



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

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

(11)



1-0045060

(51)^{2020.01} C08B 1/00; C08B 15/06

(13) B

(21) 1-2022-01134

(22) 31/08/2020

(86) PCT/FI2020/050560 31/08/2020

(87) WO2021/038136 04/03/2021

(30) 20195717 30/08/2019 FI

(45) 25/04/2025 445

(43) 25/05/2022 410A

(71) INFINITED FIBER COMPANY OY (FI)

Ruukinkuja 2, 02330 Espoo, Finland

(72) HARLIN, Ali (FI); MALANIN, Erkki (FI); MÄKELÄ, Jani (FI).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ SƠ BỘ BÔNG TÁI CHẾ

(21) 1-2022-01134

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza, ví dụ bông, bao gồm các bước tạo ra hỗn hợp có hàm lượng rắn, hỗn hợp này bao gồm xenluloza, và chất lỏng, và vận hành cơ học hỗn hợp để mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza theo một khía cạnh ví dụ của sáng chế. Việc vận hành cơ học bao gồm việc trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza. Cụ thể, phương pháp đề cập đến xử lý sơ bộ xenluloza để sử dụng trong việc tạo thành xenluloza carbamat, hoặc theo cách khác sáng chế đề cập đến việc sử dụng phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza trong quy trình điều chế xenluloza carbamat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Xenluloza được hòa tan một phần trong dung dịch nước chứa natri hydroxit với nồng độ khoảng 10% khối lượng/khối lượng. Lượng xenluloza mà hòa tan trong NaOH/H₂O phụ thuộc vào mức độ polyme hóa và cả cách thức kết tinh. Isogai đã nghiên cứu khả năng hòa tan của xenluloza từ một số nguồn nhưng chưa thành công trong việc điều chế dung dịch xenluloza có nồng độ cao hơn 5%. Phương pháp hòa tan hoàn toàn xenluloza trong dung dịch kiềm được bộc lộ trong Công bố đơn sáng chế Mỹ số 5,410,034. Để xenluloza hòa tan trong môi trường nước kiềm, cần phải làm lạnh kỹ xuống dưới nhiệt độ trong phòng. Soube và đồng tác giả đã hoàn thành biểu đồ pha đối với hệ ba thành phần xenluloza/NaOH/H₂O. Liên quan đến các đặc tính lưỡng tính của xenluloza quan tâm, không ngạc nhiên khi nhận thấy rằng xenluloza trong NaOH/H₂O trên thực tế không được hòa tan hoàn toàn mà tạo ra các kết tụ.

Quy trình hòa tan xenluloza trong nước kiềm được dựa trên phương pháp kết đông-xả đông. Dung môi được làm lạnh sơ bộ xuống dưới điểm đông của nước trước khi xenluloza được bổ sung và giữ lạnh cho đến khi polyme được hòa tan hoàn toàn. Xenluloza carbamat có nguồn gốc từ bột giấy hòa tan hòa tan sẵn trong dung dịch kiềm, như dung dịch NaOH mà không cần kết đông và xả đông. Tuy nhiên, bông khó tan hơn và sẽ không được hòa tan ngay, chủ yếu là do cấu trúc thành tế bào của nó có nhiều lớp sợi.

Việc kết đông và xả đông của dung dịch polyme ở quy mô công nghiệp là không thực tế cả về mặt kinh tế và năng lượng. Cả việc kết đông và xả đông tiêu tốn năng lượng và thời gian, làm giảm hiệu quả toàn phần và khả năng duy trì quy trình.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là nhằm khắc phục ít nhất một số vấn đề được mô tả trên đây và đề xuất phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza bao gồm các bước trong đó xenluloza và chất lỏng được đưa vào quá trình vận hành cơ học để mở cấu trúc sợi của thành tế bào xenluloza, từ đó làm tăng khả năng đi vào dung môi và các tác nhân hóa học của sợi nhỏ xenluloza. Khả năng đi vào sợi tăng từ đó cải thiện được hiệu quả và hiệu suất trong việc sản xuất các dẫn xuất xenluloza sau đó, mà các dẫn xuất này là hữu ích trong, ví dụ, quá trình hòa tan và điều chế các sản phẩm như sợi, màng, bột và lớp phủ.

Sáng chế được xác định bởi các dấu hiệu của các điểm yêu cầu bảo hộ độc lập. Một số các phương án cụ thể được xác định trong các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc.

Theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza bao gồm các bước tạo ra hỗn hợp có hàm lượng rắn, hỗn hợp này bao gồm xenluloza, và chất lỏng, và vận hành cơ học hỗn hợp để mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza. Việc vận hành cơ học bao gồm trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục.

Theo khía cạnh thứ hai của sáng chế, sáng chế mô tả việc sử dụng phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza trong quy trình điều chế xenluloza carbamat. Hỗn hợp tạo ra trong phương pháp bao gồm xenluloza, chất lỏng, và hỗn hợp còn bao gồm ure.

Các ưu điểm có thể xem xét thu được bởi sáng chế. Sáng chế đề xuất phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza bao gồm các bước trong đó xenluloza và chất lỏng được đưa vào quá trình vận hành cơ học để mở cấu trúc sợi của thành tế bào xenluloza, từ đó làm tăng khả năng đi vào dung môi và các tác nhân hóa học của sợi nhỏ xenluloza. Khả năng đi vào tăng đối với các sợi lần lượt cải thiện được hiệu quả và hiệu suất trong việc sản xuất các dẫn xuất xenluloza sau đó, mà các dẫn xuất này là hữu ích

trong, ví dụ, quá trình hòa tan và điều chế các sản phẩm như sợi, màng, bột và lớp phủ. Thành tế bào được phân rã và việc cản trở sự khuếch tán của dung môi hoặc các hóa chất khác được giảm. Khả năng đi vào cao là yếu tố tiên quyết cần thiết để thể đồng nhất vật liệu xenluloza. Cấu trúc xenluloza có thể bị ảnh hưởng bằng cách hoạt hóa cơ học.

Các phương án tiếp theo sẽ được mô tả chi tiết hơn cùng với việc viện dẫn tới các hình vẽ kèm theo và phần mô tả chi tiết sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG. 1 là vi ảnh điện tử thể hiện sợi nhỏ xenluloza được nghiền trong điều kiện khô;

FIG. 2 là vi ảnh điện tử thể hiện sợi nhỏ xenluloza được nghiền trong điều kiện độ đặc cao; và

FIG. 3 là vi ảnh điện tử thể hiện sợi nhỏ xenluloza được nghiền trong điều kiện độ đặc thấp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Định nghĩa

Trong ngữ cảnh này, thuật ngữ “máy ép đùn” có nghĩa là máy chế hóa liên tục cung cấp 1) trộn cắt, 2) thao tác liên tục và 3) thay thế tích cực. Các máy ép đùn gồm các máy có khả năng xử lý bột giấy có độ đặc cao.

“Bột giấy có độ đặc cao” là bột giấy có hàm lượng rắn của xenluloza lớn hơn 5% khối lượng và chất lỏng, thông thường vượt quá 20% khối lượng và chất lỏng.

“Bột giấy có độ đặc rất cao” là bột giấy có hàm lượng rắn của xenluloza lớn hơn 20% khối lượng và chất lỏng, không giải phóng nước tự do.

Theo các phương thức tiến hành các phương án của sáng chế, bất ngờ phát hiện ra rằng khả năng đi vào dung môi và các hóa chất khác của xenluloza có thể được tăng lên trong khi xử lý sơ bộ trong đó xenluloza và chất lỏng được đưa vào quá trình vận hành cơ học. Bất ngờ phát hiện ra rằng việc kết đông xả đông có thể được loại

trừ hoàn toàn khỏi quy trình xử lý sơ bộ, *tức là* trước khi hòa tan kể cả trong các trường hợp yêu cầu bột giấy có nhiều lớp sợi như bông, xơ bông, sợi gai dầu, sợi mềm, sợi lanh và các sợi của thân và hạt khác.

FIG. 1 minh họa bột giấy đã được nghiền khô. Có thể rõ ràng nhận thấy rằng xenluloza được sùng hóa; không có sợi nào hoặc rất ít sợi có thể đi vào trong quy trình nghiền khô.

FIG. 2 minh họa ví dụ trong đó bột giấy có độ đặc cao được nghiền, hoặc bột giấy có hàm lượng rắn cao nhưng không phải bột giấy khô toàn bộ. Các sợi nhỏ được tách tốt và có thể đi vào trong các sợi đã được nghiền.

FIG. 3 minh họa ví dụ trong đó bột giấy có độ đặc thấp. Sợi nhỏ được tách tốt hơn so với các sợi nhỏ trong bột giấy đã được nghiền khô, mà còn tách tốt hoặc có thể đi vào như trong bột giấy đã được nghiền có độ đặc cao.

Xenluloza có thể được xử lý sơ bộ bằng các phương pháp theo các phương án của sáng chế. Theo một phương án, phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza bao gồm các bước tạo ra hỗn hợp có hàm lượng rắn, hỗn hợp này bao gồm xenluloza, và chất lỏng, và vận hành cơ học hỗn hợp để mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza. Việc vận hành cơ học bao gồm việc trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục.

Theo một phương án, hỗn hợp có hàm lượng rắn ban đầu ít nhất là 50% khối lượng của hỗn hợp, tốt hơn là hàm lượng rắn ban đầu là 50% hoặc lớn hơn tính theo khối lượng của hỗn hợp, ví dụ, lớn hơn 50% khối lượng của hỗn hợp như 51% khối lượng của hỗn hợp, 52% khối lượng của hỗn hợp hoặc ví dụ, 55% khối lượng của hỗn hợp, theo cách thích hợp là ít nhất 65% khối lượng của hỗn hợp, cụ thể là lên tới 75% khối lượng của hỗn hợp, tốt nhất là 71% hoặc 72% hoặc 73% hoặc 74% khối lượng của hỗn hợp. Việc vận hành cơ học của bột giấy có độ đặc rất cao, như bột giấy được so sánh với bột giấy có độ đặc thấp cải thiện được sự biến vị của tấm mỏng trong các thành tế bào sợi dẫn tới sự hấp thu cải thiện của hóa chất như ure ở mức phân tử trong hỗn hợp, hoặc bột giấy. Hàm lượng rắn ban đầu ít nhất là 50% khối lượng của hỗn hợp đảm bảo việc xử lý hiệu quả xenluloza, *tức là* các thành

xenluloza được tác động bởi các lực cắt đủ để phá vỡ hữu hiệu thành tế bào và làm tăng khả năng đi vào của sợi nhỏ xenluloza của dung môi và hóa chất. Hàm lượng rắn ban đầu nhỏ hơn ít nhất 50%, như nhỏ hơn khoảng 50% khối lượng làm giảm việc xử lý xenluloza hữu hiệu. Việc xử lý xenluloza tốt nhất xảy ra khi hàm lượng rắn ban đầu ít nhất là 50% khối lượng của hỗn hợp, tốt hơn là hàm lượng rắn ban đầu là 50% hoặc lớn hơn tính theo khối lượng của hỗn hợp, ví dụ, lớn hơn 50% khối lượng của hỗn hợp, như 51% khối lượng của hỗn hợp, 52% khối lượng của hỗn hợp hoặc ví dụ, 55% khối lượng của hỗn hợp, theo cách thích hợp là ít nhất 65% khối lượng của hỗn hợp, cụ thể là lên tới 75% khối lượng của hỗn hợp, tốt nhất là 71% hoặc 72% hoặc 73% hoặc 74% khối lượng của hỗn hợp.

Theo phương án khác, hàm lượng rắn không vượt quá 90% khối lượng của hỗn hợp, tốt hơn là hàm lượng rắn không vượt quá 75% khối lượng của hỗn hợp. Việc duy trì bột giấy có độ đặc cao trong đó hàm lượng rắn không vượt quá 90% khối lượng của hỗn hợp, tốt hơn là không vượt quá 75% khối lượng của hỗn hợp đảm bảo rằng quá trình sùng hóa hoặc tái kết tinh do quá trình khử hoạt hóa gây ra bởi việc mất các nhóm hydroxyl tự do sẽ không xảy ra, và do đó cấu trúc thành tế bào không bị hạn chế hấp thu hóa chất.

Trong số các giới hạn được mô tả trong các phương án được đề cập trên đây, không gian là đủ sao cho các lực cắt có thể tác động trên xenluloza mà không làm rách các sợi nhỏ ra khỏi bề mặt của xenluloza và sao cho khả năng đi vào dung môi và hóa chất của các sợi nhỏ trên thành tế bào sợi được tăng lên, là tối ưu. Hỗn hợp có hàm lượng rắn trong các giới hạn được mô tả trên đây là tối ưu đối với bông vì cấu trúc sợi nhỏ sáu lớp không bị làm ẩm xuyên suốt ở hàm lượng rắn như vậy. Khi bông được làm ẩm xuyên suốt, thì cấu trúc sợi bị khóa và thậm chí làm khó vỡ mở hơn cấu trúc sợi để làm tăng khả năng đi vào của các sợi xenluloza.

Xenluloza có thể là từ các nguồn khác nhau và ở dạng các bột giấy khác nhau. Theo một phương án, xenluloza được chọn từ nhóm bao gồm bột giấy hóa học, bột giấy cơ học, bột giấy nhiệt cơ, bột giấy nhiệt cơ hóa học, và hỗn hợp của chúng.

Theo phương án khác, bột giấy hóa học được chọn từ nhóm bao gồm bột giấy dung môi hữu cơ, bột giấy natri cacbonat, bột giấy hòa tan, bột giấy kraft, bột giấy sulphit, bột giấy chiết nước nóng, và hỗn hợp của chúng. Theo các phương án, bột giấy loại dùng cho giấy được sử dụng. Theo các phương án khác, bột giấy loại hòa tan được sử dụng. bột giấy tái chế như bột giấy đã loại mực cũng là hữu ích theo các phương án. Theo phương án cụ thể, xenluloza là bột giấy hòa tan khô.

Theo khía cạnh ví dụ của sáng chế, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý sơ bộ xenluloza, ví dụ bông, bao gồm các bước tạo ra hỗn hợp có hàm lượng rắn, hỗn hợp này bao gồm xenluloza, và chất lỏng, và vận hành cơ học hỗn hợp để mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza. Việc vận hành cơ học bao gồm việc trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục.

Theo một phương án, xenluloza thu được từ xenluloza tái chế được chọn từ nhóm bao gồm giấy, bìa, bông, xơ bông, rơm lúa mì, rơm lúa gạo, rơm ngô, sợi gai dầu, dăm bụt, bã mía, tre, sợi lanh, sợi đay và hỗn hợp của chúng. Các phương án về phương pháp là đặc biệt thích hợp trong việc xử lý sơ bộ bột giấy đòi hỏi như vậy có nhiều lớp sợi như bông, xơ bông, sợi gai dầu, sợi mềm, lanh và các sợi của thân và hạt khác.

Tương tự, các nguồn nguyên vẹn của xenluloza là thích hợp tương đương. Do đó, theo một phương án, xenluloza thu được từ bông nguyên vẹn, xơ bông nguyên vẹn, rơm lúa mì nguyên vẹn, rơm lúa gạo nguyên vẹn, rơm ngô nguyên vẹn, sợi gai dầu nguyên vẹn, dăm bụt nguyên vẹn, bã mía nguyên vẹn, tre nguyên vẹn, sợi lanh nguyên vẹn, sợi đay nguyên vẹn và hỗn hợp của chúng.

Như được đề cập trên đây, phương án liên quan đến việc vận hành cơ học hỗn hợp để mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza. Theo một phương án, hỗn hợp được cấp liên tục vào thiết bị trộn cơ học. Việc cấp vật liệu một cách liên tục vào thiết bị trộn cơ học đảm bảo rằng sự tiêu thụ năng lượng và thời gian được tối ưu hóa trong quy trình trong đó khả năng đi vào đối với sợi nhỏ xenluloza được tăng lên.

Theo một phương án, thiết bị trộn cơ học có khả năng tự làm sạch. Khả năng này cho phép di chuyển liên tục xenluloza xuyên suốt thiết bị trộn và làm kết việc thao tác tự do của thiết bị, đều là các thuộc tính hữu ích trong các ứng dụng công nghiệp.

Các thiết bị trộn khác nhau có thể được dùng theo các phương án của sáng chế. Theo một phương án, thiết bị trộn cơ học được chọn từ nhóm bao gồm máy nghiền dao cắt, máy nghiền búa, máy nghiền bóng, máy nghiền kiểu đĩa, máy nén viên nhỏ và máy ép đùn.

Theo phương án ưu tiên, thiết bị cơ học là máy nén viên nhỏ, ví dụ máy nén Kahl. Các máy nén viên nhỏ khác có thể thích hợp cho việc trộn cơ học các vật liệu trên cơ sở xenluloza như được mô tả ở đây, là thích hợp tương đương để dùng theo các phương án của sáng chế.

Theo phương án cụ thể, thiết bị trộn cơ học là máy ép đùn. Theo phương án thích hợp, thiết bị trộn cơ học bao gồm hai hoặc nhiều máy ép đùn. Theo các phương án trong đó hai hoặc nhiều máy ép đùn được chạy theo dãy, xenluloza có thể đi qua từ máy ép đùn thứ nhất đến máy ép đùn tiếp theo. Xenluloza đi đến máy ép đùn tiếp theo cho tới khi ít nhất một phần xenluloza được tạo vi sợi.

Theo một phương án, máy ép đùn được chọn từ nhóm bao gồm máy ép đùn vít kép quay ngược chiều, máy ép đùn vít kép quay đồng thời, máy ép đùn nhiều vít, máy ép đùn nện, máy ép đùn hành tinh, máy trộn Banbury liên tục, máy trộn zigma liên tục, máy ép đùn hình nón và tổ hợp của chúng.

Theo phương án khác, thiết bị trộn cơ học là máy nghiền kiểu đĩa.

Như được đề cập trên đây, mục đích của thiết bị trộn cơ học là nhằm tạo sợi nhỏ xenluloza. Do đó, theo một phương án, việc vận hành cơ học bao gồm việc mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza.

Mong muốn thu được mức độ tạo sợi nhỏ nhất định. Khi quá trình tạo sợi nhỏ tăng lên, khả năng đi vào của sợi nhỏ để phản ứng với hóa chất được tăng lên. Theo một phương án, hỗn hợp được vận hành cơ học cho đến khi ít nhất một phần xenluloza được tạo vi sợi, tốt hơn là ít nhất 40% khối lượng của xenluloza được tạo vi sợi, đặc

biệt là ít nhất 60% khối lượng của xenluloza được tạo vi sợi, theo cách thích hợp là ít nhất 75% khối lượng của xenluloza được tạo vi sợi, thông thường là ít nhất 95% khối lượng của xenluloza được tạo vi sợi.

Theo các phương án, môi trường xenluloza ẩm có độ pH kiềm hoặc kiềm nhẹ. Độ pH kiềm hoặc kiềm nhẹ là có lợi trong việc tạo sợi nhỏ xenluloza. Như được đề cập trên đây, và như được thể hiện trên các hình vẽ, rõ ràng rằng bột giấy có độ đặc cao được tạo sợi nhỏ dễ dàng nhất và không bị sùng hóa. Do đó, ít nhất một vài chất lỏng được yêu cầu để trộn với xenluloza trước khi nó được cấp vào thiết bị trộn hoặc cấp vào thiết bị trộn một cách riêng rẽ hoặc cấp vào thiết bị trộn đồng thời với xenluloza. Theo một phương án, chất lỏng bao gồm nước có giá trị pH vượt quá 7,0, tốt hơn là 7,2 hoặc lớn hơn, thông thường là 7,3 hoặc 7,4, theo cách thích hợp là 7,5 hoặc lớn hơn, và tùy ý bao gồm các ion hydroxit được bổ sung. Theo một phương án, độ pH của chất lỏng là 10,0 hoặc cao hơn, tốt hơn là độ pH là 10,5 hoặc cao hơn, tùy ý độ pH nằm trong khoảng từ 7,0 đến 14,0.

Theo phương án khác, chất lỏng có tính kiềm hoặc kiềm nhẹ còn bao gồm các chất hoạt động bề mặt, như các chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm chất hoạt động bề mặt anion như dodecylbenzen natri sulphonat, chất hoạt động bề mặt không ion như nonylphenol etoxylat, chất hoạt động bề mặt cation như xetyl trimetyl amoni bromua (CTAB) và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính như Albigal A (AMS) hoặc alkylamin polyglycol etc. Các chất hoạt động bề mặt giúp ngăn cản việc tạo lại các tạp chất mà đã được loại ra khỏi môi trường xenluloza và nhìn chung làm tăng tính phản ứng bằng cách làm giảm sức căng bề mặt và do đó có thể tiếp xúc tốt hơn giữa các chất phản ứng và môi trường xenluloza, đặc biệt là trong điều kiện kiềm.

Việc vận hành cơ học được thực hiện ở nhiệt độ để kiểm soát hàm ẩm của xenluloza. Hàm lượng rắn cuối mong muốn của xenluloza đã được vận hành vượt quá 85% khối lượng của hỗn hợp. Việc vận hành cơ học có thể lặp lại cho đến khi đạt được hàm lượng rắn mong muốn. Hàm lượng rắn cuối không thể vượt quá 95%

khối lượng của chế phẩm. Trong các trường hợp như vậy, quá trình sùng hóa sẽ xảy ra.

Do đó, theo các phương án, việc vận hành cơ học được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 0 đến 100°C, tốt hơn là 10 đến 80°C, theo cách thích hợp là 20 đến 70°C, đặc biệt là 30 hoặc 40 hoặc 50 hoặc 60°C.

Tốc độ cắt cũng có thể góp phần vào các đặc tính mong muốn trong xenluloza đã được xử lý sơ bộ thu được. Theo một phương án, việc vận hành cơ học được thực hiện với tốc độ ≥ 80 giây⁻¹, tốt hơn là ≥ 90 giây⁻¹, đặc biệt là ≥ 100 giây⁻¹. Theo một số phương án, tốc độ cắt có thể là cao hơn đáng kể, ví dụ 300 đến 500 giây⁻¹, thậm chí là cao đến mức bằng 1000 giây⁻¹. Ví dụ, trong quá trình tạo sợi nhỏ và sản xuất nanoxenluloza, tốc độ cắt lớn hơn đáng kể được dùng.

Như được đề cập trên đây, có khoảng được ưu tiên đối với nhiệt độ trong thiết bị trộn. Nhiệt độ có thể được kiểm soát bằng cách làm lạnh thiết bị. Theo một phương án, thiết bị trộn được làm lạnh, tốt hơn là được làm lạnh bằng nước tuần hoàn, để duy trì nhiệt độ trong thiết bị trộn ở hoặc dưới nhiệt độ tối đa 100°C. Theo các phương án chỉ liên quan đến pha xử lý sơ bộ, nhiệt độ tối đa là đặc biệt quan trọng. Nếu nhiệt độ của xenluloza đã được thao tác cơ học vượt quá 100°C, thì quá trình sùng hóa sẽ xảy ra.

Như được mô tả trên đây, mức độ tạo sợi nhỏ nhất định có thể đạt được bằng cách cho hỗn hợp qua máy ép đùn một hoặc nhiều lần. Do đó, theo một phương án, hỗn hợp đi qua máy ép đùn một hoặc nhiều lần.

Các phương án khác đề cập đến các bước khác của phương pháp. Vì việc vận hành cơ học của xenluloza làm tạo sợi nhỏ, nên khả năng đi vào chất phản ứng của sợi/sợi nhỏ xenluloza được cải thiện so với xenluloza không được tạo sợi nhỏ. Theo một phương án, phương pháp bao gồm phương pháp khác là bổ sung vào hỗn hợp ure. Theo phương án khác, 11-22 phần trăm khối lượng của hỗn hợp gồm ure được bổ sung và 0,4 – 1,1 phần trăm khối lượng của hỗn hợp gồm peroxit (H₂O₂) được bổ sung để điều chỉnh mức độ polyme hóa của xenluloza. Vật liệu được vận hành cho đến khi tất cả các dung dịch được hấp thu hoàn toàn và thậm chí khối lượng đạt tới

chế phẩm. Vật liệu đã được xử lý cơ học sau đó được cho phản ứng trong pha tách trong đó vật liệu đã được xử lý cơ học được trộn và được gia nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng từ 133 đến 155°C trong khoảng thời gian từ 2 đến 4 giờ.

Theo phương án khác, hỗn hợp được vận hành cơ học và được gia nhiệt nhanh chóng, trực tiếp hoặc gián tiếp, tới nhiệt độ trong khoảng từ 120 đến 135°C, thông thường là 133°C và còn được gia nhiệt đến nhiệt độ thứ hai. Thông thường là, việc gia nhiệt được tiếp tục cho đến khi nhiệt độ trong khoảng từ 133-140°C, thông thường là đạt đến 135°C. Việc vận hành cơ học và gia nhiệt làm cho ure và xenluloza phản ứng với nhau để tạo ra xenluloza carbamat.

Xenluloza carbamat có thể được tạo ra với bởi các phương án theo sáng chế trong khoảng thời gian tương đối ngắn. Ví dụ, theo các phương án, việc vận hành cơ học như được mô tả trên đây tạo ra xenluloza được tạo vi sợi trong khoảng từ 40% khối lượng của xenluloza đến 95% khối lượng của xenluloza trong khoảng thời gian 30 phút đến 5 giờ, tốt hơn là trong khoảng thời gian 1 đến 4 giờ, theo cách thích hợp là 2 giờ hoặc 3 giờ. Việc bổ sung ure vào hỗn hợp bằng cách gia nhiệt như được mô tả trên đây và vận hành cơ học như được mô tả trên đây tạo ra xenluloza carbamat từ vật liệu khởi đầu xenluloza trong khoảng thời gian 1 đến 6 giờ, tốt hơn là 2 đến 5 giờ, theo cách thích hợp là 3 giờ hoặc 4 giờ.

Xenluloza carbamat được tạo ra bởi các phương án về phương pháp có thể được thu hồi để bảo quản hoặc trực tiếp sử dụng trong các ứng dụng khác. Xenluloza carbamat được tạo ra bởi các phương án về phương pháp là khô. Theo các phương án khác, xenluloza carbamat được rửa bằng nước và sau đó được làm khô bằng máy sấy khô. Việc làm khô ở nhiệt độ trên 155°C, có thể gây bất lợi cho sản phẩm xenluloza carbamat. Do đó, việc làm khô tốt hơn là diễn ra ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 133°C. Nhiệt độ sử dụng trong giai đoạn carbamat hóa thực tế thường không vượt quá giai đoạn làm khô.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Vật liệu bông bỏ đi sau khi dùng được mở ra bằng cách chải thành đoạn sợi chỉ và sợi. Vật liệu bông chứa nhỏ hơn 10% vật liệu sợi khác. DP của xenluloza thay đổi giữa 600 và 1000 kDa. Bổ sung nước vào vật liệu mà ure được hòa tan (220 g/kg) để đạt hàm lượng nitơ là 1,7 %. Hydro peroxit (0,75 %) được bổ sung để kiểm soát khối lượng mol vào DP là 360 kDa, tương đương với độ nhớt là 280 cP. Mỗi vật liệu có cùng một tải lượng hóa học, trong khi đó hàm lượng rắn trước khi gia công cơ học là khác nhau ở mỗi thử nghiệm (57 % (ẩm), 72 % (tối ưu), và 77 % (khô)). Các vật liệu được xử lý cơ học và được nén bởi vòi phun nhiều lần cho đến khi đạt hàm lượng rắn là 91 – 93%. Các mẫu ẩm, tối ưu và khô lần lượt cần 9, 2 và 1 lần đi qua vòi phun, trước khi đạt tới hàm lượng rắn mong muốn. Các sản phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng từ 133°C – 155°C trong khoảng thời gian 3 giờ để khô.

Carbamat được tạo ra bằng thiết bị phản ứng trộn Draiss 250 l hoặc thiết bị phản ứng trộn Lödige 600 l. Ban đầu, bột giấy / bông được làm khô chân không đến khoảng 85% chất khô. Hydro peroxit được trộn với nước ure và hỗn hợp được bổ sung vào bột giấy. Sau khi bổ sung hóa học, hàm lượng chất khô đích là 65-70% để thuận lợi cho việc nén linh hoạt. Việc nén được tiến hành hai lần bằng thiết bị Kahl. Bột giấy đã được tạo viên nhỏ (được nén) được đặt trở lại vào thiết bị phản ứng trộn trong đó dòng được bắt đầu. Việc tính toán thời gian phản ứng carbamat hóa được bắt đầu khi nhiệt độ đạt 115°C và nhiệt độ được tăng đến 140-150°C. Tổng thời gian phản ứng là 4 giờ. Sau khi carbamat hóa, bột giấy được nghiền bằng máy nghiền hai lần để cải thiện khả năng hòa tan.

Chất lỏng dope quay được tạo ra từ mỗi sản phẩm và sợi được quay.

Mẫu	Độ đặc (%)	Chất lỏng dope	Sợi	
		Phân đoạn không hòa tan (kW)	Độ mịn (dtex)	Độ bền (cN/dtex)
Ướt	57	6000	$\geq 1,7$	$\leq 1,9$
Tối ưu	72	250	1,2	2,7
Khô	77	3500	1,5	2,1

Bảng 1

Từ Bảng 1, có thể thấy rằng bằng các phương án theo sáng chế, việc vận hành cơ học mẫu tối ưu có độ đặc tối ưu trong khoảng từ 70 – 75%, theo các phương án về phương pháp được mô tả nêu trên, làm mở thành tế bào xenluloza và tạo sợi nhỏ xenluloza, cải thiện khả năng đi vào của các chất phản ứng hóa học. Các sợi đã được xử lý sơ bộ cơ học là thích hợp cho dùng cho các quy trình khác nhau, ví dụ để carbamat hóa với ure, tạo ra chất lỏng dope quay và sợi mịn quay có độ bền tốt.

Ví dụ 2

Vật liệu bột giấy xenluloza thô đối với quy trình sản xuất xenluloza carbamat được điều chế từ vải dệt bông bỏ đi được tái chế (với độ nhớt CED là 330 ± 30 ml/g, ISO cải biến 5351). Quy trình điều chế bột giấy được tiến hành như được mô tả trong đơn sáng chế phần Lan FI20205250. Xenluloza carbamat được tạo ra bằng thiết bị phản ứng trộn 600 l Lödige hoặc 2000 l Lödige. Bột giấy đã được điều chế từ vải dệt bông bỏ đi được tái chế được loại nước khi có mặt mức natri hydroxit 6 g/kg vật liệu xenluloza khô trong không khí trong điều kiện chân không đến khoảng 85% hàm lượng chất khô của hỗn hợp. Giá trị pH của chất lỏng trong vật liệu được xử lý kiểm được xác định bằng cách để yên 10 g vật liệu đã loại nước trong 100 g nước.

Giá trị pH là 10,5. Hydro peroxit (mức $0,3 \pm 0,1\%$ H_2O_2 bột giấy xenluloza khô) được trộn với dung dịch nước ure (mức ure 18,5% của bột giấy xenluloza khô) và hỗn hợp được bổ sung vào bột giấy. Sau khi bổ sung dung dịch nước ure và hydro peroxit, hàm lượng chất khô thu được của hỗn hợp xenluloza-hóa chất-chất lỏng là $72 \pm 2\%$ để thuận tiện cho việc xử lý sơ bộ cơ học linh hoạt. Việc xử lý sơ bộ cơ học được tiến hành sáu lần (6) lần lượt bằng cách cho trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục bằng cách sử dụng thiết bị Kahl. Bột giấy đã được xử lý sơ bộ cơ học được đặt trở lại vào thiết bị phản ứng trộn trong đó dòng được bắt đầu. Việc tính toán thời gian phản ứng carbamat hóa được bắt đầu khi nhiệt độ đạt 133°C và nhiệt độ được tăng đến $135 \pm 2^\circ\text{C}$ đối với phản ứng carbamat hóa thực. Tổng thời gian phản ứng là 180 phút sau khi đạt nhiệt độ ban đầu đích 133°C . Sau khi carbamat hóa ở dạng viên, các viên xenluloza carbamat được nghiền cho quy trình sau xử lý tùy ý của xenluloza carbamat hoặc sử dụng cuối trực tiếp của nó. Mức độ polyme hóa của xenluloza là 248 ± 20 ml/g (với độ nhớt CED, ISO 5351) được đo ở xenluloza carbamat được nghiền, rửa và làm khô. Mức độ thể của xenluloza carbamat được đo bởi tổng hàm lượng nitơ trong xenluloza carbamat khô trong lò được rửa (Theo SFS 5505:1988, được cải biến) là 30-40% cao hơn trong trường hợp bột giấy đã được xử lý sơ bộ cơ học với kiềm được bổ sung (6 g/kg NaOH bột giấy khô) như được thể hiện trong ví dụ này so với sản phẩm đã được điều chế sử dụng quy trình tương tự nhưng không có natri hydroxit trong giai đoạn loại nước của bột giấy.

Ví dụ về việc sử dụng cuối trực tiếp của bột xenluloza carbamat đã được điều chế bằng cách sử dụng quy trình được mô tả trên đây: Xenluloza carbamat thu được từ quy trình carbamat hóa còn được hòa tan để sản xuất sợi xenluloza carbamat bằng quy trình quay ướt: Bột xenluloza carbamat khô trong không khí được nghiền được tạo huyền phù đặc và hòa tan trong dung dịch natri zincat (kẽm oxan) tới hàm lượng xenluloza carbamat đích là $6,5 \pm 0,2\%$ ($n=10$), hàm lượng natri hydroxit là $6,5 \pm 0,2\%$ ($n=10$). Chất lỏng dopexenluloza carbamat thu được từ quy trình hòa tan được lọc lần lượt sử dụng quy trình lọc súc rửa hai giai đoạn sử dụng môi trường lọc 20 μm ở giai đoạn lọc thứ hai. Việc quay ướt chất lỏng dope xenluloza carbamat được lọc và loại khí được tiến hành sử dụng bể quay được tối ưu đối với quy trình xenluloza carbamat chứa, ví dụ, natri sulphat và axit sulphuric tự do. Ứng suất kéo

godet được áp dụng là $86 \pm 8\%$ ($n=56$) trong điều kiện kéo trong bể nóng. Sợi tơ thu được từ việc quay được cắt thành các sợi chùm có độ dài cắt là 40 mm. Chuẩn số tơ đích là 1,3 dtex. Độ dai của sợi ở chỗ đứt được đo từ các sợi chùm là 23 ± 1 cN/tex ($n=56$) với độ giãn dài ở chỗ đứt là $16,4 \pm 1,5\%$ ($n=56$) (SFS-EN ISO 5079).

Ví dụ 3

Xử lý cơ học của bột giấy sử dụng máy nghiền búa.

Vật liệu bột giấy xenluloza thô đối với quy trình sản xuất xenluloza carbamat được điều chế từ vải dệt bông bỏ đi được tái chế (với độ nhớt CED là 330 ± 30 ml/g, ISO cải biến 5351). Quy trình bột giấy điều chế được tiến hành như được mô tả trong đơn sáng chế phần Lan FI20205250. Bột giấy đã được điều chế từ vải dệt bông bỏ đi được tái chế được loại nước trong điều kiện chân không đến khoảng 85% hàm lượng chất khô của hỗn hợp. Hydro peroxit (mức $0,3 \pm 0,1\%$ H_2O_2 bột giấy xenluloza khô) được trộn với dung dịch nước ure (mức ure 18,5% của bột giấy xenluloza khô) và hỗn hợp được bổ sung vào bột giấy. Sau khi bổ sung dung dịch nước ure và hydro peroxit, hàm lượng chất khô thu được của hỗn hợp xenluloza-hóa chất-chất lỏng là $72 \pm 2\%$ để thuận tiện cho việc xử lý sơ bộ cơ học linh hoạt. Việc loại nước và trộn nước bổ sung và hóa chất được tiến hành trong thiết bị phản ứng trộn 600 l Lödige. Bột giấy được tối ưu hàm lượng rắn và được trộn hóa học được chia vào hai mẻ riêng rẽ đối với các thử nghiệm xử lý cơ học sau đó: **1)** Xử lý sơ bộ cơ học được tiến hành ba lần (3) lần lượt bằng cách cho trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục bằng cách sử dụng máy nghiền búa (máy nghiền búa loại Kamas với đĩa sàng có đường kính lỗ 3 mm). **2)** Xử lý sơ bộ cơ học được tiến hành sáu lần (6) lần lượt bằng cách cho trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục bằng cách sử dụng thiết bị Kahl (máy nén viên nhỏ). Bột giấy đã được xử lý sơ bộ cơ học được trải ra một cách riêng rẽ vào nồi nấu bằng thép không gỉ khi lớp mỏng khoảng 1 cm. Các nồi nấu được đặt trong lò tuần hoàn và thông khí ở 140°C trong 180 phút. Xenluloza carbamat thu được được nghiền sử dụng máy nghiền búa quy mô phòng thí nghiệm sử dụng sàng với đường kính lỗ 0,5 mm. Việc mô tả các đặc tính chất lượng của hai mẫu xenluloza carbamat khác nhau được dựa vào quy trình sau:

Xenluloza carbamat thu được từ quy trình carbamat hóa còn được hòa tan tiếp để điều chế chất lỏng dope xenluloza carbamat tương ứng (dung dịch xenluloza carbamat) bằng cách tạo huyền phù đặc và hòa tan các bột nghiền trong dung dịch natri zinat (kẽm oxan) đến hàm lượng xenluloza carbamat đích là $6,5 \pm 0,2\%$, hàm lượng natri hydroxit $6,5 \pm 0,2\%$.

Mẫu	Xenluloza carbamat (bột khô sau khi rửa)		Chất lỏng dope xenluloza carbamat (dung dịch)	
	Tổng hàm lượng nitơ (N%)	Phân đoạn không hòa tan nước (%)	K _W	K _R
Thiết bị Kahl	1,8	95,8	300	190
Máy nghiền búa	1,7	94,9	160	90

Bảng 2

Từ Bảng 2, có thể nhận thấy rằng theo các phương án theo sáng chế, việc vận hành cơ học bằng cách sử dụng thiết bị Kahl tạo ra được mức thể cao hơn một chút đã được đo bởi tổng hàm lượng nitơ và hàm lượng của phân đoạn không hòa tan nước của mẫu xenluloza carbamat đã được rửa và làm khô so với mẫu được điều chế bằng cách sử dụng máy nghiền búa. Giá trị K_W và chỉ số K_R (K_R tương ứng với giá trị K_W được hiệu chỉnh độ nhớt) chỉ ra khả năng lọc của dung dịch xenluloza carbamat, giá trị này càng nhỏ, thì lượng các hạt không phản ứng làm kẹt màng lọc càng nhỏ (>10 µm) được tìm thấy trong các dung dịch mẫu đã được điều chế. Do đó, việc xử lý sơ bộ cơ học bằng cách sử dụng máy nghiền búa tạo ra chất lượng của chất lỏng dope xenluloza carbamat tốt hơn dựa trên phân tích khả năng lọc.

Cần hiểu rằng các phương án theo sáng chế đã được bộc lộ không làm giới hạn kết

cấu, các bước quy trình hoặc vật liệu cụ thể được bộc lộ ở đây, mà còn mở rộng ra các dạng tương đương của chúng như có thể được nhận biết bởi người có hiểu biết trung bình trong các lĩnh vực liên quan. Cũng cần hiểu rằng thuật ngữ được dùng ở đây được sử dụng chỉ nhằm mục đích mô tả các phương án cụ thể và không dự định giới hạn sáng chế.

Trong suốt bản mô tả này, việc viện dẫn đến một phương án hoặc phương án có nghĩa là dấu hiệu, kết cấu, hoặc đặc điểm cụ thể mà được mô tả liên quan đến phương án đó là được bao gồm trong ít nhất một phương án của sáng chế. Do đó, việc xuất hiện của các cụm từ “theo một phương án” hoặc “theo phương án” ở các vị trí khác nhau trong toàn bộ bản mô tả này không hoàn toàn nhất thiết tham chiếu đến cùng một phương án. Trong khi việc tham chiếu được tạo ra đối với giá trị số sử dụng thuật ngữ như, ví dụ, khoảng hoặc về cơ bản giá trị số chính xác cũng được bộc lộ.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, vô số các mục, yếu tố kết cấu, yếu tố cấu thành, và/hoặc vật liệu có thể có mặt trong danh sách thông thường nhằm mục đích thuận tiện. Tuy nhiên, các danh sách này cần được xây dựng cho dù mỗi thành phần của danh sách được xác định riêng rẽ làm thành phần duy nhất và riêng rẽ. Do đó, thành phần riêng rẽ của danh sách này không được xây dựng dạng tương đương thực tế của thành phần khác bất kỳ của cùng một danh sách đơn thuần dựa vào sự thể hiện ở nhóm thông thường mà không có chỉ định đối lập. Ngoài ra, các phương án khác và ví dụ của sáng chế có thể được viện dẫn ở đây cùng với các cách khác đối với các hợp phần khác nhau của chúng. Cần hiểu rằng các phương án, ví dụ, và các cách khác như vậy không được xây dựng làm dạng tương đương thực tế của dạng khác, mà được xem là các cách thể hiện riêng rẽ và độc lập theo sáng chế.

Hơn nữa, các dấu hiệu, cấu trúc hoặc đặc điểm được mô tả có thể được kết hợp theo cách thích hợp bất kỳ trong một hoặc nhiều phương án. Trong phần mô tả sau, nhiều chi tiết cụ thể được nêu ra, như ví dụ về chiều dài, chiều rộng, hình dạng, v.v., nhằm để cung cấp kiến thức đầy đủ về các phương án khác theo sáng chế. Tuy nhiên, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực liên quan sẽ nhận thấy được rằng sáng chế có thể được tiến hành không cần một hoặc nhiều chi tiết cụ thể, hoặc với các

phương pháp, hợp phần, vật liệu khác, v.v.. Trong các trường hợp khác, các kết cấu, vật liệu, hoặc thao tác đã biết không được thể hiện hoặc mô tả chi tiết để tránh làm lu mờ các khía cạnh của sáng chế.

Trong khi các ví dụ nêu trên minh họa nguyên lý của sáng chế trong một hoặc nhiều ứng dụng cụ thể, thì người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sẽ hiểu rằng nhiều cải biến ở dạng, sử dụng và chi tiết bổ sung có thể được tạo ra mà không cần thực hiện sáng chế, và không nằm ngoài các nguyên lý và khái niệm của sáng chế. Theo đó, sáng chế không nhằm dự định bị giới hạn, ngoại trừ như bởi phần yêu cầu bảo hộ dưới đây.

Các động từ “bao gồm” và “gồm” được sử dụng trong tài liệu này là các giới hạn mở không loại trừ cũng như yêu cầu sự tồn tại của cả các dấu hiệu không được đề cập. Các dấu hiệu nêu trong các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc có thể kết hợp tùy ý lẫn nhau trừ khi được chỉ ra một cách rõ ràng theo cách khác. Hơn nữa, cần hiểu rằng việc sử dụng “một” tức là ở dạng số ít xuyên suốt tài liệu này không loại trừ dạng số nhiều.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Ít nhất một vài phương án của sáng chế đưa ra áp dụng công nghiệp trong việc quản lý và tuần hoàn xenluloza để dùng trong công nghiệp dệt cũng như trong quy trình điều chế xenluloza nguyên vẹn để dùng trong nhiều ngành công nghiệp hơn.

Danh sách tài liệu đối chứng

Tài liệu sáng chế

US 5410034 A

Tài liệu phi sáng chế

Isogai, A. and Atalla, R.H. (1998). Dissolution of Cellulose in Aqueous NaOH Solutions. *Cellulose*, 5(4): 309-319.

Sobue, H., Kiessig, H. and Hess, K. (1939). The System: Cellulose-Sodium Hydroxide-Water in Relation to the Temperature. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, B43: 309.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xử lý sơ bộ bông tái chế bao gồm các bước:

- tạo ra hỗn hợp có hàm lượng rắn, trong đó hỗn hợp này có hàm lượng rắn ban đầu ít nhất là 50% khối lượng của chế phẩm và hàm lượng rắn không vượt quá 75% khối lượng của chế phẩm, hỗn hợp này bao gồm
 - xenluloza, và
 - nước có giá trị pH vượt quá 7,0,
- bổ sung ure vào hỗn hợp, và
- vận hành cơ học hỗn hợp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 100°C để mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza, việc vận hành cơ học này bao gồm trộn cắt trong thiết bị trộn cơ học liên tục.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp có hàm lượng rắn ban đầu ít nhất là 65% khối lượng của chế phẩm, cụ thể là lên tới 71% hoặc 72% hoặc 73% hoặc 74% khối lượng của hỗn hợp.

3. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hỗn hợp được cấp liên tục vào thiết bị trộn cơ học.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thiết bị trộn cơ học có khả năng tự làm sạch.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thiết bị trộn cơ học được chọn từ nhóm bao gồm các thiết bị nghiền dao cắt, nghiền búa, nghiền bóng, nghiền kiểu đĩa, nén viên nhỏ và máy ép đùn.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thiết bị trộn cơ học là thiết bị nén viên nhỏ.

7. Phương pháp theo điểm 5 hoặc 6, trong đó thiết bị trộn cơ học là máy ép đùn được chọn từ nhóm bao gồm máy ép đùn vít kép quay ngược chiều, máy ép đùn vít kép quay đồng thời, máy ép đùn nhiều vít, máy ép đùn nện, máy ép đùn hành tinh, máy trộn Banbury liên tục, máy trộn zigma liên tục, máy ép đùn hình nón và tổ hợp của chúng.
8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó việc vận hành cơ học bao gồm mở cấu trúc sợi của thành tế bào của xenluloza.
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hỗn hợp được vận hành cơ học cho đến khi ít nhất một phần xenluloza được tạo vi sợi.
10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó giá trị pH của nước vượt quá 7,2 hoặc lớn hơn, thông thường là 7,3 hoặc 7,4, theo cách thích hợp là 7,5 hoặc lớn hơn, và tùy ý bao gồm các ion hydroxit được bổ sung.
11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó độ pH của chất lỏng là 10,0 hoặc cao hơn, tốt hơn là độ pH là 10,5 hoặc cao hơn, tùy ý là độ pH nằm trong khoảng từ 7,0 đến 14,0.
12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó việc vận hành cơ học được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 20°C đến 80°C, theo cách thích hợp là 20°C đến 70°C, đặc biệt là 30°C hoặc 40°C hoặc 50°C hoặc 60°C.
13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thiết bị trộn được làm lạnh, tốt hơn là được làm lạnh bằng nước tuần hoàn.

14. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hỗn hợp đi qua máy ép đùn một hoặc nhiều lần.
15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hỗn hợp bao gồm ure được gia nhiệt tới nhiệt độ thứ nhất trong khoảng từ 120°C đến 135°C, thông thường là 133°C, còn được gia nhiệt đến nhiệt độ thứ hai trong khoảng từ 133°C đến 155°C để tạo ra xenluloza carbamat.
16. Phương pháp theo điểm 11, trong đó xenluloza carbamat đã được thu hồi được rửa và làm khô, tốt hơn là ở nhiệt độ dưới 155°C, đặc biệt là ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 133°C.

1/1

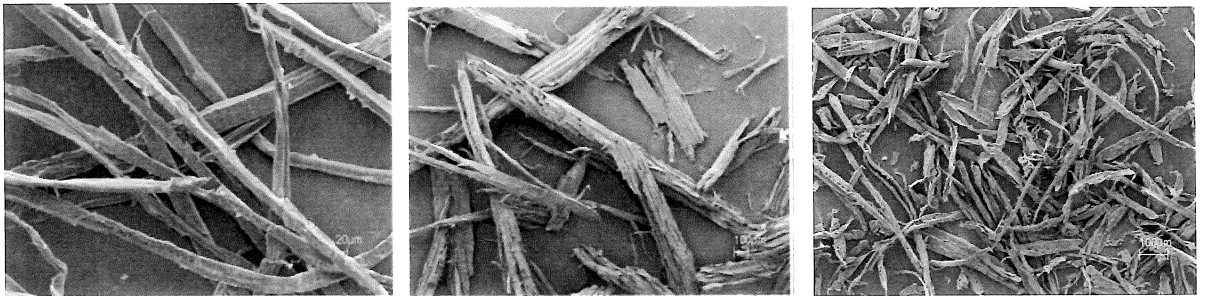


Fig. 1

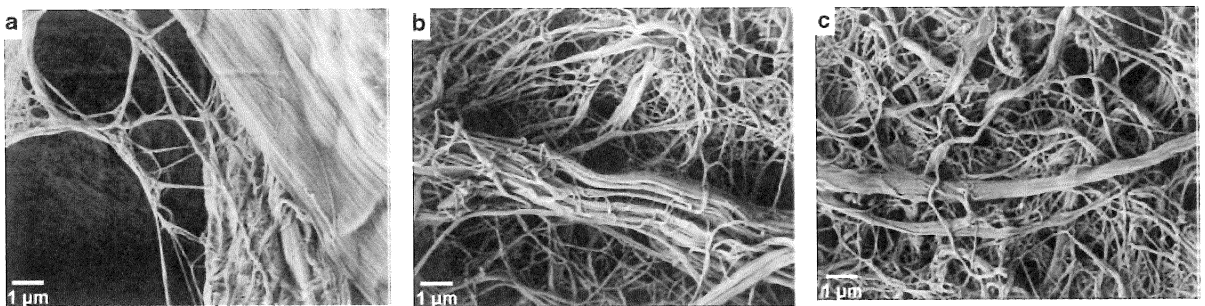


Fig. 2

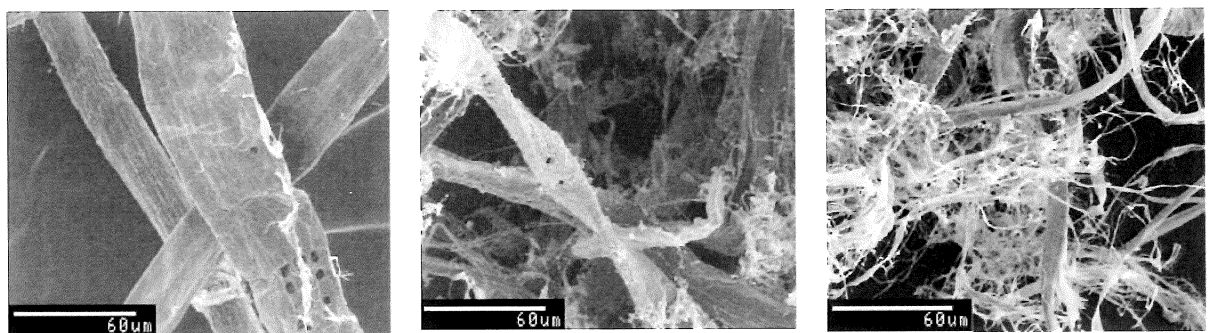


Fig. 3