màu đen bằng dịch thay thế bằng cách ép phân đoạn xenluloza đã nén trong dịch màu đen bằng áp suất được chọn nằm trong khoảng 1kPa đến 250kPa để tạo ra cột có độ đặc ít nhất là 5% trọng lượng, hoặc độ xốp của cột ít nhất là 0,25, sau đó thay thế dịch màu đen bằng dịch thay thế có hàm lượng lignin thấp hơn so với hàm lượng trong dịch màu đen, và trong đó áp suất thấp hơn so với áp suất trong bước ii;

iv. thu hồi phân đoạn lignin khối lượng phân tử cao có khối lượng phân tử lớn hơn 2300 từ dịch thay thế;

v. và thu hồi bột giấy từ phân đoạn xenluloza đã nén.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này bao gồm bước thuỷ phân sơ bộ và trung hoà trước bước i; trong đó bước thuỷ phân sơ bộ bao gồm thuỷ phân sơ bộ nguồn sợi xenluloza bằng hơi nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 200°C và bước trung hoà được tiến hành sau đó với lượng chất kiềm được chọn nằm trong khoảng từ 1% đến 25% chất kiềm hữu hiệu dưới dạng NaOH.

3. Phương pháp nấu theo điểm 1, trong đó ở bước i lượng chất kiềm là 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% hoặc 40% dưới dạng chất kiềm hữu hiệu là NaOH được sử dụng.

4. Phương pháp nấu theo điểm 1, trong đó dịch thay thế có lượng chất kiềm được chọn nằm trong khoảng từ 1% đến 40% dưới dạng chất kiềm hữu hiệu trên nguồn sợi

xenluloza.

5. Phương pháp nấu theo điểm 1, trong đó bước thay thế được thực hiện tại nhiệt độ được chọn nằm trong khoảng từ 70°C đến 200°C.
6. Phương pháp nấu theo điểm 1, trong đó bước thay thế được thực hiện bằng cách thay thế dịch màu đen bằng dịch thay thế với vận tốc được chọn nằm trong khoảng từ 0,35mm/giây đến 35mm/giây.
7. Phương pháp nấu theo điểm 1, trong đó nhiệt độ và lượng chất kiềm không bị thay đổi giữa các bước nấu và bước nén.
8. Phương pháp tạo ra bột giấy có hàm lượng hạt mịn cao, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:
  - a. tạo ra bột giấy theo phương pháp nấu theo điểm 1; và
  - b. tinh chế phân đoạn xenluloza thu hồi được ở bước v để thu được các hạt mịn có cấu tử thành sợi xenluloza có chiều rộng trung bình số học nằm trong khoảng từ 1 nm đến 1000 nm và chiều dài trung bình số học nằm trong khoảng từ 1 nm đến 4 mm; trong đó hàm lượng hạt mịn của bột giấy là ít nhất khoảng 26%.

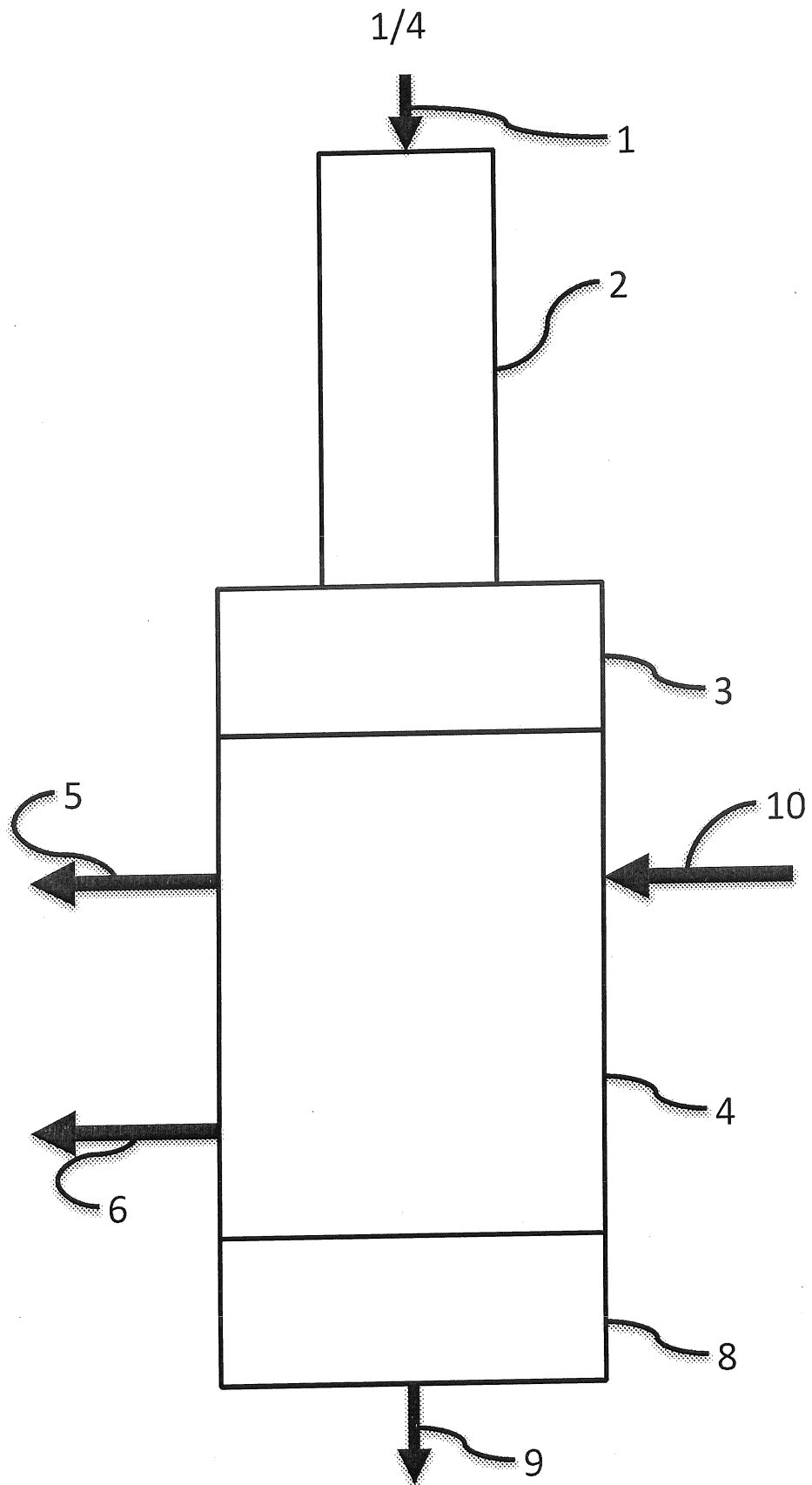


Fig. 1

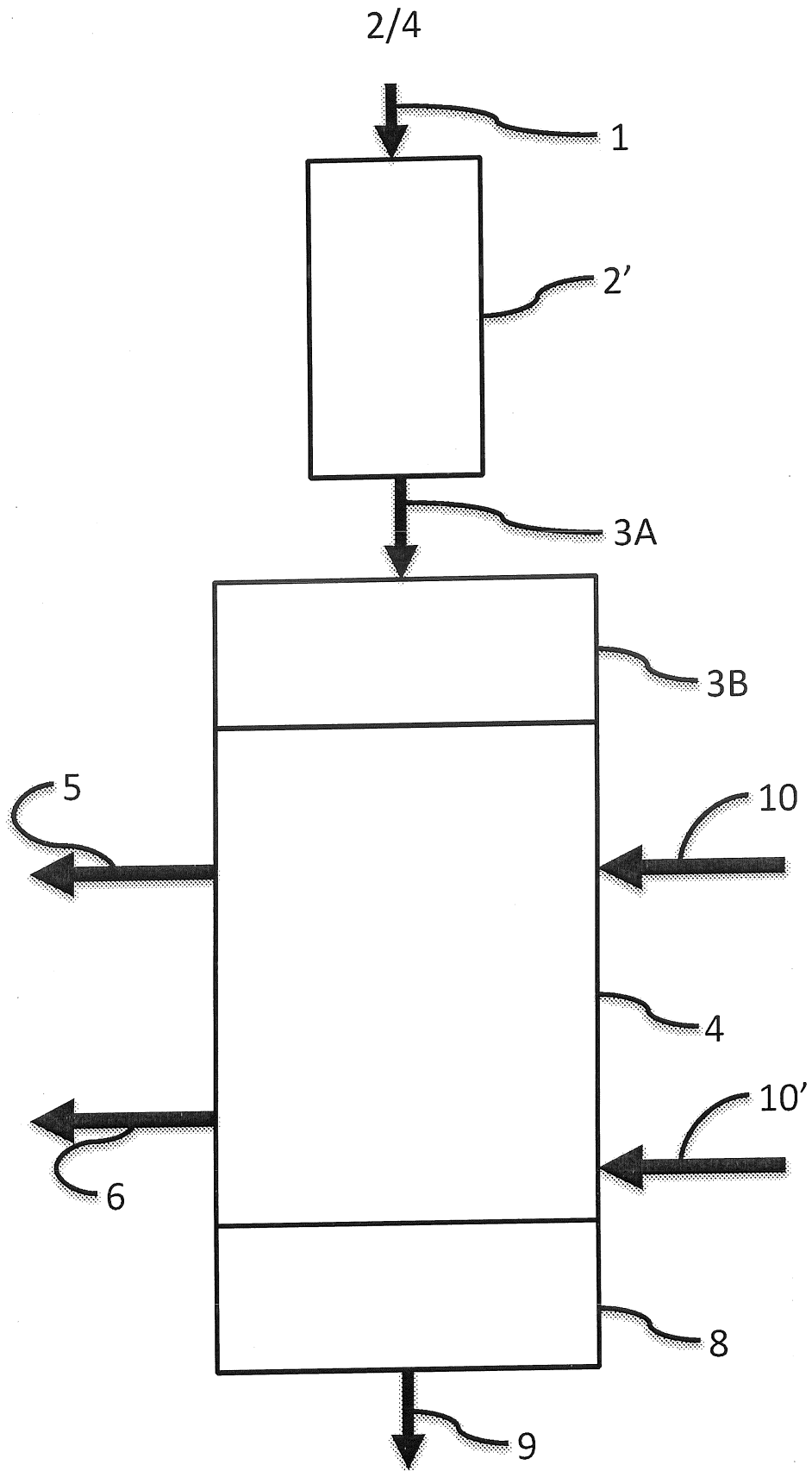


Fig. 2

3/4

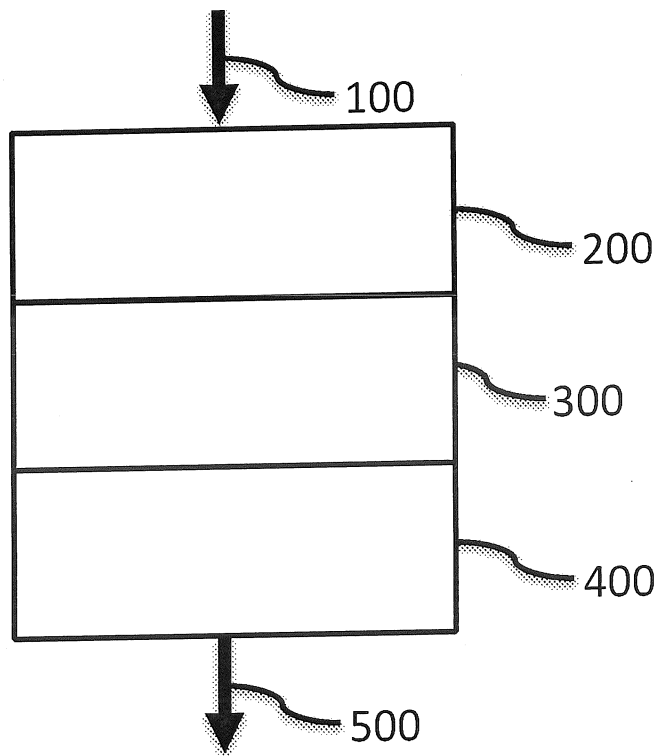


Fig. 3

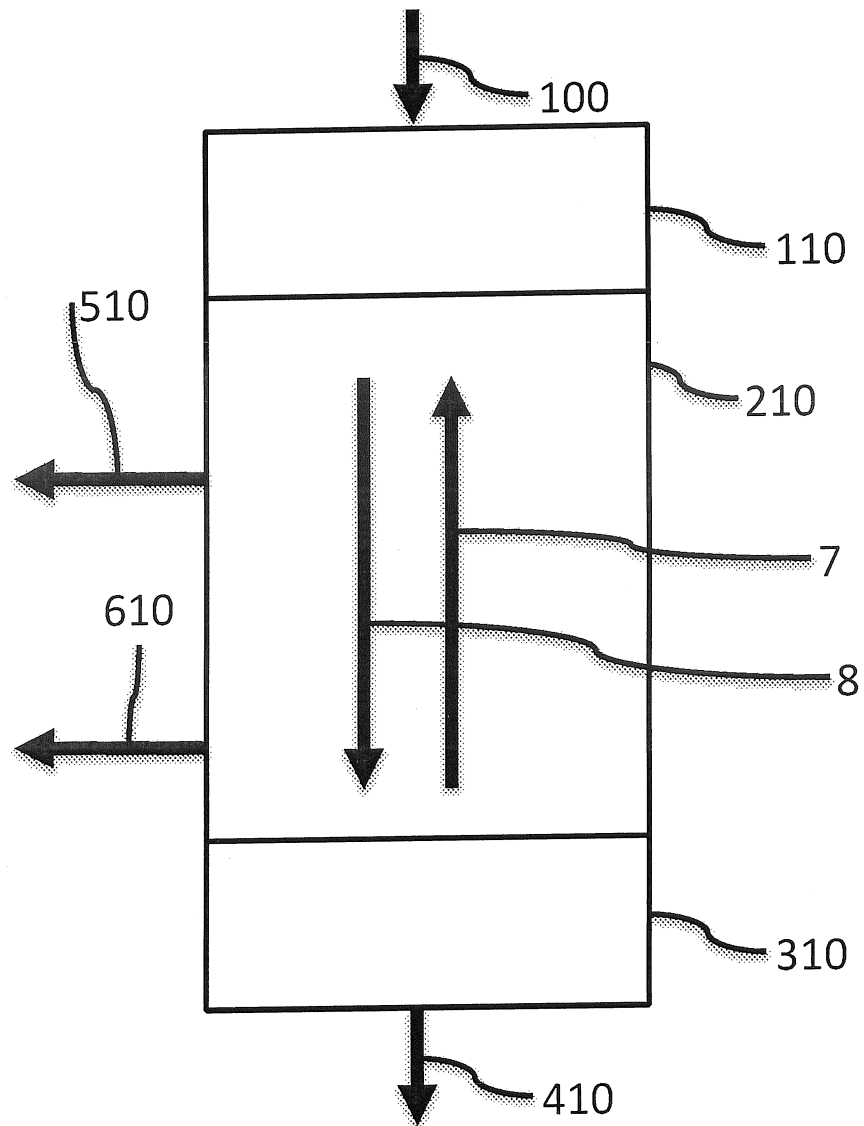


Fig. 4