



(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) 
1-0019849

(51)⁷ **D01D 5/06, D01F 2/00, C08J 3/09, 5/18 (13) B**

(21)	1-2014-00933	(22)	03.09.2012
(86)	PCT/EP2012/067077 03.09.2012	(87)	WO2013/030399 07.03.2013
(30)	11179844.3 02.09.2011 EP		
(45)	25.09.2018 366	(43)	25.07.2014 316
(73)	AUROTEC GMBH (AT) Wartenburgerstrasse 1a, A-4840 Vocklabruck, Austria		
(72)	ZIKELI Stefan (AT), ECKER Friedrich (AT)		
(74)	Văn phòng luật sư Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)		

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SẢN PHẨM HOẶC MÀNG MỎNG ĐÃ ĐƯỢC ĐỊNH HÌNH BẰNG XENLULOZA RẮN**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm hoặc màng mỏng đã được định hình bằng xenluloza rắn, từ dung dịch chứa xenluloza, NMMO (N-metylmorpholin N-oxit) và nước bởi việc ép đùn dung dịch này qua một hoặc nhiều lỗ ép đùn dưới áp suất và hóa cứng các sản phẩm, hoặc các màng mỏng này, trong bể gom, trong đó dung dịch kéo sợi này được dẫn qua khe không khí nằm giữa các lỗ ép đùn và bể gom, khác biệt ở chỗ, nhiệt độ của dung dịch ở các lỗ ép đùn là thấp hơn 105°C và mức chênh áp suất của dung dịch này ngay trước khi ép đùn và sau khi ép đùn trong khe không khí nằm trong khoảng từ 8 đến 40 bar (800-4000KPa).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp ép đùn, cụ thể là để định hình dung dịch polyme hoặc các polyme lỏng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Xenluloza và các polyme khác có thể được hoà tan trong các dung môi thích hợp và được chuyển hoá bằng quá trình hóa cứng có kiểm soát thành sản phẩm có hình dạng mong muốn. Nếu như sản phẩm đã được định hình này được cấu thành bởi các sợi, các tơ keo và chất liệu tương tự, thì có nghĩa là nó được tạo ra bởi các quá trình kéo sợi. Xenluloza được hoà tan, trong các dung dịch nước của các amin oxit chẳng hạn, cụ thể là các dung dịch chứa N-metylmorpholin N-oxit (NMMO), để tạo ra các sản phẩm kéo sợi, như các tơ đơn, các sợi móc, các màng mỏng, v.v., từ dung dịch kéo sợi thu được. Điều này xảy ra do sự kết tủa của các chất ép ra trong nước hoặc các dung dịch amin oxit loãng ngay khi các chất ép ra của khuôn ép đùn được dẫn qua khoảng trống chứa không khí vào trong bể kết tủa.

US 4416698 mô tả phương pháp ép đùn hoặc kéo sợi đối với các dung dịch xenluloza để định hình xenluloza thành sợi. Trong trường hợp này, chất liệu kéo sợi dạng lỏng là dung dịch chứa xenluloza và NMMO (N-metylmorpholin N-oxit) hoặc các amin bậc ba khác được định hình bởi sự ép đùn và được đưa vào trong bể kết tủa để hóa cứng và giãn nở. Phương pháp này cũng được biết là phương pháp lyocell.

US 4246221 và DE 2913589 mô tả các phương pháp sản xuất các tơ đơn hoặc các màng mỏng xenluloza, trong đó xenluloza được kéo ở dạng lỏng. Các patent này mô tả các quy trình kéo sợi mà trong đó xenluloza được hoà tan trong amin oxit bậc ba, trong đó dung dịch xenluloza thu được được ép qua khuôn, ép đùn qua khoảng trống chứa không khí vào trong phễu kéo sợi, và được xả ra ở đầu phễu kéo sợi dưới dạng sợi liên tục. Phễu kéo sợi được sử dụng được trang bị phương tiện nạp và phương tiện xả dùng cho bể kéo sợi.

Một phương pháp khác được mô tả trong US 5252284, trong đó các ống mao dẫn dạng thôn dài được sử dụng để định hình chất liệu xenluloza.

WO 93/19230 A1 mô tả sự phát triển tiếp của phương pháp sản xuất lyocell, trong đó chất liệu kéo sợi chứa xenluloza được làm nguội ngay sau quá trình định hình trước khi dẫn vào trong bể kết tủa.

WO 94/28218 A1 mô tả phương pháp sản xuất các tơ đơn xenluloza, trong đó dung dịch xenluloza được định hình thành một số đánh sợi nhờ khuôn. Các đánh sợi này được dẫn vào trong bể kết tủa (“bể kéo sợi”) qua khoảng trống mà không khí thổi quanh đó và được xả một cách liên tục.

Thiết bị định hình và phương án khác của phương pháp sản xuất lyocell được mô tả trong WO 03/057951, trong đó chất liệu kéo sợi chứa xenluloza, sau khi định hình, được vận chuyển qua vùng che chắn và sau đó qua vùng làm nguội.

Trong EP 0430926 B1, bộ ép phun tơ có đầu bộ ép phun tơ và đĩa kéo sợi được đề xuất, trong đó đĩa kéo sợi là đĩa mang ổn định có các lỗ. Các đĩa ép phun tơ, trong đó các ống mao dẫn kéo sợi được tạo, được luồn vào trong các lỗ nêu trên.

US 5 951 932 A mô tả phương pháp sản xuất sợi lyocell với các bước ép đùn sợi xenluloza đã biết, chuyển sợi qua khe không khí cùng với dòng không khí, và đưa vào bể kết tủa. Nhiệt độ hiện hữu trong bộ phận kéo sợi nằm trong khoảng từ 95°C đến 125°C có thể được kể đến. Theo một số phương án, áp suất ép đùn nằm trong khoảng từ 20 đến 100 bar (2000-10000KPa). Mức chênh áp suất giữa chất liệu kéo sợi và áp suất trong khe không khí không được đề cập đến. Ngoài ra, không có thông tin nào liên quan đến áp suất và nhiệt độ mà trong đó quá trình ép đùn được thực hiện.

US 5 417 909 A mô tả phương pháp sản xuất lyocell. Nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 115°C được mô tả cụ thể trong các ví dụ 6 tới 12. Nhiệt độ kéo sợi càng thấp cho phép cải thiện tính năng kéo sợi. Không có thông tin nào liên quan đến áp suất.

US 2005/220916 A1 mô tả phương pháp kéo sợi lyocell với nhiệt độ kéo sợi nằm trong khoảng từ 80°C đến 102°C. Tuy nhiên, không có thông tin nào liên quan đến áp suất.

DE 100 43 297 A1 đề cập cụ thể đến nhiệt độ kéo sợi là 85°C, nhưng không nhắc đến áp suất.

Ấn phẩm “The Temperature of Fibres during Air-Gap Wet Spinning: Cooling by Convection and Evaporation” — Volker Simon (Int. J. Heat Mass Transfer. Vol. 37, No. 7, pp. 1133 — 1142, 1994) mô tả tiến trình vận hành trong các quy trình kéo sợi. Điều được thấy rằng việc polyme nạp vào trong khoảng trống chứa không khí chứa nước và nước bay hơi ở bề mặt của sợi kéo trong quá trình kéo sợi và sự bay hơi nước này có hiệu quả làm nguội sợi kéo. Điều đã được kết luận là nhiệt độ sợi trong quá trình ép đùn là tương đối cao và nồng độ nước trong môi trường kéo sợi được tăng do sự bay hơi nước từ sợi.

Đã phát hiện ra rằng kết quả mà gradien bay hơi nước khiến cho dòng khối nước bay hơi sẽ được dẫn từ sợi theo hướng môi trường xung quanh. Sự bay hơi nước xảy ra trong tơ đơn được phép bởi lượng nước nằm trong tơ đơn bay hơi, nhờ vậy tạo ra tác dụng làm nguội cao, cao hơn so với kéo sợi nóng chảy. Theo thông báo này, đã đề cập đến chất liệu kéo sợi dùng trong phương pháp NMMO không chứa dung môi (nước), dung môi (amin oxit = NMMO) và xenluloza. Tác giả cũng kết luận rằng dung môi không bay hơi trong quá trình định hình.

Theo sáng chế, đã phát hiện ra rằng việc ép đùn và làm nguội sau đó có thể dẫn tới việc tạo ra các hạt không mong muốn và lắng đọng trên máy ép đùn hoặc làm bẩn các sợi kéo riêng biệt. Chẳng hạn, ngay sau khi ép đùn và làm nguội, các thành phần riêng biệt của chất liệu cần được định hình có thể bị phá vỡ dưới dạng các hạt rắn từ các sợi kéo, mà vẫn ở trạng thái lỏng, và có thể làm hỏng thiết bị hoặc làm giảm chất lượng sản phẩm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp ép đùn hoặc kéo sợi cải tiến mà có thể khắc phục các nhược điểm này.

Do đó, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất sản phẩm đã được định hình bằng xenluloza rắn, cụ thể là các tơ đơn, các xơ cắt ngắn, các màng mỏng hoặc các vải không dệt, từ dung dịch chứa xenluloza, NMMO (N-metylmorpholin N-oxit) và nước bởi việc ép đùn dung dịch này qua một hoặc nhiều lỗ ép đùn dưới áp suất và hóa cứng các sản phẩm đã được định hình này, cụ thể là tơ đơn, các xơ cắt

ngắn, các vải không dệt hoặc các màng mỏng, trong bể gom, trong đó dung dịch kéo sợi này được dẫn qua khe không khí nằm giữa các lỗ ép đùn và bể gom, trong đó nhiệt độ của dung dịch ép đùn ở các lỗ ép đùn thấp hơn 105°C và mức chênh áp suất giữa áp suất của dung dịch kéo sợi ngay trước khi ép đùn và sau khi ép đùn (cụ thể là trong khe không khí) là nằm trong khoảng từ 18 đến 40 bar (1800-4000KPa). Điều được ghi nhận theo sáng chế là, trong quá trình ép đùn hoặc kéo sợi của các sản phẩm đã được định hình bằng xenluloza, không chỉ nước bị tách ra khỏi chất lưu đã được định hình trong khe không khí, mà cả các hạt NMMO (N-metylmorpholin N-oxit) được tạo ra cũng như các sản phẩm thoái biến NMMO là NMM (N-metylmorpholin) và M (morpholin). Các hạt thoát ra từ dòng polyme sẽ có tác động bất lợi tới phương pháp kéo sợi và không những làm tổn thương bề mặt của các sản phẩm đã được định hình, mà còn bám dính vào các lỗ ép đùn và làm tổn thương tới các sợi kéo trong quá trình kéo sợi này, trong đó điều này có thể dẫn đến các khuyết tật kéo sợi, sự bám dính sợi và sự phá vỡ sợi. Điều được ghi nhận theo sáng chế là sự hình thành hạt và sự tách của nó ra khỏi vật liệu đúc ép được thấy rõ rệt nhất với nhiệt độ xử lý dung dịch polyme nằm trong khoảng từ 105°C đến 110°C . Do đó, theo sáng chế dung dịch kéo sợi được ép đùn ở nhiệt độ thấp hơn. Sự tái cấu trúc trong dung dịch kéo sợi trong quy trình ép đùn, dẫn đến sự hình thành hạt và, ví dụ, có thể được xác định bởi entalpy (Fig.5), có thể giảm được bằng cách lựa chọn nhiệt độ thấp hơn. Quy trình này đặc biệt rõ rệt hơn trong quá trình chuyển đổi của dung dịch kéo sợi trong khe không khí từ các áp suất cao trước khi ép đùn sang các áp suất thấp hơn sau khi ép đùn. Do đó, các mức chênh áp suất thấp hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 8 đến 40 bar (800-4000KPa), được thực hiện theo sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Sáng chế sẽ được minh họa tiếp bởi các hình vẽ nêu dưới đây và các ví dụ không giới hạn phạm vi của sáng chế ở các phương án cụ thể.

Fig.1 thể hiện thiết bị ép đùn có lỗ ép đùn 1 và quạt 2 có các lỗ xả dòng không khí 3. Các lỗ ép đùn 1 được bố trí trên đĩa ép đùn 6 có dạng cong theo hướng của dòng không khí. Sự đi vào bể gom được biểu thị bởi số chỉ dẫn 8. Thiết bị ép đùn này còn có các bộ phận dẫn dòng 7, chúng có thể được bố trí ở phía

dòng chảy (a) và/hoặc ở phía dòng ngắt (b). Bộ phận dẫn dòng này, ngoài việc dẫn dòng không khí, còn có chức năng thứ hai, cụ thể là chụp lên bề gom, để sao cho sự vận chuyển hơi ẩm từ bề gom này vào vùng kéo sợi được giảm. Fig.1b thể hiện sự định vị tùy ý khác cho bộ phận dẫn 7b.

Fig.2 là hình vẽ minh họa ba chiều của vùng kéo sợi của thiết bị ép đùn cùng với một khe không khí.

Lỗ ép đùn được minh họa bởi các điểm, mà từ đó các sợi kéo (không được thể hiện) đi ra. Một thể tích khí kéo sợi trong đó bản chất của nó được xác định và được tác động theo sáng chế được xác định là xung quanh các sợi này.

Fig.3 thể hiện dụng cụ dùng để đo hạt gồm bộ ép phun 1, hướng chảy được chỉ ra của chất liệu kéo sợi 1, đầu dò lấy mẫu 3 và bộ đếm hạt 4.

Fig.4 thể hiện sự phụ thuộc của sự phân bố cỡ hạt xác định được (D_p) theo số lượng hạt. Các đường cong chồng lấp riêng rẽ thể hiện sự phân bố từ khoảng cách lớn nhất giữa đầu dò và bề gom (cường cong trên) tới khoảng cách nhỏ nhất (đường cong dưới cùng). Tần suất các hạt gia tăng theo khoảng cách lớn dần từ bộ ép phun 1.

Fig.5 là hình vẽ thể hiện cho việc kiểm tra sắc thái nhiệt của các hỗn hợp xenluloza/amin oxit/nước, cũng như xảy ra trong vùng kéo sợi, ở các nhiệt độ và áp suất khác nhau. Phản ứng phân hủy tỏa nhiệt được bắt đầu với mọi áp suất từ nhiệt độ khoảng 190°C. Điều ngạc nhiên là, quá trình thu nhiệt, không xảy ra ở các áp suất cao hơn, xảy ra ở áp suất 1 ba với nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60°C đến 150°C với mức tối đa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 105°C đến 110°C. Điều này có thể là do quá trình chuyển vị trong cấu trúc tinh thể của dung dịch kéo sợi và do các quy trình bay hơi, nó biểu thị sự phân phối hoặc sự hấp thu nhiệt từ/vào trong dung dịch polyme và các chất được giải phóng một cách tương ứng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo các phương án được ưu tiên, nhiệt độ của dung dịch này nằm trong khoảng từ 80°C đến 98°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 84°C đến 96°C. Nhiệt độ này có thể ít nhất là một trong số 80°C, 81°C, 82°C, 83°C, 84°C, 85°C, 86°C, 87°C, 88°C, 89°C hoặc 90°C. Nhiệt độ này tốt hơn là tối đa là một trong số 104°C, 103°C, 102°C, 101°C, 100°C, 99°C, 98°C, 97°C, 96°C, 95°C, 94°C, 93°C, 92°C, 91°C, 90°C,

89°C hoặc 88°C. Sự hình thành hạt có thể được giảm và do đó tính năng kéo sợi được cải thiện bởi việc giảm nhiệt độ.

Tốt hơn, nếu mức chênh áp suất nằm trong khoảng từ 10 bar đến 38 bar (1000-3800KPa), cụ thể là nằm trong khoảng từ 13 đến 35 bar (1300-3500KPa). Đặc biệt hơn, mức chênh áp suất có thể ít nhất là 8 bar (800KPa), 9 bar (900KPa), 10 bar (1000KPa), 11 bar (1100KPa), 12 bar (1200KPa), 13 bar (1300KPa), 14 bar (1400KPa), 15 bar (1500KPa), 16 bar (1600KPa), 17 bar (1700KPa), 18 bar (1800KPa), 19 bar (1900KPa), 20 bar (2000KPa), 21 bar (2100KPa), 22 bar (2200KPa), 23 bar (2300KPa), 24 bar (2400KPa), 25 bar (2500KPa), 26 bar (2600KPa), 27 bar (2700KPa), 28 bar (2800KPa), 29 bar (2900KPa), 30 bar (3000KPa) hoặc hơn. Đặc biệt tốt, nếu mức chênh áp suất được chọn tối đa là 40 bar (4000KPa), 39 bar (3900KPa), 38 bar (3800KPa), 37 bar (3700KPa), 36 bar (3600KPa), 35 bar (3500KPa), 34 bar (3400KPa), 33 bar (3300KPa), 32 bar (3200KPa), 31 bar (3100KPa), 30 bar (3000KPa), 29 bar (2900KPa), 28 bar (2800KPa), 27 bar (2700KPa), 26 bar (2600KPa), 25 bar (2500KPa) hoặc ít hơn.

Theo các phương án cụ thể, áp suất của dung dịch kéo sợi (chất lưu kéo sợi) ngay trước khi ép đùn, ví dụ, áp suất trong khoang ép đùn trước các lỗ ép đùn, có thể nằm trong khoảng từ 13 đến 50 bar (1300-5000KPa), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 14 đến 49 bar (1400-4900KPa), từ 15 đến 48 bar (1500-4800KPa), từ 16 đến 47 bar (1600-4700KPa), từ 17 đến 46 bar (1700-4600KPa), từ 18 đến 45 bar (1800-4500KPa), từ 19 đến 44 bar (1900-4400KPa), từ 20 đến 43 bar (2000-4300KPa), từ 21 đến 42 bar (2100-4200KPa), từ 22 đến 41 bar (2200-4100KPa), từ 23 đến 40 bar (2300-4000KPa), từ 24 đến 39 bar (2400-3900KPa), từ 25 đến 38 bar (2500-3800KPa) hoặc từ 26 đến 37 bar (2600-3700KPa).

Áp suất sau khi ép đùn, ví dụ, trong khe không khí, thường là ở áp suất môi trường, nhưng cũng có thể là áp suất âm hoặc áp suất dư. Tốt hơn, nếu mức chênh áp suất được chọn để sao cho các mức chênh giữa entalpy biến dạng của dung dịch xenluloza/NMMO/nước sau khi giãn nở áp suất là thấp hơn ở nhiệt độ kéo sợi. Ví dụ, áp suất có thể nằm trong khoảng từ 0,1 bar đến 10 bar (10-1000KPa). Tốt hơn, nếu áp suất sau khi ép đùn ít nhất là 0,5 bar (50KPa), đặc biệt tốt là ít nhất là 1 bar (100KPa), 2 bar (200KPa), 3 bar (300KPa), 4 bar (400KPa), 5 bar (500KPa), 6 bar (600KPa), 7 bar (700KPa), 8 bar (800KPa), 9 bar (900KPa), 10

bar (1000KPa) hoặc hơn. Theo các phương án cụ thể, áp suất có thể tối đa là 10 bar (1000KPa), 9 bar (900KPa), 8 bar (800KPa), 7 bar (700KPa), 6 bar (600KPa), 5 bar (500KPa), 4 bar (400KPa), 3 bar (300KPa), 2 bar (200KPa), 1,5 bar (150KPa), 1 bar (100KPa) hoặc ít hơn. Quy trình định hình kiểu này có áp suất dư trong khe không khí có thể được thực hiện trong bình chịu áp. Tốt hơn, nếu các sản phẩm đã được định hình được sản xuất không liên tục trong bình chịu áp và được lấy ra sau khi một lượng cụ thể được tạo ra bằng cách mở bình chịu áp này. Trong trường hợp này, môi trường trong bể gom, ví dụ nước, cũng có thể được thay thế không liên tục, do NMMO và các sản phẩm phân hủy có thể tập trung trong quy trình kéo sợi. Với một nồng độ NMMO cao quá mức trong bể gom, quá trình hóa cứng các sản phẩm đã được định hình có thể bị ảnh hưởng. Theo cách khác, môi trường này có thể được đưa vào và được lấy ra liên tục vào/từ bình áp lực bởi áp suất dư, như trường hợp các quy trình ở áp suất thường.

Theo các phương án được ưu tiên, một dòng không khí cấp ngang được tạo ra trong khe không khí. Dòng không khí này được sử dụng để xả ra khỏi buồng kéo sợi các hạt bất kỳ tách ra khỏi vật liệu polyme (xenluloza/amin oxit/nước) và có khả năng cũng để làm nguội các sợi kéo trước khi đi vào bể gom (bể kéo sợi) trong đó các sợi cuối cùng được hóa cứng bởi sự kết tủa của polyme xenluloza. Dòng không khí này có thể được chia thành hai hoặc nhiều dòng cục bộ riêng rẽ, có thể là bằng cách cho chảy qua một số lỗ đầu phun. Một hoặc nhiều dòng cục bộ có thể được làm nóng (dòng cục bộ nóng) hoặc được làm lạnh (dòng cục bộ lạnh). Để xả ra một cách hiệu quả các hạt, ít nhất một dòng cục bộ nóng được cung cấp ở nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy của các hạt (NMMO dưới dạng nước đã của quá trình hydrat hoá đã hấp phụ), ví dụ, trên 75°C. Tốt hơn, nếu dòng cục bộ nóng là tiếp giáp với các lỗ ép đùn, nhờ đó dung dịch được ép đùn đầu tiên đi qua dòng cục bộ nóng và sau đó các dòng cục bộ còn lại (lạnh) để tránh, cụ thể là, sự bám dính hạt vào thiết bị ép đùn và sự kết tinh của các hạt. Sự kết tinh của các hạt trong khu vực của các lỗ ép đùn có thể làm cho các chất rắn (các hạt) đã được tạo ra như vậy gây ảnh hưởng bất lợi cho tiến trình của quy trình kéo sợi trong khe không khí, và cũng có thể làm cho nhiệt kết tinh đã tạo ra bị đưa vào vùng ép đùn, nó có thể là một bất lợi cho quy trình định hình tối ưu. Tốt hơn, nếu khí là không khí hoặc khí trơ không có phản ứng với dung dịch kéo sợi hoặc các hạt bị tách ra hoặc

thích hợp để khiến cho tạo ra một entalpy kết tinh. Dòng không khí này có thể được đưa vào khe không khí bởi một cánh hoặc cơ cấu cánh, có thể là cùng với một thiết bị dẫn dòng. Một thiết bị dẫn dòng khác cũng có thể có tác dụng để tháo dòng không khí theo cách thức có kiểm soát ra khỏi vùng kéo sợi hoặc khe không khí.

Do đó, theo các phương án được ưu tiên của sáng chế, một hoặc nhiều thành phần (như NMMO) hòa tan xenluloza được tách ra khỏi dung dịch được ép đùn, tốt hơn là nhờ việc cấp dòng không khí một cách cắt ngang. Cụ thể, các thành phần được tách bằng dòng không khí được cấp một cách cắt ngang có thể được tháo ra khỏi vùng kéo sợi ở phía dòng ngắt. Tốt hơn, nếu các thành phần được tháo ra này là các thành phần có thể kết tinh được, cụ thể là chúng có thể kết tinh ra khỏi dung dịch xenluloza trong trường hợp các quy trình làm nguội hoặc các thay đổi áp suất trong khe không khí.

Tốt hơn, nếu dòng không khí với lưu lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 300 lít/giờ của khí trên một mm chiều dài của vùng lỗ ép đùn theo hướng dòng không khí hoặc nằm trong khoảng từ 0,15 đến 20 lít/giờ/mm³ thể tích vùng kéo sợi trong khe không khí. Theo các phương án được ưu tiên, dòng không khí cũng có thể với lưu lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 275 lít/giờ, từ 50 đến 250 lít/giờ, từ 60 đến 225 lít/giờ, từ 70 đến 200 lít/giờ, từ 80 đến 175 lít/giờ, từ 90 đến 150 lít/giờ hoặc từ 100 đến 130 lít/giờ trên mm chiều dài của vùng lỗ ép đùn theo hướng dòng không khí. Theo một thử nghiệm khác, tốt hơn nếu dòng không khí này với lưu lượng nằm trong khoảng từ 0,15 đến 20 lít/giờ, từ 0,25 đến 18 lít/giờ, từ 0,4 đến 16 lít/giờ, từ 0,5 đến 14 lít/giờ hoặc từ 0,6 đến 12 lít/giờ trên mm³ thể tích vùng kéo sợi. Các dòng không khí này hoặc là các dòng riêng rẽ gồm 2, 3, 4, 5 hoặc 6 dòng cục bộ hoặc là một dòng tổng đi qua khe không khí. Tốt hơn, nếu vùng nằm giữa các lỗ ép đùn và bể gom được xối gần như hoàn toàn bởi dòng không khí cấp ngang để tháo các hạt dọc theo toàn bộ chiều dài và bề rộng của các sợi kéo. Tốt hơn, nếu dòng không khí cấp ngang ở dạng lớp để tránh các lốc xoáy, không thể xả ra các hạt một cách hiệu quả.

Nhiều lỗ ép đùn có thể được bố trí theo hướng dòng không khí cấp ngang, dòng không khí này xối trên tất cả các lỗ ép đùn một cách liên tiếp.

Như đã lưu ý, tốt hơn nếu dòng cục bộ của dòng không khí cấp ngang được làm nóng, tốt hơn là bởi đĩa ép đùn bao gồm các lỗ ép đùn và/hoặc bởi bộ phận làm nóng trong cánh, để ngăn không cho các hạt tách ra khỏi dung dịch polyme (xenluloza/amin oxit/nước) do việc kết tinh ở các lỗ ép đùn từ dung dịch kéo sợi hoặc các sợi đã tạo ra sau quy trình ép đùn và để tránh sự kết tủa ở các lỗ ép đùn hoặc trên các sợi kéo. Nói chung, các hạt này là các sản phẩm kết tinh hoặc các sản phẩm phân hủy, chúng có thể được tháo ra ở nhiệt độ cao để tránh sự kết tủa và cấp nhiệt kết tinh bởi việc làm nguội trực tiếp. Dòng cục bộ lạnh là dòng cục bộ lạnh của khí, ví dụ, ở nhiệt độ không khí. Tốt hơn, nếu nhiệt độ của dòng cục bộ nóng nằm trên điểm nóng chảy của các hạt được mong đợi. Trong trường hợp chất lưu kéo sợi là xenluloza-NMMO-nước, nó thường được ép đùn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 105°C, các hạt được tạo ra từ NMMO hydrat được dự kiến. Do đó, dòng cục bộ nóng có thể có nhiệt độ ít nhất là 75°C. Vùng dòng cục bộ lạnh và vùng dòng cục bộ nóng tiếp giáp với nhau trực tiếp, nhờ đó dung dịch được ép đùn sẽ không xảy ra sự chảy rối đáng kể hoặc có sự chênh lệch về tốc độ dòng không khí theo hướng ép đùn. Sự chuyển tiếp êm dịu vào vùng dòng lạnh do vậy đạt được, và tránh được sự kết tủa và sự vỡ của các hạt đã hóa cứng từ dung dịch polyme. Trong dòng cục bộ lạnh, độ bám dính của dung dịch còn trong pha lưu nằm giữa các lỗ ép đùn và bề gom ("bề kết tủa" để hóa cứng dung dịch) được giảm xuống. Tuy nhiên, việc làm nguội này không xảy ra ngay sau các lỗ ép đùn, do điều đã phát hiện ra là sự kết tủa và sự chèn các cửa ra có thể xảy ra, do đó, và điều đã được chứng minh theo sáng chế là, các cấu tử dung môi thoát ra khỏi vật liệu polyme bởi sự bay hơi giãn nở có thể kết tinh nếu được làm nguội trực tiếp và có thể dẫn đến một hiệu suất nhiệt không được mong muốn. Cụ thể, đã phát hiện ra rằng ngay cả khi việc gia nhiệt trong vùng này trước các cửa ra vẫn có lợi. Điều cũng đã được chứng minh trong các thử nghiệm là một bộ phận dẫn dòng hoặc chụp nhất định của bề mặt bề gom là có lợi để sao cho hơi ẩm không thâm nhập vào vùng kéo sợi qua bề gom. Chụp này có thể được bố trí với một góc thích hợp với phương ép đùn và bề mặt bề gom để sao cho quy trình ép đùn có thể được thiết kế một cách tối ưu.

Tốt hơn, nếu dòng cục bộ nóng đi qua các lỗ ép đùn ở nhiệt độ nóng với mức chênh với nhiệt độ của dung dịch tối đa là 20°C, cụ thể là tốt hơn là tối đa là

10°C hoặc 5°C. Tốt hơn, nếu nhiệt độ của dòng cục bộ lạnh nằm trong khoảng từ 0 đến 50°C.

Các phương án theo sáng chế được đặc tả một cách cụ thể bởi việc dòng không khí có kiểm soát đi qua vùng nằm giữa lỗ ép đùn và bể gom. Các vùng dẫn khí riêng rẽ, cụ thể là cho dòng cục bộ nóng và dòng cục bộ lạnh, được tạo ra bởi việc đưa vào dòng có kiểm soát. Dòng cục bộ riêng rẽ của dòng không khí, cụ thể là dòng cục bộ nóng và dòng cục bộ lạnh, được chuyển bởi dung dịch polyme được ép đùn polyme với tốc độ về cơ bản là như nhau. Hướng đùn thường là trùng với hướng dòng không khí. Dòng không khí chỉ được cấp từ một phía vào vật liệu xenluloza chứa dung dịch đã được định hình.

Vùng nằm giữa lỗ ép đùn và bể gom, trong đó dung dịch vẫn ở dạng lỏng trong vùng này, cũng được gọi là vùng pha lỏng. Dung dịch được hóa cứng bởi việc đi vào bể gom. Nó được xem là vùng pha rắn. Theo sáng chế, tốt hơn là không tạo ra các vùng che chắn mà không có các dòng không khí trong vùng pha lỏng.

Để có được dòng không khí kiểu tầng dọc theo thiết bị ép đùn, bộ phận dẫn có thể được bố trí. Do vậy, dòng không khí có thể được dẫn theo kiểu tầng dọc theo các lỗ ép đùn, ngay cả khi nó được dẫn theo đường cong (ví dụ, với vùng lỗ ép đùn được tạo cong hoặc có dạng vòm trong máy ép đùn hoặc thiết bị kéo sợi). Dòng không khí này về cơ bản được dẫn trên một đường cong bene trên bể gom, trên đường ống dẫn chất rắn, tùy thuộc vào dòng không khí qua thiết bị ép đùn.

Tốt hơn, nếu vùng nằm giữa các lỗ ép đùn và bể gom ngang bằng gần như hoàn toàn bởi dòng không khí cấp ngang. Vì vậy, tránh được sự chảy rối tại các mép của dòng không khí. Việc cấp xuyên vật liệu đã định hình qua các vùng khí khác nhau với các vận tốc dòng khác nhau, bao gồm các khí tĩnh, cũng tránh được.

Tốt hơn, nếu cánh hoặc dòng không khí được đưa vào với một góc nhọn so với hướng ép đùn. Dòng không khí này tạo ra một thành phần dòng theo hướng ép đùn ở một góc hơi nghiêng so với hướng ép đùn, nhờ đó đạt được tiến trình hóa cứng dung dịch đều hơn. Thiết bị ép đùn tương tự đã được làm thích ứng với sự dẫn dòng này, nhờ đó sự nghiêng một chút của thiết bị ép đùn là có lợi. Đây là một biện pháp khác để ngăn không cho các hạt hóa cứng tách ra khỏi dòng dung dịch. Độ nhót kéo sợi của các vật liệu đúc ép cũng có thể bị ảnh hưởng ở một mức

độ nhất định bởi sự nghiêng của thiết bị ép đùn, do các vật liệu đúc ép nằm ở phía vào khí sẽ xảy ra sự biến đổi độ nhót nhanh hơn so với các vật liệu đúc ép nằm ở phía dòng ngất khí. Nhờ một bộ phận dẫn thích hợp, khí có thể được dẫn đường ở dạng lớp xung quang thiết bị ép đùn không phụ thuộc vào hướng dòng vào nằm nghiêng. Các bộ phận dẫn thích hợp gồm, ví dụ, các tấm chắn hoặc các lỗ thông, có hoặc không có chân không/hút. Dòng không khí có thể được hướng vào bể gom với một góc nhọn, nhờ đó một áp suất động được tạo ra ở phía dòng chảy. Bề mặt của môi trường này có thể được nằm sâu như vậy trong bể gom/bể kết tủa. Các sợi kéo ở phía dòng chảy do vậy được tiếp xúc với dòng không khí lâu hơn so với các sợi ở phía dòng ngất. Ví dụ, góc nhọn này có thể là dưới 85° , cụ thể là dưới 80° , dưới 75° , dưới 70° , dưới 65° , dưới 60° hoặc dưới 55° . Tốt hơn, nếu góc nhọn này ít nhất là 30° , ít nhất là 35° , ít nhất là 40° , ít nhất là 45° , ít nhất là 50° , ít nhất là 55° , ít nhất là 60° , ít nhất là 65° , ít nhất là 70° hoặc ít nhất là 75° . Ngoài ra, một áp suất động được sinh ra ở bề mặt của bể gom do góc nhọn này của chi tiết quạt, nhờ đó môi trường có trong bể giảm ở phía quạt/phía dòng chảy. Các thời gian lưu trú khác nhau được tạo ra như vậy trong dòng chảy cho các chất lưu (các sợi kéo) ở phía dòng chảy và ở phía dòng ngất. Việc này tối ưu hóa các thời gian lưu trú khác nhau với các độ nhót khác nhau của các chất lưu do các nhiệt độ khác nhau ở phía dòng chảy (thường là lạnh hơn) và ở phía dòng ngất (ấm hơn do dòng không khí lạnh bị làm nóng bởi chất lưu).

Ngoài ra, có thể cho phép chất lưu được ép đùn chảy theo một góc nhọn vào bể gom. Do lỗ ép đùn (bộ ép phun tơ) được bố trí theo cách thức nghiêng như vậy, nên các sợi kéo sẽ có các thời gian lưu trú khác nhau trong vùng dòng không khí từ cánh ở phía dòng ngất và ở phía dòng chảy. Ở phía dòng chảy, nhiệt độ trong các sợi là thấp hơn nhiều so ở phía dòng ngất, nhờ đó các độ nhót khác nhau của chất lưu xenluloza được tạo ra. Tốt hơn, nếu các thời gian lưu trú ở trường hợp độ nhót cao (thường ở phía dòng chảy) là dài hơn so với độ nhót thấp hơn (thường ở phía dòng ngất). Tốt hơn, nếu góc nhọn ít nhất là 10° , ít nhất là 20° , ít nhất là 30° , ít nhất là 40° , ít nhất là 50° , ít nhất là 60° , ít nhất là 70° , ít nhất là 80° , hoặc dưới 85° , cụ thể là dưới 80° , dưới 75° , dưới 70° , dưới 65° , dưới 60° hoặc dưới 55° . Tốt hơn, nếu góc này nằm trong khoảng từ 10° đến 45° .

Trước khi ép đùn qua các lỗ ép đùn, dung dịch có thể được thu gom và/hoặc được kiểm soát nhiệt độ trong khoang ép đùn. Các chất phụ gia có bản chất vật lý và hóa học khác nhau cũng có thể được bổ sung vào dung dịch trước khi ép đùn, ví dụ, trong khoang này. Tốt hơn, nếu khoang ép đùn được làm nóng bởi bộ phận làm nóng, ví dụ, bởi một môi trường truyền nhiệt, nó được dẫn trong các ống gia nhiệt. Bộ phận làm nóng này hoặc một bộ phận làm nóng khác cũng có thể được sử dụng để gia nhiệt cho các lỗ ép đùn. Các cửa ra có thể được tạo ra trong đĩa ép đùn, mà tốt hơn nếu có một phận gia nhiệt. Tốt hơn là hệ số dẫn nhiệt của đĩa ép đùn nằm trong vùng hệ số dẫn nhiệt của các kim loại, chẳng hạn có thể nằm trong khoảng từ 5 đến 100 W/mK, tốt hơn là từ 10 đến 60 W/mK. đĩa ép đùn và vật liệu cánh (cụ thể là các vách ngăn giữa các lỗ xả riêng biệt của cánh), có thể được tạo ra từ các vật liệu khác nhau, như thép, thép chất lượng cao, gốm, các kim loại thiêu kết, nhôm, chất dẻo, các kim loại màu hoặc các kim loại hiếm. Tất cả các vật liệu được ưu tiên gồm sắt, các hợp kim sắt, thép niken-crom, thép niken (chẳng hạn các vật liệu Hastelloy), titan, tantan, cacbit silic, thủy tinh, gốm, vàng, platin và cũng là các chất dẻo. Các vật liệu đặc biệt là các hợp kim có hàm lượng molybden cao hoặc các hợp kim niken, crom và molybden cho có khả năng chống rỉ mòn và ăn mòn kẽ hoặc các hợp kim niken-đồng có độ bền kéo cao. Các ví dụ về vật liệu bao gồm Hastelloy C (có khả năng chống ăn mòn cao), Hastelloy B (hợp kim kết tủa-cứng ở nhiệt độ cao), Inconel (có khả năng chống ăn mòn do ứng suất khi cracking trong các ứng dụng hoá dầu), Incoloy (độ bền cao và khả năng chịu nhiệt độ cao và chống oxi hoá và khả năng thấm cacbon) và Monel (độ bền kéo cao, chống ăn mòn). Vật liệu có độ dẫn nhiệt trong khoảng từ 5 đến 100 W/mK, cụ thể tốt hơn nếu từ 10 đến 60 W/mK, được ưu tiên lựa chọn.

Đĩa ép đùn có thể được kẹp chặt tùy ý với thiết bị ép đùn, bao gồm các bộ phận kẹp chặt có thể tháo được để dễ thay đổi tấm. Tấm cũng có thể được hàn, dính hoặc tạo gờ hoặc kẹp chặt bởi các kẹp hoặc các đinh tán. đĩa ép đùn cũng có thể được phủ, cụ thể là chống dính vật liệu ép đùn hoặc tăng khả năng truyền nhiệt.

Tốt hơn, nếu đĩa ép đùn có chiều dày tối đa 20mm, đặc biệt tốt nếu tối đa là 15mm, tối đa là 12mm, tối đa là 10mm hoặc tối đa là 8mm. Các lỗ ép đùn được tạo ra trong đĩa ép đùn được tạo ra thông qua các bộ ép phun tơ được thiết kế đặc

biệt, trong đó các chiều dày bộ ép phun tơ này ít nhất là 0,25mm; 0,5mm; 0,75mm; 1,0mm; 1,25mm; 1,5mm; 2,0mm; 3,0mm; và/hoặc tối đa là 1,0mm; 1,25mm; 1,5mm; 0,2 mm hoặc 3,0mm.

Tốt hơn, nếu dòng cục bộ đã được làm nóng là được làm nóng bởi đĩa ép đùn có các lỗ ép đùn và/hoặc bởi bộ phận làm nóng.

Tốt hơn, nếu quạt có nhiều lỗ xả cho dòng không khí. Ví dụ, nhiều kênh dẫn có thể được tạo ra trên quạt cho mục đích này. Tốt hơn, nếu các kênh dẫn này được bố trí theo kiểu sít chặt, ví dụ, dưới dạng thân rỗng tổ ong. Để tạo ra một dòng cục bộ nóng, một phía của quạt có thể được làm nóng, trong đó nhiệt cho việc gia nhiệt có thể được chuyển với một mức độ nhất định qua các phần ngăn cách giữa các kênh dẫn, một liên tục theo kiểu giảm dần. Vì vậy, các kênh dẫn dẫn tới dòng cục bộ lạnh vẫn chưa được làm nóng đáng kể hoặc cần được làm nóng tới một nhiệt độ thấp được mong muốn.

Tốt hơn, nếu nhiều lỗ ép đùn được bố trí theo hướng dòng không khí cấp ngang. Các lỗ ép đùn có thể được bố trí trên một đĩa ép đùn có mặt cong, tức là được tạo cong, trong đó góc cong tại mép của đĩa ép đùn so với hướng ép đùn là một góc nhọn. Tốt hơn, nếu góc cong này dưới 85° , cụ thể là dưới 80° , dưới 75° , dưới 70° , dưới 65° , dưới 60° hoặc dưới 55° . Tốt hơn, nếu phương án này được kết hợp với bộ phận dẫn nêu trên để loại bỏ và/hoặc cấp dòng không khí. Nhờ vậy, dòng không khí được dẫn dọc theo đĩa ép đùn dọc theo vùng cong hoặc lồi lên. Biên dạng định hình các lỗ ép đùn có thể được làm thích ứng bởi độ cong của biên dạng bề mặt chất lỏng trong bể gom. Bằng cách cho chảy vật liệu vào trong bể gom, bề mặt chất lỏng được tạo cong, nhờ vậy, với sự dẫn phẳng của các lỗ ép đùn, các dòng phun vật liệu ở giữa yêu cầu thời gian di chuyển lâu hơn các dòng phun vật liệu bên ngoài. Vì vậy, độ không đồng nhất có thể được tạo ra bởi các thời gian lưu trú khác nhau trong dòng không khí làm nguội cục bộ. Điều này sẽ tránh được theo sáng chế.

Dung dịch, được định hình theo sáng chế bằng cách ép đùn, là một chất lưu nhớt, như được mô tả trong US 4 416 698 hoặc WO03/057951 A1. Các dung dịch xenluloza có hàm lượng nằm trong khoảng từ 4 đến 23% xenluloza được ưu tiên sử dụng cho việc xử lý thành các sản phẩm ép đùn. Tốt hơn, nếu dung dịch kéo sợi

gồm các thành phần sau: xenluloza 10-15%, amin oxit (NMMO = N-metylmorpholin N-oxit 77-75%), nước 12-9%.

Khi tiến hành phương pháp theo sáng chế, ngoài các chất phản ứng làm ổn định dung dịch kéo sợi, như propyl este của axit gallic trong chất liệu kéo sợi kiềm, dung dịch kéo sợi cũng có thể được trộn cùng với các chất phụ gia bổ sung để tạo các đặc tính đặc biệt cho sản phẩm bằng cách kết hợp, các chất phụ gia thường được sử dụng trong việc gia công sợi dệt và kỹ thuật. Các chất phụ gia như vậy có thể là: phương tiện làm mờ (TiO_2), môi trường cản quang (BaSO_4), các hạt than hoạt tính hoặc muối, silic đioxit (SiO_2), các chất tạo màu, các chất liên kết ngang, các rượu bậc cao để tạo các đặc tính trượt cho dung dịch kéo sợi hoặc để cải thiện và/hoặc làm chậm tính năng đông tụ của xenluloza đã được hòa tan trong bể gom, các polyme sinh học loại bất kỳ, các polyaminosacarit có sẵn trong tự nhiên, các hydrat cacbon và các protein cũng như các khoáng chất và các vitamin, và các vật liệu hữu cơ và vô cơ thích hợp để trao đổi ion. Hơn thế nữa, phương pháp theo sáng chế cũng có thể được thực hiện với các hỗn hợp polyme trên cơ sở các polyme sinh học và các polyme được sản xuất bằng cách tổng hợp.

Tốt hơn, nếu các chất phụ gia làm hạ thấp điểm nóng chảy của các tinh thể hydrat NMMO được bổ sung. Các chất phụ gia như vậy gồm, ví dụ, các polyme như PEG hoặc các chất chaotropic. Do đó, dung dịch kéo sợi có thể được duy trì ở nhiệt độ thấp hơn nữa trong quá trình kéo sợi hoặc ép đùn theo sáng chế, nhờ vậy có thể tránh được một cách hiệu quả hơn các quy trình tạo hạt. Nhờ các chất phụ gia thích hợp, nhiệt độ của dung dịch tại các lỗ ép đùn cũng có thể nằm trong khoảng từ 70°C đến 80°C, tốt hơn là ít nhất là 71°C, ít nhất là 72°C, ít nhất là 73°C, ít nhất là 74°C, ít nhất là 75°C, ít nhất là 76°C, ít nhất là 77°C, ít nhất là 78°C, ít nhất là 79°C hoặc ít nhất là 80°C, hoặc tối đa có thể là ở nhiệt độ đã nêu trên, nhưng có thể tối đa là 87°C, tối đa là 86°C, tối đa là 85°C, tối đa là 84°C, tối đa là 83°C, tối đa là 82°C, tối đa là 81°C hoặc tối đa là 80°C.

Các lỗ xả có thể được chọn ở dạng bất kỳ để định hình dung dịch này. Các lỗ dạng thuôn dài để định hình các màng mỏng hoặc các lỗ tròn, nhỏ để định hình tơ đơn hoặc các sợi có thể có. Tốt hơn, các lỗ này có độ hẹp hoặc đường kính tối đa là 2mm, tối đa là 1,5mm, tối đa là 1,2mm, tối đa là 1,1mm hoặc tối đa là 1mm. Các lỗ này có thể có độ hẹp hoặc đường kính ít nhất là 0,05mm; ít nhất là

0,075mm; ít nhất là 0,1 mm, ít nhất là 0,2mm, ít nhất là 0,3mm, ít nhất là 0,4mm, ít nhất là 0,5mm, ít nhất là 0,6mm, ít nhất là 0,7mm, ít nhất là 0,8mm hoặc ít nhất là 0,9mm. Sau khi xả ra, dung dịch thực tế là ở trạng thái đã định hình, nhưng vẫn còn ở pha lỏng và nằm trong vùng có tính lỏng.

Môi chất, các chất lỏng và/hoặc nhiệt độ mà trong/tại đó dung dịch hóa cứng có thể được bố trí trong bể gom. Ví dụ, các chất lỏng hoặc các dung dịch có thể được sử dụng trong đó xenluloza không tan và do vậy sẽ kết tủa. Theo cách khác hoặc ngoài ra, nhiệt độ thấp hơn có thể được chọn, ở nhiệt độ này xenluloza hóa cứng trong vùng pha rắn. Tơ đơn, các xơ cắt ngắn, các sợi hoặc các màng mỏng theo sáng chế có thể được tạo ra bởi sự kết tủa là liên tục, ít nhất là đôi khi. Tơ đơn, xơ cắt ngắn, sợi hoặc màng mỏng có thể được tháo ra liên tục hoặc không liên tục từ bể gom. Môi trường hoặc chất lỏng trong bể gom cũng có thể được làm mới liên tục hoặc không liên tục. Nhiệt độ của bể gom có thể được kiểm soát ở một nhiệt độ đặc thù, ví dụ, bằng các bộ phận làm nóng hoặc làm nguội hoặc bằng cách không chế sự thay đổi môi chất.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Theo ví dụ này, thiết bị ép đùn như được minh họa trên Fig.1 được sử dụng. Theo dạng này, thiết bị ép đùn có đĩa ép đùn 6, được làm cong theo hướng dòng không khí, với biên dạng ở các lỗ ép đùn 1 tái tạo biên dạng bề mặt của bể nước là bể gom khi vật liệu lỏng chảy vào trong đó. Do ép đùn dưới áp lực, vật liệu lỏng được định hình bởi hình dạng của các lỗ ép đùn, chẳng hạn thành các tơ đơn, và được kéo tiếp nhờ đi qua dòng không khí. Do làm nguội, độ dính được giảm để ngăn ngừa sự kết dính khi vào trong bể nước.

Trong khi vận hành, thiết bị ép đùn theo Fig.1 được thử nghiệm khi kéo sợi tơ đơn xenluloza bằng dung dịch xenluloza-NMMO-nước.

Ví dụ 1: Phân tích các điều kiện trong khe không khí

Dung dịch kéo sợi (xenluloza: 12,9%, NMMO: 76,3%, nước: 10,8%, tất cả đều tính theo % khối lượng) được tạo ra bằng cách trộn dung dịch nước amin oxit và xenluloza nhờ loại bỏ nước dư trong dòng vào xử lý bay hơi phía trước quy trình kéo sợi, trong đó xenluloza (polyme) hòa tan trong dung môi đặc để tạo ra

vật liệu polyme. Ngay trong quy trình tạo dung dịch này, vốn được tiến hành ở áp suất âm, đã thiết lập rằng NMMO, NMM (N-metylmorpholin = sản phẩm phân hủy của NMMO) và M (morpholin = sản phẩm phân hủy của NMMO và NMM, NMMO = N-metylmorpholin N-oxit) và ngoài ra nước có thể được tách ra trong quy trình bay hơi thông qua pha khí.

Quy trình kéo sợi dẫn đến sự bay hơi giãn nở do việc ép đùn chất liệu kéo sợi khi chất liệu kéo sợi được cấp vào đầu phun ép đùn dưới sự vận chuyển thích hợp và áp suất ép đùn và áp suất ép đùn này được hạ xuống áp suất môi trường của hệ thống ngay khi hạt nóng chảy tương ứng đi ra khỏi lỗ bộ ép phun tơ. Các áp suất kéo sợi lên tới 250 bar (25000KPa) là phổ biến trong phương pháp kéo sợi, tùy thuộc vào thành phần (nồng độ xenluloza của dung dịch kéo sợi). Do sự bay hơi giãn nở đã nêu trên hoặc do sự giảm áp suất của dung dịch kéo sợi từ mức áp suất cao, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90 đến 110°C, xuống mức áp suất thấp (thấp hơn nhiệt độ môi trường), sự dịch chuyển bọt bong bóng mãnh liệt của các thành phần hòa tan (NMMO và H₂O) được tạo ra trong tơ đơn. Các bọt bong bóng hơi thoát ra khỏi dung dịch xenluloza (sự bay hơi nhanh). Do đó, các hạt thoát ra này đi vào khoảng trống của khe không khí một cách rất nhanh.

Nhờ sự giãn nở (sự bay hơi của các thành phần hòa tan), nên năng lượng cần thiết để làm bay hơi các thành phần hòa tan được lấy từ dòng dung dịch kéo sợi, trong đó tơ đơn được làm nguội bởi bản thân việc rút năng lượng này. Điều ngạc nhiên đã nhận thấy là không chỉ nước (Simon, Int. J. Heat Mass Transfer. Vol. 37, No. 7, pp. 1133-1142, 1994), mà cả NMMO, NMM và M cũng được bay hơi ra khỏi dung dịch kéo sợi.

Do thành phần của hợp phần hòa tan trong dung dịch kéo sợi (hydrat NMMO) là với một tỷ lệ để sao cho hợp phần hòa tan đã được bay hơi (hydrat NMMO) biến đổi sang dạng tinh thể ở các điều kiện nhiệt độ dưới 75°C, sự hình thành hạt này được quan sát trong và sau quy trình kéo sợi và một giải pháp đã được đưa ra để kiểm soát quá trình này bằng cách cải biến các thông số quy trình nhằm tạo ra một vi khí hậu trong vùng khe không khí cho việc thực hiện tối ưu hóa quy trình kéo sợi.

Các sol khí và các tinh thể được vận chuyển ra có thể dễ dàng xác định được trong vùng chặn dòng của bộ ép phun tơ và không có mặt trong vùng dòng

vào của đầu phun. Các sol khí này, ngoài các thành phần khí, như không khí (O_2 và CO_2), CO, NMM và M, còn bao gồm hợp chất hydrat NMMO được tạo ra (monohydrat). Đã biết rằng có nhiều dạng khác nhau của NMMO dưới dạng nước quá trình kết tinh đã được hấp phụ.

Lấy mẫu từ khí thoát bộ ép phun tơ

Khí kéo sợi được lấy mẫu đặc trưng và không tổn hao nếu có thể ở phía xả không khí, được nạp với các sol khí. Điều này đạt được nhờ sử dụng đầu dò đo, trong đó đầu dò được thiết kế theo VDI2066. Thiết kế được thực hiện một cách riêng biệt sao cho việc lấy mẫu đẳng động học được đảm bảo.

Đường lấy mẫu được dẫn bên dưới bộ ép phun tơ, trong đó việc định vị đầu dò được thay đổi theo chiều cao của khoảng trống chứa không khí và theo khoảng cách giữa lấy đầu dò mẫu và điểm giữ đầu phun.

Thực hiện phép đo

Việc đo sol khí đẩy ra từ các quá trình kéo sợi được thực hiện nhờ sử dụng máy đếm hạt quang kiểu SMPS (Scanning Mobility Particle SizerTM Spectrometer) của TSI.

Với phương pháp này, các hạt được tích điện và sau đó được phân đoạn trong máy phân tích di động khác nhau (DMA). Phân đoạn được đếm nhờ sử dụng máy đếm lõi đặc. Về nguyên tắc, các phân đoạn bất kỳ có thể được cách ly từ sol khí và được đếm nhờ thay đổi điện áp điều khiển ở DMA. Vì vậy, dân thu được toàn bộ sự phân bố.

Máy đếm lõi đặc có thể dò các hạt xấp xỉ có đường kính bằng 3nm. Với kích cỡ hạt, hệ thống được hạn chế đường kính hạt lên tới xấp xỉ bằng 1 μ m.

Việc lấy mẫu được thực hiện theo VDI 2066 nhờ sử dụng đầu dò chế tạo từ thép (1.4301) và được bao bọc và được thiết kế dưới dạng bộ trao đổi nhiệt dòng ngược. Các nhiệt độ trong khoảng từ 0°C đến 60°C là có thể được chọn, trong đó lưu lượng thể tích khí kéo sợi được chọn trong khoảng từ 3m/s đến 4m/s.

Việc cấp không khí ở bộ ép phun tơ được bố trí gần sát dọc theo phía dọc của đầu phun và chắn bộ ép phun tơ từ phía này sao cho các dòng ngang do lực cản có thể được loại trừ.

Bề mặt bề kết tủa cũng được che theo phương ngang ở phía dòng chảy và cũng ở phía dòng ngất sao cho không có hơi ẩm có thể được rút ra trong quá trình đo.

Phép đo bộ lọc cũng được thực hiện để phân tích hoá học sản phẩm sol khí hút để phân tích các hạt khi phân tích khối cũng như phân tích kích cỡ. Các màng PTFE với các đường kính lỗ rỗng trong khoảng từ 200 đến 300nm được sử dụng cho các phép đo bộ lọc.

Nhiệt độ của đầu dò đo được đặt ở 18°C, và trong trường hợp nhiệt độ bất kỳ cao hơn như vậy thì sự kết tinh của nước có trong không khí sẽ không thể xảy ra, khiến cho kết quả đo có thể không được sử dụng. Trong trường hợp này, nhiệt độ khí kéo sợi xấp xỉ bằng 60°C. Đầu dò không được làm nguội ở nhiệt độ bất kỳ thấp hơn để tránh tạo ngưng tụ do hút độ ẩm từ môi trường không khí, bởi vì theo dấu hiệu cơ bản của sáng chế (Phân tách các tinh thể NMMO monohydrat từ dung dịch polyme kéo sợi), việc cấp độ ẩm thông qua sự hình thành ngưng tụ sẽ dẫn tới hoà tan các tinh thể NMMO monohydrat và nó sẽ không thể đo kích cỡ và số lượng hạt.

Fig.4 thể hiện sự phân bố kích thước hạt cho các vị trí khác nhau theo phương pháp sol khí ở kết cấu theo sáng chế (1) và ở kết cấu so sánh (2). Có thể được dẫn ra từ Fig.4 rằng tần số của các hạt trong sol khí sẽ tăng với khoảng cách từ đầu phun lớn hơn. Từ đó, có thể dẫn ra rằng các hạt phải xuất phát từ quá trình ngưng tụ/kết tinh, trong đó sự kết tinh hoặc các tần số các hạt sẽ tăng với khoảng cách từ đầu phun lớn hơn.

Do đầu dò được làm nguội đến 18°C, do không có các tinh thể nước có thể hình thành, các kết quả đo cho thấy rõ sự có mặt của các sol khí vốn có thể được ngưng tụ hoặc tinh thể hoá. Sản phẩm kết tinh được gán cho hỗn hợp NMMO hydrate. Tỷ lệ nước trong hỗn hợp NMMO hydrate chỉ xấp xỉ bằng 13%.

Do cách bố trí theo sáng chế của các vùng xử lý các sợi kéo trong khoảng trống chứa không khí và cấp khí thoát tương ứng, vi khí hậu có thể được tác động và được chọn theo cách sao cho sự tạo mầm hoặc kết tinh hỗn hợp hydrate MMO (hỗn hợp tinh thể) có thể được ngăn không cho hoặc làm chậm trong vùng các lỗ ép đùn.

Việc làm nguội mạnh mẽ trong vùng khoảng trống chứa không khí, mà cụ thể là ngay sau định hình, sẽ dẫn tới sự kết tinh tăng của NMMO hydrat bay hơi trước ngay sau khi thoát khỏi lỗ ép đùn, nhờ vậy nhiệt kết tinh được dẫn vào trong khoảng trống chứa khí và nhiệt giải phóng sẽ làm nóng khoảng trống chứa khí hoặc do đó gây ảnh hưởng xấu đến các quá trình kéo sợi.

Các kết quả lấy mẫu bộ lọc sol khí

Trong quá trình đo, đã thấy rằng vật liệu được lọc ra từ khí kéo sợi nhanh chóng làm tắc nghẽn các lỗ lọc của màng lọc PTFE.

NMMO monohydrat dưới dạng sản phẩm đã kết tinh cũng có thể được xác định thông qua các thử nghiệm được thực hiện bởi kính hiển vi quang học. Các kết quả này cũng tương ứng như ở trường hợp NMMO monohydrat kết tinh và tạo ra các chất lắng đọng; trong trường hợp thiết bị kéo sợi vận hành liên tục, ở vùng chặn dòng, mà cả ở vùng chảy vào không có kết cấu tối ưu, cụ thể là có sử dụng thổi phun ở trạng thái mở. Trong trường hợp bất kỳ, sự lắng đọng của các tinh thể có thể được phát hiện bởi việc dẫn dòng không khí xả kéo sợi qua bề mặt kim loại đã làm lạnh, do các dạng tinh thể NMMO có thể lắng đọng trên bề mặt được làm lạnh này.

Ví dụ 2: các tác động giãn nở polyme ở các áp suất khác nhau

Sự bay hơi nhanh của chất liệu kéo sợi xảy ra, ít nhất là đối với lượng nước của dung dịch kéo sợi đã được làm nóng ở nhiệt độ sôi, do việc giảm áp suất trong quy trình ép đùn.

Điều được giả định, trên cơ sở các kết quả thử nghiệm, là sự chia tách hoặc phân tách nhất định của pha trộn đồng nhất ít nhất là ở bề mặt dung dịch polyme (bề mặt vật liệu đúc ép) xảy ra do sự giảm áp suất trong quy trình kéo sợi bởi sự giãn nở polyme. Hai pha trộn không đồng nhất, đặc biệt là lõi vật liệu đúc ép được tạo ra từ hỗn hợp đồng nhất của xenluloza/amin oxit/nước và bề mặt vật liệu đúc ép được tạo ra từ việc làm giàu amin oxit và nước, ví dụ, dưới dạng nước của quá trình kết tinh, và/hoặc hơi nước được trộn với các sản phẩm phân hủy nhiệt (từ amin oxit = NMM (N-metylmorpholin, M = morpholin)) được tạo ra. Sự chia tách này có thể dẫn đến sự tạo thành pha thứ hai trong vật liệu đúc ép. Do sự tạo nhân

và sự phát triển của mầm tinh thể, có thể dẫn đến sự phân ly kiểu spinodan hoặc sự làm giàu các cấu tử dung dịch polyme ở các biên của polyme đã hòa tan. Điều được giả định trong trường hợp bất kỳ là, do quá trình giãn nở của đầu phun dung dịch polyme, nên cấu trúc sợi xoắn của tơ đơn được tạo ra theo kiểu giống như sợi được tạo ra ngay sau khi đi vào bể gom chứa dung môi (bể kéo sợi) và các sợi được kết nối lỏng thông qua các mạch xenluloza. Vì vậy, một quy trình chia tách tiếp theo xảy ra trong bể kéo sợi này, do không tương thích với nguồn cung cấp nước dư thừa, dung dịch polyme trong bể kéo sợi tự phân ly kiểu spinodan và làm lỏng mạng liên kết ngang của các phân tử xenluloza được tạo ra thêm bởi sự bay hơi giãn nở bị nở bung dưới việc làm trương trong bể kéo sợi. Ngay cả với các sản phẩm ép đùn như tơ đơn và các xơ cắt ngắn từ dung dịch của xenluloza/amin oxit/nước, xu hướng kết sợi gia tăng có thể phát hiện được một cách thông thường ở sản phẩm khô đã hoàn thiện, có thể là do sự chia tách và làm giàu trong quy trình ép đùn.

Trong trường hợp bất kỳ, dung dịch kéo sợi được làm nóng tới nhiệt độ lớn hơn điểm sôi trong khe không khí. Việc điều tiết dòng dung dịch kéo sợi “quá nhiệt” được thực hiện bởi bộ ép phun tơ và sự giãn nở gây ra sự bay hơi tự phát của NMMO/NMM/N/nước ở bề mặt tơ đơn trong khoảng trống khí.

Sự bay hơi nhanh quan sát được trong dung dịch kéo sợi xảy ra khi chất liệu kéo sợi đã được làm nóng trước đi vào môi trường áp suất thấp hơn, trong đó lượng (hỗn hợp) dung môi được giải phóng, trên một khía cạnh, hoàn toàn mang chức năng để làm nguội dòng polyme đi ra từ bộ phận giảm áp đầu phun. Nói một cách khác, sự giảm áp suất của dòng polyme (dung dịch xenluloza) từ, ví dụ, 20-50 bar (2000-5000KPa) xuống áp suất môi trường dẫn đến sự quá nhiệt của dung dịch polyme. Áp suất mới thiết lập trong dung dịch polyme đã được định hình lan truyền với tốc độ cao trên vật liệu polyme giãn nở trong môi trường của khe không khí. Đồng thời, sự giảm áp suất đi kèm với sự thay đổi thể tích riêng.

Sự thay đổi nhiệt độ được làm chậm bởi sự truyền vào vật liệu, như truyền nhiệt, ở ranh giới pha, dẫn đến điều được giả định là sự cân bằng nhiệt động của dung dịch polyme hoặc dung dịch kéo sợi không hiện diện trong sợi kéo nữa.

Về mặt nhiệt động, sự chuyển tiếp thẳng của vật liệu từ trạng thái khí sang trạng thái rắn của chất liệu còn được gọi là sự tái thăng hoa.

Trạng thái lỏng của chất liệu không tồn tại với các điều kiện nhiệt độ và áp suất mà ở đó sự tái thăng hoa xảy ra. Các điều kiện này cũng được xem là độc lập với chiều chuyển đổi pha, dưới dạng áp suất thăng hoa và nhiệt độ thăng hoa, hoặc dưới dạng điểm thăng hoa.

Chất bất kỳ, trong quá trình tái thăng hoa của nó, đã biết là sẽ giải phóng dưới dạng nhiệt thăng hoa, nhiệt này là tương đương với tổng lượng nhiệt nóng chảy và nhiệt bay hơi.

Sự giảm áp suất và sự thay đổi tới kinh tế nhiệt (các hiệu quả sắc thái nhiệt) của dung dịch kéo sợi được kiểm tra bằng thực nghiệm như sau.

Để kiểm tra các hiệu quả sắc thái nhiệt, dung dịch kéo sợi được cho đi qua DSC áp lực được lắp cùng với các bộ cảm biến và làm lạnh bằng nitơ lỏng trong chén nung được đục lỗ và được thiết lập chương trình nhiệt dưới đây.

Gia nhiệt: 30°C lên 300°C, tốc độ gia nhiệt 10°C/phút; nitơ môi trường, áp suất thử nghiệm: 1, 25, 50, 100 và 150 bar (100, 2500, 5000, 10000 và 15000 KPa, một cách tương ứng).

Các kết quả thử nghiệm ở các áp suất thử nghiệm khác nhau được minh họa trong Fig.5. Điều có thể thấy được từ Fig.5 là khi được tiến hành ở áp suất đo là 1 bar (100KPa), quá trình thu nhiệt xảy ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng 58-60°C. Nhiệt độ đỉnh của quy trình thu nhiệt này là nằm trong khoảng từ 105 đến 110°C.

Hiệu ứng thu nhiệt này chứng minh một cách rõ ràng là các dịch chuyển về mặt cấu trúc tinh thể của dung dịch kéo sợi xảy ra trong khoảng từ 60°C hoặc quy trình bay hơi được đưa vào, nó biểu thị cho sự phân phối và hấp thu nhiệt từ/vào dung dịch polyme và các chất được giải phóng một cách tương ứng. Do sự cấp nhiệt tiếp, sự phân hủy tỏa nhiệt của chất liệu kéo sợi được khởi đầu từ 190°C.

Ở các áp suất cao hơn 25, 50, 100 và 150 bar (2500, 5000, 10000 và 15000KPa), có thể thấy rằng hiệu ứng thu nhiệt của dung dịch kéo sợi bị ức chế trong khoảng nhiệt độ từ 60 tới 150°C và được dịch chuyển về phía nhiệt độ cao hơn. Lý do cho hiện tượng này có thể được nêu một cách rõ ràng là áp suất cùng với sự bay hơi của các thành phần nằm trong dung dịch kéo sợi. Điều cũng được lưu tâm đến là các phản ứng tỏa nhiệt của dung dịch kéo sợi xuất hiện ở nhiệt độ đo cao hơn xuất hiện với mức độ nhỏ hơn so với ở mức đo 1 bar (100KPa).

Kể từ lúc bắt đầu quy trình kéo sợi, do áp lực kéo sợi đã sinh ra (phụ thuộc vào nồng độ dung dịch kéo sợi, trọng lượng phân tử (trị số DP, “độ polyme hóa”, độ polyme hóa trung bình xenluloza), hiệu suất khối lượng, độ nhớt, nhiệt độ, đường kính bộ ép phun tơ, độ dài bộ ép phun tơ), dẫn đến việc đòi hỏi phải giảm áp suất xuống áp suất môi trường khi xả ra (khoảng áp suất thông thường 15-100 ba(1500-10000KPa)), điều thấy rõ được từ đường cong entalpy đo được là, với sự chênh áp giảm nhẹ trước và sau khi ép đùn, dung dịch polyme có hiệu ứng thu nhiệt. Hiệu ứng này mạnh nhất với pic tối đa nằm trong khoảng từ 105°C đến 110°C. Theo sáng chế, hiệu ứng này được đảo ngược để vận hành quy trình kéo sợi ép đùn ở nhiệt độ thấp hơn.

Ví dụ 3: thiết bị kéo sợi

Chất liệu kéo sợi NMMO là hỗn hợp của các bột nhào loại MoDo Crown Dissolving-DP 510-550 và Sappi Saiccor DP 560-580 MoDo Crown được sản xuất liên tục với thành phần sau: xenluloza: 12,9%, amin oxit (NMMO-N-metylmorpholin N-oxit): 76,3%, nước: 10,8%.

Dung dịch này được sản xuất theo quy trình sản xuất huyền phù và xử lý sơ bộ bằng enzym trong nước bằng cách làm bay hơi hết nước dư trong chân không trong bình phản ứng được đưa vào dòng liên tục ở nhiệt độ nằm trong khoảng 97-103°C. Các chất làm ổn định đã biết được bổ sung để làm ổn định dung môi NMMO/nước. Như đã biết, dung dịch xenluloza được làm ổn định bằng cách sử dụng propyl este của axit gallic trong chất liệu kéo sợi kiềm và dung môi. Để sản xuất một dung dịch xét về mặt an toàn, sẽ có lợi nếu hàm lượng ion kim loại nặng được kiểm soát và không vượt quá giá trị 10ppm dưới dạng một thông số tích lũy (các ion kim loại và các ion kim loại khác sắt). Tốt hơn, nếu bột nhào có hàm lượng xenluloza α (anpha) lớn hơn 90% được sử dụng cho việc sản xuất dung dịch (hàm lượng α được xác định là phân đoạn không tan trong NaOH 17,5%). Hàm lượng nhóm cacbonyl của bột nhào được sử dụng là < 0,1%. Hàm lượng nhóm carboxyl của bột nhào có thể biến động nằm trong vùng < 0,1%. Cần chú ý rằng hàm lượng ion kiềm và kiềm thổ trong bột nhào là < 350ppm. Tỷ trọng của dung dịch được sản xuất là 1200 kg/m³ ở nhiệt độ trong phòng. Độ nhớt cắt không của chất liệu kéo sợi, thiết lập thông qua các thành phần trộn bột nhào, có thể lên tới

15000 Pas, được đo ở 75°C. Tùy thuộc vào nhiệt độ xử lý được chọn trong quy trình kéo sợi, độ nhớt cắt không có thể biến động nằm trong khoảng từ 500 đến 15000 Pas. Do tính năng cắt loãng của dung dịch kéo sợi, độ nhớt ở các tốc độ kéo sợi giảm, tùy thuộc vào nhiệt độ xử lý được chọn, tới khoảng dưới 100 Pas và có thể phụ thuộc nhiều vào nồng độ xenluloz trong dung dịch kéo sợi.

Dung dịch NMMO được sử dụng làm bể kéo sợi cần thiết cho quy trình kéo sợi, trong đó nồng độ NMMO được giữ nằm trong khoảng từ 18 đến 23% và ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 28°C bằng cách thêm phần ngưng nước. Các cation kim loại và các cation kim loại khác sắt nằm trong bể kéo sợi có nồng độ < 0,25mg/l. Nồng độ kiềm và kiềm thổ trong bể kéo sợi nằm trong khoảng từ 30 đến 50mg/l.

Dung dịch kéo sợi như được mô tả ở trên được tiến hành thử nghiệm theo chương trình nêu trong Bảng 1.

Tấm kim loại có đầu phun được khoan hình chữ nhật (vật liệu thép mác cao) có chiều dày khác nhau được sử dụng làm bộ ép phun tơ. Các lỗ ép phun tơ được tạo ra theo kiểu các lỗ mao quản trong tấm đầu phun bằng kim loại này. Dạng hình học cho dạng lỗ khoan được sử dụng sao cho dung dịch kéo sợi chạy trong phần hình côn vào trong lỗ kéo sợi và, sau phần hình côn này, đi vào phần hình trụ của lỗ khoan trước khi chất liệu kéo sợi được ép ra vào trong khe không khí cùng việc kéo đồng thời, được sử dụng dưới dạng lỗ khoan. Vật liệu sau khi kéo thành sợi tiếp đó được nhúng vào bể kéo sợi để hóa cứng và tối ưu hóa sự tạo sợi.

Các lỗ ép phun tơ được giữ ở nhiệt độ, như được chỉ ra trong Bảng 1.

Khe không khí nằm giữa các lỗ ép phun tơ và bề mặt bể kéo sợi cấu thành thể tích khí kéo sợi. Thể tích khí kéo sợi được tạo ra từ vùng kéo sợi và chiều cao khe hở khí gắn liền với vùng kéo sợi.

Các sợi kéo đi ngang qua khoảng trống khí dạng tầng nhiệt độ (thể tích kéo sợi), trong đó chúng đi qua liên tục trong khoảng trống khí này thông qua dòng không khí kéo sợi 1 và dòng không khí kéo sợi 2 trong quy trình kéo sợi. Thử nghiệm 8 và Thử nghiệm 9 được tiến hành mà không cấp dòng không khí kéo sợi 2.

Sự tạo sợi hoặc sự đông tụ của dung dịch xenluloza được kéo sau đó được tiến hành trong bể kéo sợi, nó được gắn vào phía dưới các lỗ ép phun tơ.

Các sợi kéo đi ra từ bể kéo sợi được lấy ra liên tục bằng phương tiện tháo.

Trong các thử nghiệm, dòng không khí xả khí kéo sợi được đo ở phía dòng ngắt của vùng kéo sợi đối với các hạt sol khí, trong đó cỡ hạt và nồng độ được minh họa trong Bảng 1 cho mỗi thử nghiệm.

Điều ngạc nhiên đã xác định được là có thể phát hiện sự phụ thuộc của các hạt sol khí được giải phóng ra từ dung dịch xenluloza nhờ sự thay đổi áp suất kéo sợi và nhiệt độ kéo sợi. Vì vậy, sự giải phóng của các hạt sol khí do nhiệt độ và áp suất kéo sợi có thể được xác định, trong đó sự giải phóng sol khí thấp hơn có thể được xác định trong khoảng nhiệt độ kéo sợi từ 87°C đến 94°C ở áp suất kéo sợi nằm trong khoảng từ 22 đến 34 bar (2200-3400KPa) (các Thử nghiệm 5, 6 và 7).

Tính năng kéo sợi được xác định thêm bằng mắt thường, bởi việc xem xét số lượng lõi kéo sợi, như sự đứt sợi và sự bám dính. Tính năng kéo sợi được phân loại từ 1 (tốt nhất) tới 5 (tồi nhất), trong đó phương pháp theo sáng chế đã được chứng minh có tính năng tốt nhất theo các thử nghiệm 5, 6 và 7.

Nếu dung dịch kéo sợi có cùng thành phần trong tất cả các thử nghiệm, nhưng được kéo ở các áp suất kéo sợi và các nhiệt độ kéo sợi cao hơn, thì nồng độ hạt sol khí cao hơn nhiều được xác định trong dòng không khí mà chất liệu kéo sợi đi qua nó. Do các hạt sol khí kết tinh ngay ở nhiệt độ 20°C, nên các hạt được phát hiện chỉ có thể được giả định là hydrat NMMO 2,5, hydrat NMMO 1 hoặc NMMO tinh khiết được xả ra trong quy trình kéo sợi do sự bay hơi giãn nở. Các hạt sol khí cũng có thể dễ dàng được phát hiện, ngoài việc đo sol khí bằng thiết bị đo, bởi sự lắng đọng trên tấm lắng đọng đã được làm lạnh nằm sau vùng kéo sợi. Ngoài amin oxit đã kết tinh (hydrat NMMO), các sản phẩm phân thủy thông thường của NMMO (chúng được tạo ra trong quá trình sản xuất chất liệu kéo sợi), như NMM (N-metylmorpholin), M (morpholin) và các sản phẩm thoái biến đặc trưng trong dung dịch khác, cũng có thể được tách ra khỏi chất liệu kéo sợi.

	Thử nghiệm 1	Thử nghiệm 2	Thử nghiệm 3	Thử nghiệm 4	Thử nghiệm 5	Thử nghiệm 6	Thử nghiệm 7	Thử nghiệm 8	Thử nghiệm 9	Thử nghiệm 10	Thử nghiệm 11	Thử nghiệm 12	Thử nghiệm 13
Nhiệt độ dung dịch kéo sợi	105	107	110	109	92	87	94	112	114	117	119	121	124
Năng suất trên mỗi lỗ	0,025	0,025	0,050	0,050	0,025	0,034	0,025	0,050	0,050	0,025	0,025	0,050	0,050
Đường kính	0,100	0,100	0,100	0,100	0,070	0,080	0,070	0,070	0,070	0,050	0,050	0,050	0,050
Chiều dài đầu phun	1,00	1,50	1,00	1,50	1,00	1,50	1,50	1,00	1,50	1,00	1,50	1,00	1,50
Tốc độ xả sợi kéo													
Độ chuẩn	1,40	1,42	1,41	1,39	1,43	1,38	1,40	1,43	1,42	1,40	1,41	1,44	1,42
Tốc độ xả	27,9	27,9	55,7	55,7	27,9	38,5	27,9	55,7	55,7	27,9	27,9	55,7	55,7
Mật độ lỗ riêng	3	3	2,5	2,5	3	3	3	2,5	2,5	3	3	2,5	2,5
Mất cắt của các lỗ (các sợi) ở đầu phun xả mà không tương nỏ trên 1 mm ² vùng đầu phun	0,024	0,024	0,020	0,020	0,012	0,015	0,012	0,010	0,010	0,006	0,006	0,005	0,005
Mất cắt của tơ đơn tại đầu kéo	0,00035	0,00036	0,00035	0,00035	0,00036	0,00035	0,00035	0,00036	0,00036	0,00035	0,00035	0,00036	0,00036
Mất cắt tơ đơn trung bình trên 1 mm ² vùng đầu phun	0,010	0,010	0,008	0,008	0,005	0,006	0,005	0,004	0,004	0,002	0,002	0,002	0,002
Thể tích của tơ đơn với vùng xả đầy đủ, hình trụ	0,589	0,589	0,491	0,491	0,289	0,377	0,289	0,241	0,241	0,147	0,147	0,123	0,123
Thể tích của tơ đơn với mặt cắt tơ đơn trung bình	0,239	0,239	0,199	0,199	0,118	0,154	0,118	0,099	0,099	0,062	0,062	0,052	0,052
Thể tích vùng kéo sợi/trên 1 mm chiều ngang đầu phun	25	50	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
	mm ³ /mm												

Thể tích khí kéo sợi trong vùng kéo sợi = thể tích vùng kéo sợi trừ thể tích của tơ đơn với vùng xả trung bình	24,761	49,761	24,801	24,882	24,846	24,882	24,901	24,901	24,938	24,938	24,948	24,948
Tỷ số tổng thể tích vùng kéo sợi/ thể tích sợi trung bình	104,809	209,581	125,451	125,477	211,096	211,208	252,048	252,101	404,401	404,265	479,976	480,360
Thể tích sợi theo % tổng thể tích vùng kéo sợi	0,954	0,477	0,797	0,797	0,474	0,473	0,397	0,397	0,247	0,247	0,208	0,208
Số lượng vùng kéo sợi theo hướng dòng không khí	20000	20000	20000	20000	20000	20000	20000	20000	20000	20000	20000	20000
Dòng không khí kéo sợi riêng 1 được nạp 1 mm chiều dài trên số lượng vùng kéo sợi	150	250	275	280	60	60	250	275	250	250	275	350
Dòng không khí kéo sợi riêng 2 được nạp 1 mm chiều dài trên số lượng vùng kéo sợi	125	50	25	30	100	100	0	0	25	25	75	75
Dòng xử lý khí kéo sợi riêng 1	7,5	12,5	13,8	14,0	3,0	3,0	12,5	13,8	12,5	12,5	13,8	17,5

Dòng xử lý khí kéo sợi riêng 2	lít/giờ trên 1 vùng kéo sợi	6,25	2,50	1,25	1,50	5,00	5,00	5,00	5,00	-	-	1,25	1,25	3,75	3,75
Nồng độ hạt đo được trong dòng không khí xả kéo sợi	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	2,80E+04	3,20E+04	3,35E+04	3,05E+04	2,98E+04	3,20E+04	3,47E+04	3,38E+04	3,86E+04	3,65E+04	4,50E+04	4,18E+04	4,95E+04	4,95E+04
Dòng không khí kéo sợi cấp cho 1 mm^3 thể tích vùng kéo sợi	lít/giờ trên 1 mm^3 vùng kéo sợi	0,55	0,30	0,60	0,62	0,32	0,32	0,32	0,32	0,50	0,55	0,55	0,55	0,70	0,85
	Nồng độ = loại bỏ theo $\mu\text{g}/\text{giờ}$ trên 1 mm^3 vùng kéo sợi	15	10	20	19	10	10	10	11	17	21	20	25	29	42
Số thay đổi không khí trong vùng kéo sợi		5,50E+05	3,00E+05	6,00E+05	6,20E+05	3,20E+05	3,20E+05	3,20E+05	3,20E+05	5,00E+05	5,50E+05	5,50E+05	5,50E+05	7,00E+05	8,50E+05
Tính năng kéo sợi		2	2	2-3	2-3	1-2	1-2	1-2	1-2	2-3	2-3	3-4	3-4	4	4

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất sản phẩm hoặc màng mỏng đã được định hình bằng xenluloza rắn, từ dung dịch chứa xenluloza, NMMO (N-metylmorpholin N-oxit) và nước bao gồm các bước:

ép đùn dung dịch này qua một hoặc nhiều lỗ ép đùn dưới áp suất và hoá cứng sản phẩm này, hoặc màng mỏng, trong bể gom, trong đó dung dịch này được dẫn từ các lỗ ép đùn tới bể gom; và

dẫn dung dịch này qua khe không khí có dòng không khí nằm giữa các lỗ ép đùn và bể gom, nhiệt độ của dung dịch này ở các lỗ ép đùn là thấp hơn 105°C và mức chênh áp suất của dung dịch này ngay trước khi ép đùn và sau khi ép đùn trong khe không khí nằm trong khoảng từ 8 đến 40 bar (800-4000KPa), trong đó dòng không khí được dẫn theo toàn bộ chiều dài của dung dịch được dẫn từ các lỗ ép đùn tới bể gom bởi quạt và bộ phận dẫn bổ sung.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhiệt độ của dung dịch nằm trong khoảng từ 80°C đến 98°C.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó mức chênh áp suất nằm trong khoảng từ 16 bar đến 38 bar (1600-3800KPa).

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó áp suất ngay trước khi ép đùn nằm trong khoảng từ 13 bar đến 50 bar (1300-5000KPa).

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó áp suất sau khi ép đùn trong khe không khí nằm trong khoảng từ 0,5 bar đến 3 bar (50-300KPa).

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước dẫn dòng không khí nạp theo phương nằm ngang được dẫn trong khe không khí.

7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó dòng không khí có lưu lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 300 lít/giờ/mm chiều dài của vùng có các lỗ ép đùn theo hướng

dòng không khí hoặc nằm trong khoảng từ 0,15 đến 20 lít/giờ/mm³ thể tích của vùng kéo sợi trong khe không khí.

8. Phương pháp theo điểm 6, trong đó vùng nằm giữa các lỗ ép đùn và bể gom được rửa gần như hoàn toàn bởi dòng không khí.

9. Phương pháp theo điểm 6, trong đó dòng không khí được dẫn theo phương nằm ngang là dòng không khí dạng tầng.

10. Phương pháp theo điểm 6, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc bố trí các lỗ ép đùn theo hướng của dòng không khí.

11. Phương pháp theo điểm 6, trong đó dòng cục bộ của dòng không khí được làm nóng bởi đĩa ép đùn có các lỗ ép đùn hoặc bởi bộ phận làm nóng trong quạt.

12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sản phẩm được chọn trong số tơ đơn xenluloza, các xơ cắt ngắn xenluloza, các sản phẩm vải xenluloza không dệt hoặc các màng mỏng xenluloza.

13. Phương pháp theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều thành phần hoà tan xenluloza được tách ra khỏi dung dịch được ép đùn bởi dòng không khí.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó các hợp phần được tách ra nhờ dòng không khí được xả ra từ vùng kéo sợi ở phía dòng chảy ra.

15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó các thành phần được xả ra khỏi vùng kéo sợi ở phía dòng chảy ra có thể được kết tinh.

16. Phương pháp sản xuất sản phẩm hoặc màng mỏng đã được định hình bằng xenluloza rắn, từ dung dịch chứa xenluloza, NMMO (N-metylmorpholin N-oxit) và nước bao gồm các bước:

ép đùn dung dịch này qua một hoặc nhiều lỗ ép đùn dưới áp suất và hoá cứng sản phẩm, hoặc màng mỏng, trong bể gom, trong đó dung dịch này được dẫn từ các lỗ ép đùn tới bể gom; và

dẫn dung dịch này qua khe không khí nhờ dòng không khí dọc theo toàn bộ chiều dài của dung dịch được dẫn từ các lỗ ép đùn tới bể gom bởi quạt và bộ phận dẫn dòng bổ sung, nhiệt độ của dung dịch này ở các lỗ ép đùn là thấp hơn 105°C và mức chênh áp suất của dung dịch này ngay trước khi ép đùn và sau khi ép đùn trong khe không khí nằm trong khoảng từ 8 đến 40 bar (800-4000KPa) để sao cho mức độ tạo hạt NMMO trong khe không khí được giảm.

1/4

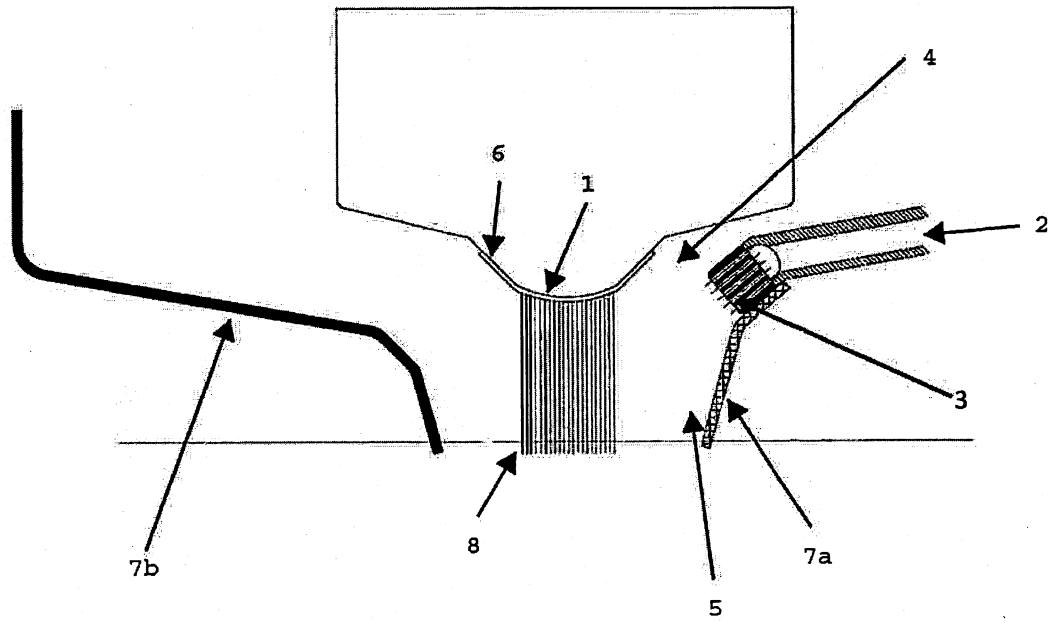


Fig. 1a

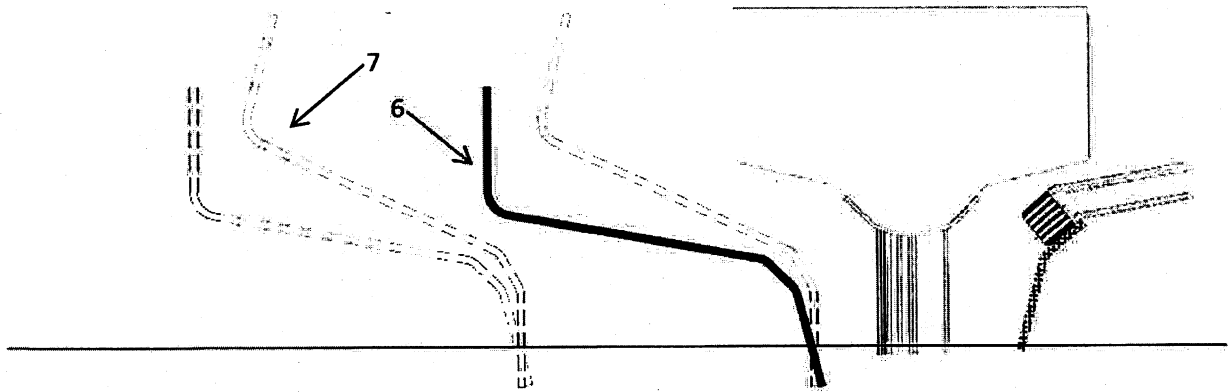


Fig. 1b

2/4

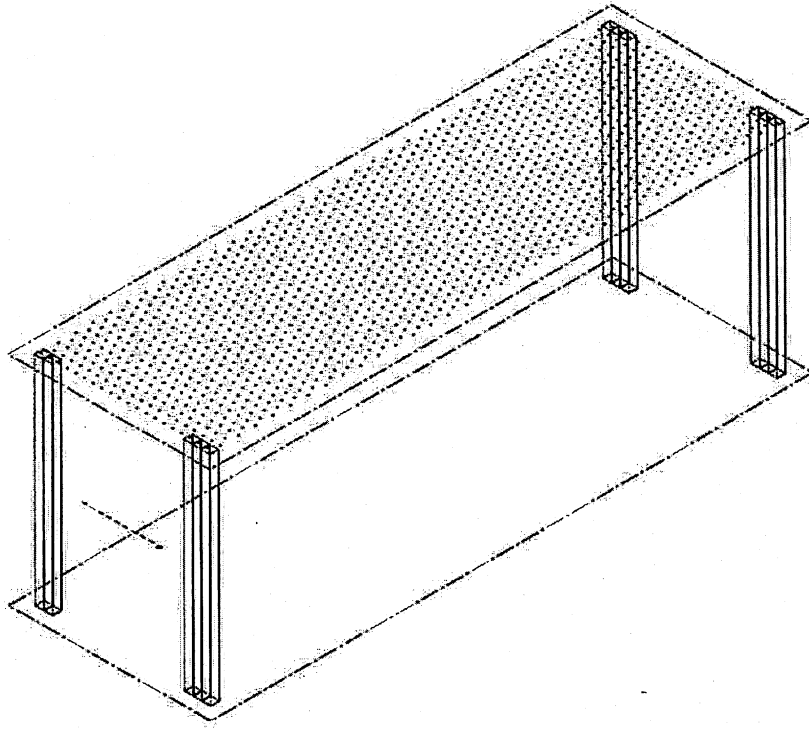


Fig. 2

3/4

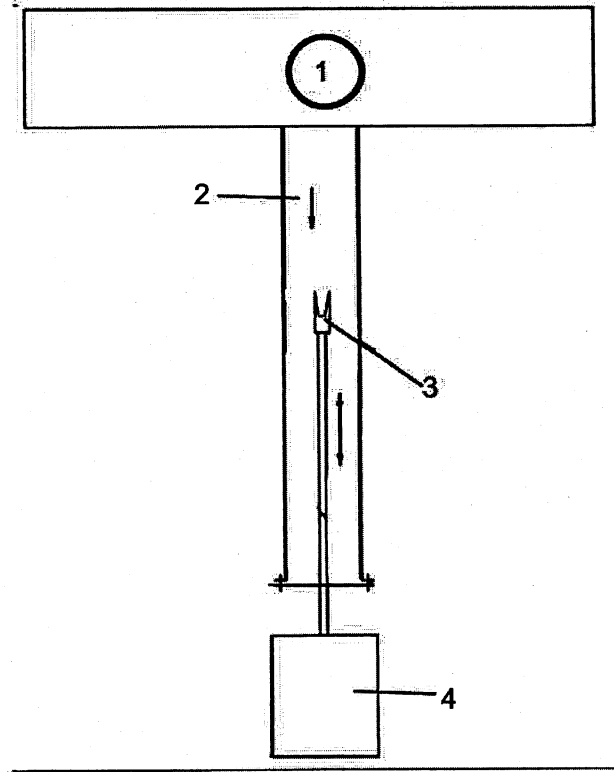


Fig. 3

4/4

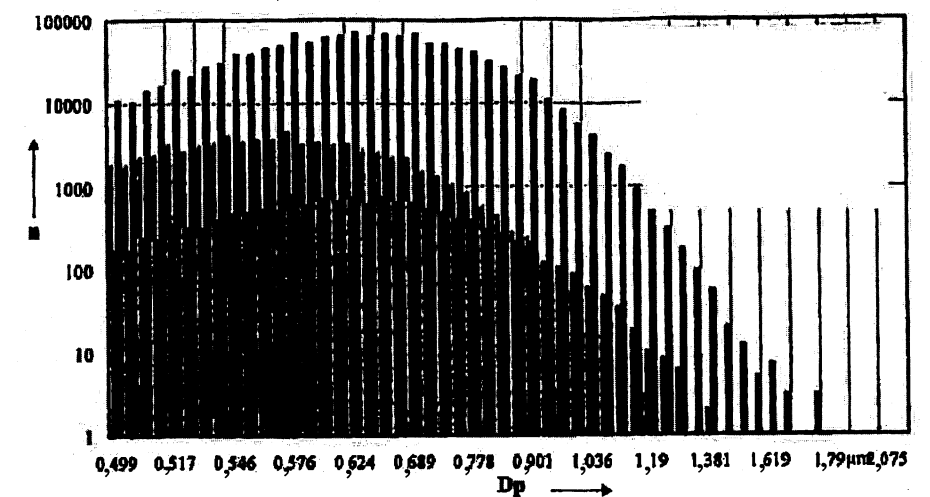


Fig. 4

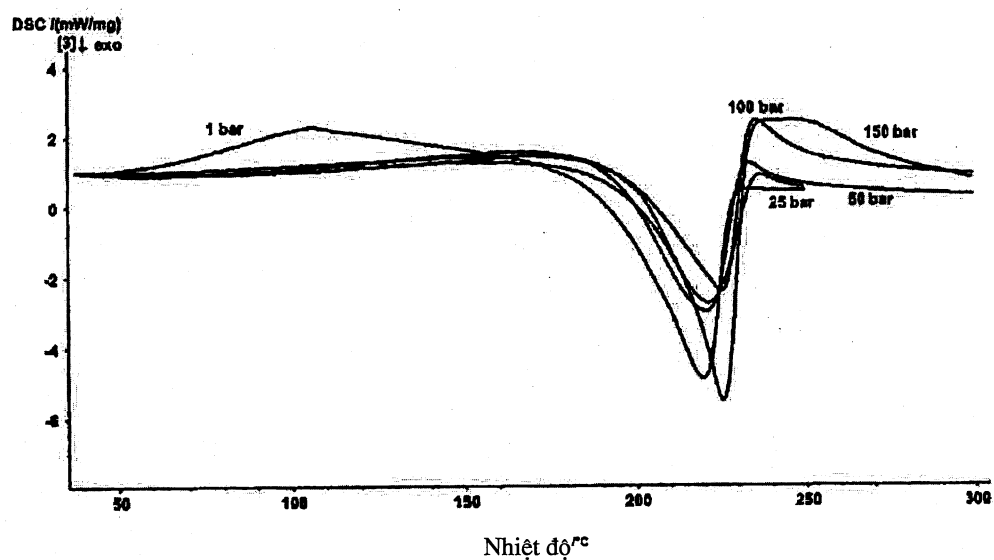


Fig. 5