



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0062627
(43) 공개일자 2023년05월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A23L 33/125 (2016.01) A23L 29/30 (2022.01)
A23P 30/20 (2016.01) C07H 1/00 (2006.01)
C07H 3/02 (2006.01)

(52) CPC특허분류
A23L 33/125 (2020.05)
A23L 29/30 (2022.01)

(21) 출원번호 10-2023-7011752
(22) 출원일자(국제) 2021년09월07일
심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2023년04월05일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2021/074613
(87) 국제공개번호 WO 2022/049307
국제공개일자 2022년03월10일

(30) 우선권주장
20194769.4 2020년09월07일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
사바나 인그리디언트 게엠베하
독일, 50189 엘스도르프, 뒤레너 스트라쎬 67

(72) 발명자
코흐 티모 요하네스
독일 50189 엘스도르프 에츠바일러슈트라쎬 21
한프리트 제바슈티안
독일 50670 쾰른 발타자르슈트라쎬 32

(74) 대리인
장훈

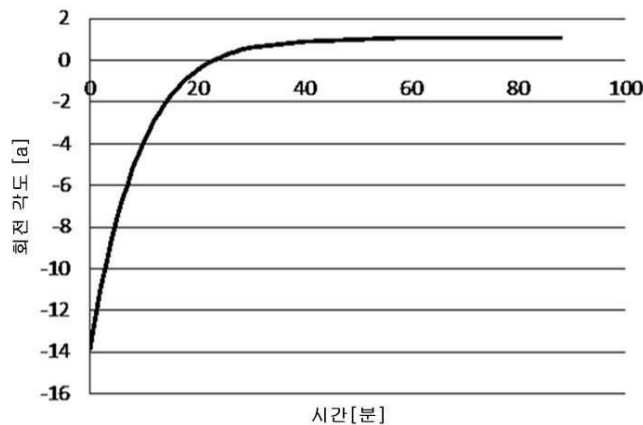
전체 청구항 수 : 총 133 항

(54) 발명의 명칭 **고형 알룰로오스 조성물의 제조를 위한 압출 공정**

(57) 요약

본 발명은 (a) 물에 용해된 알룰로오스를 포함하는 액체 알룰로오스 조성물을 제공하는 단계; (b) 임의로 액상 알룰로오스 조성물을 승온, 바람직하게는 증발 조건 하에서 가열하여 알룰로오스 조성물의 함수량을 감소시키는 단계; (c) 알룰로오스 조성물을 압출기로 공급하는 단계; (d) 압출기에서 알룰로오스 조성물을 압출하는 단계; (e) 압출기로부터 제품 알룰로오스 조성물을 얻는 단계; (f) 임의로 제품 알룰로오스 조성물을 고형화시키는 단계; 및 (g) 임의로 제품 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후건조하는 단계를 포함하는 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명은 또한 본 발명에 따른 방법에 의해 제조될 수 있는 제품 알룰로오스 조성물 및 이의 용도에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A23P 30/20 (2016.08)

C07H 1/00 (2013.01)

C07H 3/02 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법으로서, 상기 방법은

- (a) 물에 용해된 알룰로오스를 포함하는 액체 알룰로오스 조성물을 제공하는 단계;
- (b) 임의로 액상 알룰로오스 조성물을 승온, 바람직하게는 증발 조건 하에서 가열하여 알룰로오스 조성물의 수량을 감소시키는 단계;
- (c) 알룰로오스 조성물을 압출기로 공급하는 단계;
- (d) 압출기에서 알룰로오스 조성물을 압출하는 단계;
- (e) 압출기로부터 제품 알룰로오스 조성물을 얻는 단계;
- (f) 임의로 제품 알룰로오스 조성물을 고형화시키는 단계; 및
- (g) 임의로 제품 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후건조하는 단계를 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 단계 (d)에서의 압출은 비-증발 조건하에서 수행되며, 단계 (b)에서 알룰로오스 조성물은 증발 조건 하에 수분을 제거함으로써 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물에비하여 더 농축되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

-단계 (a)에서 액체 알룰로오스 조성물은, 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여 알룰로오스 함량이 65중량% 이상, 바람직하게는 67.5중량% 이상, 보다 바람직하게는 70중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 적어도 72.5중량% 가지도록 제공되며,

-임의 단계 (b)에서 액체 알룰로오스 조성물은 승온 및/또는 감압에서 증발 조건 하에 더 농축되어 알룰로오스 함량을

(i) 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량에 대하여 상대적으로 적어도 2.5중량%, 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 10중량%, 더욱 더 바람직하게는 12.5중량% 이상, 가장 바람직하게는 15중량% 이상, 특히 17.5중량% 이상; 바람직한 구체예에서 바람직하게는 적어도 20 중량%, 더 바람직하게는 적어도 22.5 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 25 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 27.5 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 30중량%; 및/또는

(ii) 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 절대적으로 75 중량%이상, 보다 바람직하게는 77.5 중량%이상, 보다 더 바람직하게는 80 중량%이상, 더욱 더 바람직하게는 82.5 중량%이상, 훨씬 더 바람직하게는 85중량% 이상, 가장 바람직하게는 87.5중량% 이상, 특히 90중량% 이상; 바람직한 구체예에서 바람직하게는 91 중량%이상, 바람직하게는 92 중량%이상, 바람직하게는 93 중량%이상, 바람직하게는 94 중량%이상, 바람직하게는 95 중량%이상; 바람직한 구체예에서 바람직하게는 91 중량%이상, 바람직하게는 92 중량%이상, 바람직하게는 93 중량%이상, 바람직하게는 94 중량%이상, 바람직하게는 95 중량%이상 만큼 증가시키게 되며,

반면에, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 과포화되고 바람직하게는 실온(23℃) 초과, 바람직하게는 40 내지 90℃ 범위, 보다 바람직하게는 50 내지 60℃ 범위 내의 온도를 가지며;

- 단계 (c)에서, 단계 (a)에서 제공된 알룰로오스 조성물 또는 단계 (b)에서 얻은 추가 농축된 알룰로오스 조성물을 압출기에 공급하고;

- 단계 (d)에서 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 알룰로오스의 모결정의 존재하에 바람직하게는 승온에서, 바람직하게는 40 내지 90℃ 범위 내, 보다 바람직하게는 50 내지 60℃ 범위 내에서 압출기에서 전단력을 받으며;
- 단계 (e)에서 제품 알룰로오스 조성물이 압출기로부터 얻어지며, 이는 바람직하게는 (i) 고체 알룰로오스 조성물, (ii) 알룰로오스 현탁액, (iii) 과포화 알룰로오스 용액 또는 (iv) 알룰로오스 용융물의 형태로 존재하는 것이 바람직하며;
- 임의 단계(f)에서, 단계 (e)의 압출기로부터 수득한 제품 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 실온(23℃)으로 냉각되고; 형태에 따라 고화되며; 침전 및/또는 결정화여 가 허용된다. 바람직하게는 침전 및/또는 결정은 것이 바람직하며; 및
- 임의 단계 (g)에서, 단계 (e) 또는 (f)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후-건조되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 단계 (d)에서의 압출은 비-증발 조건하에서 수행되며, 단계 (b)에서 알룰로오스 조성물은 증발 조건 하에 수분을 제거함으로써 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물에비하여 더 농축되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 다음 단계들:

- (a) 물에 용해된 알룰로오스를 포함하는 액체 알룰로오스 조성물을 제공하는 단계;
- (b) 임의로, 액체 알룰로오스 조성물을 승온으로 가열하는 공정;
- (c) 알룰로오스 조성물을 압출기로 공급하는 공정;
- (d) 임의로, 증발 조건하에서 압출기에서 알룰로오스 조성물을 건조하는 단계;
- (e) 압출기로부터 고체 알룰로오스 조성물을 얻는 단계;
- (g) 임의로, 상기 고체 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후-건조하는 단계;를 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 6

제4항 또는 제5항에 있어서,

- 상기 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은, 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여 2.5 내지 75 중량%, 바람직하게는 2.5 내지 50 중량%, 보다 바람직하게는 2.5 내지 30 중량% , 또 더 바람직하게는 2.5 내지 20 중량%, 여전히 더 바람직하게는 2.5 내지 10 중량%, 보다 더 바람직하게는 2.5 내지 5.0 중량% 범위 내의 함수량을 가지며; 바람직하게, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 15 내지 35 중량%(바람직하게는 알룰로오스 시럽) 또는 20 내지 30 중량%(바람직하게는 원심분리 배출물) 범위 내의 함수량을 가지며;
- 상기 단계 (d)에서 압출 온도는 35 내지 75℃, 바람직하게는 40 내지 70℃, 더 바람직하게는 45 내지 65℃, 더욱 더 바람직하게는 50 내지 60℃, 여전히 더 바람직하게는 52 내지 58℃, 보다 더 바람직하게는 54 내지 56℃이고; 및/또는
- 상기 단계 (d)는 물을 함유하는 기체상과 알룰로오스를 함유하는 알룰로오스 조성물을 압출기에서 운반하는 것을 수반하며, 여기서 기체상은 대기압 미만으로 유지되는 가스압을 가지며; 바람직하게는 가스 압은 (i) 20 내지 300 mbar, 더 바람직하게는 40 내지 250 mbar, 더욱 더 바람직하게는 60 내지 200 mbar, 보다 더 바람직하게는 80 내지 150 mbar의 범위 내; 또는 (ii) 800 내지 950mbar의 범위 내인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 7

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 제품 알룰로오스 조성물은 고체 알룰로오스 조성물인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 8

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 본질적으로, 상기 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물에서의 총량의 알룰로오스 화합물은 용해된 형태로 내재하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 9

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물에서의 알룰로오스, 과당 및 물의 총 중량 함량은 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여 적어도 65중량%; 보다 바람직하게는 적어도 70중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 75중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 80중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 85중량%, 가장 바람직하게는 적어도 90중량% 인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 10

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 액체 알룰로오스 조성물은 본질적으로 알룰로오스, 과당 및 물로 구성되며; 바람직하게는, 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스, 과당 및 물의 총 중량 함량은 95중량% 이상이고; 바람직하게는 96 중량% 이상, 바람직하게는 97 중량% 이상, 바람직하게는 98 중량% 이상, 바람직하게는 99 중량% 이상, 바람직하게는 99.5 중량% 이상인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 11

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 65중량%, 바람직하게는 적어도 66중량%, 바람직하게는 적어도 67 중량%, 바람직하게는 적어도 68중량%, 바람직하게는 적어도 69 중량%, 바람직하게는 적어도 70 중량%, 바람직하게는 적어도 71 중량%, 바람직하게는 적어도 72 중량%, 바람직하게는 적어도 73 중량%, 바람직하게는 적어도 74 중량% 또는 적어도 75 중량%, 바람직하게는 적어도 76 중량%, 바람직하게는 적어도 77 중량%, 바람직하게는 적어도 78 중량%, 바람직하게는 적어도 79 중량%, 바람직하게는 적어도 80중량%, 바람직하게는 적어도 81중량%, 바람직하게는 적어도 82중량%, 바람직하게는 적어도 83중량%, 바람직하게는 적어도 84중량%, 바람직하게는 적어도 85 중량%, 바람직하게는 적어도 86 중량%, 바람직하게는 적어도 87 중량%, 바람직하게는 적어도 88 중량%, 바람직하게는 적어도 89 중량%, 바람직하게는 적어도 90 중량%, 바람직하게는 적어도 91 중량%, 바람직하게는 적어도 92 중량%, 바람직하게는 적어도 92 중량%, 바람직하게는 적어도 94 중량%, 바람직하게는 적어도 95중량%의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 12

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 적어도 61중량%, 바람직하게는 적어도 65중량%, 보다 바람직하게는 적어도 69중량%, 여전히 바람직하게는 적어도 73 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 77 중량%, 바람직하게는 적어도 81 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 85 중량%, 및 특히 적어도 89 중량%의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 13

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 2.5중량%; 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 여전히 바람직하게는 적어도 10 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 15 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 20 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 25 중량%, 및 특히 적어도 30 중량%의 함수량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 14

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 80중량%; 바람직하게는 최대 70중량%, 보다 바람직하게는 최대 60중량%, 여전히 바람직하게는 최대 50 중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 40 중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 30 중량%, 가장 바람직하게는 최대 20 중량%, 및 특히 최대 10 중량%의 함수량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성

물의 제조 방법.

청구항 15

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 70±30중량%; 바람직하게는 70±25중량%, 더욱 바람직하게는 80±20중량%, 더욱 더 바람직하게는 80±15중량%, 더욱 더 바람직하게는 85±15중량%, 보다 더 바람직하게는 85±10중량%, 가장 바람직하게는 90±10중량%, 특히 95±5.0중량% 범위 내의 함수량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 16

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 15 내지 35 중량%(바람직하게는 알룰로오스 시럽) 또는 20 내지 30 중량% (바람직하게는 원심분리 배출물) 범위 내의 함수량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 17

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 최대 10중량%; 바람직하게는 최대 9.0 중량%, 바람직하게는 최대 8.0 중량%, 바람직하게는 최대 7.0 중량%, 바람직하게는 최대 6.0 중량%, 바람직하게는 최대 5.0 중량%, 바람직하게는 최대 4.0 중량%, 바람직하게는 최대 3.0중량%, 바람직하게는 최대 2.0중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%의 과당 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 18

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 시럽에 함유된 모든 탄수화물의 총 함량에 대하여 최대 5.0중량%; 바람직하게는 최대 4.0중량%, 바람직하게는 최대 3.0중량%, 바람직하게는 최대 2.0중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%의 알룰로오스 및 과당 이외의 탄수화물의 총 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 19

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 액체 알룰로오스 조성물은

- 검 베이스;
- 바인더; 및/또는
- 글리세롤, 바람직하게는 물 외에 가소제 없음

을 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 20

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 단계(b)에서 증발 조건하에서 수행되어 알룰로오스 조성물의 함수량을 감소시키게 되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 21

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 승온은 적어도 30℃; 바람직하게는 적어도 31℃, 바람직하게는 적어도 32℃, 바람직하게는 적어도 33℃, 바람직하게는 적어도 34℃, 바람직하게는 적어도 35℃, 바람직하게는 적어도 36℃, 바람직하게는 적어도 37℃, 바람직하게는 적어도 38℃, 바람직하게는 적어도 39℃, 바람직하게는 적어도 40℃, 바람직하게는 적어도 41℃, 바람직하게는 적어도 42℃, 바람직하게는 적어도 43℃, 바람직하게는 적어도 44℃, 바람직하게는 적어도 45℃, 바람직하게는 적어도 46℃, 바람직하게는 적어도 47℃, 바람직하게는 적어도 48℃, 바람직하게는 적어도 49℃, 바람직하게는 적어도 50℃, 바람직하게는 적어도 51℃, 바람직하게는 적어도 52℃, 바람직하게는 적어도 53℃, 바람직하게는 적어도 54℃, 바람직하게는 적어도 55℃, 바람직하게는 적어도 56℃, 바람직하게는 적어도 57℃, 바람직하게는 적어도 58℃, 바람직하게는 적어도 59℃, 바람직하게는 적어도 60℃인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 22

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 승온은 최대 80℃; 바람직하게는 최대 79℃, 바람직하게는 최대 78℃, 바람직하게는 최대 77℃, 바람직하게는 최대 76℃, 바람직하게는 최대 75℃, 바람직하게는 최대 74℃, 바람직하게는 최대 73℃, 바람직하게는 최대 72℃, 바람직하게는 최대 71℃, 바람직하게는 최대 70℃, 바람직하게는 최대 69℃, 바람직하게는 최대 68℃, 바람직하게는 최대 67℃, 바람직하게는 최대 66℃, 바람직하게는 최대 65℃, 바람직하게는 최대 64℃, 바람직하게는 최대 63℃, 바람직하게는 최대 62℃, 바람직하게는 최대 61℃, 바람직하게는 최대 60℃, 바람직하게는 최대 59℃, 바람직하게는 최대 58℃, 바람직하게는 최대 57℃, 바람직하게는 최대 56℃, 바람직하게는 최대 55℃, 바람직하게는 최대 54℃, 바람직하게는 최대 53℃, 바람직하게는 최대 52℃, 바람직하게는 최대 51℃, 바람직하게는 최대 50℃인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 23

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 승온은 적어도 35℃; 바람직하게는 적어도 40℃, 보다 바람직하게는 적어도 43℃, 보다 더 바람직하게는 적어도 46℃, 더욱 바람직하게는 적어도 49℃, 더욱 더 바람직하게는 적어도 52℃, 가장 바람직하게는 55℃, 특히 적어도 58℃인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 24

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 승온은 최대 70℃; 바람직하게는 최대 65℃, 보다 바람직하게는 최대 60℃, 보다 더 바람직하게는 최대 57℃, 더욱 바람직하게는 최대 54℃, 더욱 더 바람직하게는 최대 51℃, 가장 바람직하게는 최대 48℃, 특히 최대 45℃인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 25

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 승온은 $53 \pm 20^\circ\text{C}$; 바람직하게는 $53 \pm 15^\circ\text{C}$, 보다 바람직하게는 $53 \pm 12^\circ\text{C}$, 보다 더 바람직하게는 $53 \pm 10^\circ\text{C}$, 더욱 바람직하게는 $53 \pm 8.0^\circ\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 $53 \pm 6.0^\circ\text{C}$, 가장 바람직하게는 $53 \pm 4.0^\circ\text{C}$, 특히 $53 \pm 3.0^\circ\text{C}$ 의 범위 내인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 26

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 단계 (b)는 알룰로오스 조성물을 가열하는 것을 수반하여 수분을 포함하는 가스 상을 생성하고, 상기 가스 상은 대기압 미만으로 유지되는 가스압력을 가지는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 27

제26항에 있어서, 상기 단계 (b)에서의 가스 압력은 최대 800 mbar; 바람직하게는 최대 750 mbar, 바람직하게는 최대 700 mbar, 바람직하게는 최대 650 mbar, 바람직하게는 최대 600 mbar, 바람직하게는 최대 550 mbar, 바람직하게는 최대 500 mbar, 바람직하게는 최대 450 mbar, 바람직하게는 최대 400 mbar, 바람직하게는 최대 350 mbar, 바람직하게는 최대 300 mbar, 바람직하게는 최대 250 mbar, 바람직하게는 최대 200 mbar, 바람직하게는 최대 150 mbar, 바람직하게는 최대 100 mbar, 바람직하게는 최대 90 mbar, 바람직하게는 최대 80 mbar, 바람직하게는 최대 70 mbar, 바람직하게는 최대 60 mbar, 바람직하게는 최대 50 mbar, 바람직하게는 최대 40 mbar, 바람직하게는 최대 30 mbar, 바람직하게는 최대 20 mbar, 바람직하게는 최대 10 mbar인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 28

제26항 또는 제27항에 있어서, 상기 단계 (b)에서의 가스 압력은 적어도 400 mbar; 바람직하게는 적어도 60 mbar, 보다 바람직하게는 적어도 80 mbar, 보다 더 바람직하게는 적어도 100 mbar, 여전히 더 바람직하게는 적어도 120 mbar, 더욱 더 바람직하게는 적어도 140 mbar, 가장 바람직하게는 적어도 160 mbar 및 특히 적어도 180 mbar인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 29

제26항 내지 제28항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서의 가스 압력은 최대 260 mbar; 바람직하게는 최대

230 mbar, 더 바람직하게는 최대 200 mbar, 보다 바람직하게는 최대 170 mbar, 더욱 바람직하게는 최대 140 mbar, 더욱 더 바람직하게는 최대 110 mbar, 가장 바람직하게는 최대 80 mbar 및 특히 최대 50 mbar인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 30

제26항 내지 제29항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서의 가스 압력은 450 ± 400 mbar; 바람직하게는 400 ± 350 mbar, 보다 바람직하게는 350 ± 300 mbar, 보다 더 바람직하게는 300 ± 250 mbar, 더욱 바람직하게는 250 ± 200 mbar, 더욱 더 바람직하게는 200 ± 150 mbar, 가장 바람직하게는 150 ± 100 mbar, 특히 125 ± 75 mbar의 범위 내인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 31

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 2.5중량%; 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 12.5중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 15중량%, 가장 바람직하게는 적어도 17.5중량%, 특히 적어도 20중량% 이상의 함유량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 32

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 80중량%; 바람직하게는 최대 70중량%, 보다 바람직하게는 최대 60중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 50중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 40중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 30중량%, 가장 바람직하게는 최대 20중량%, 특히 최대 10중량%의 함유량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 33

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 70 ± 30 중량%; 바람직하게는 70 ± 25 중량%, 더욱 바람직하게는 80 ± 20 중량%, 더욱 더 바람직하게는 80 ± 15 중량%, 보다 더 바람직하게는 85 ± 15 중량%, 더욱 더 바람직하게는 85 ± 10 중량%, 가장 바람직하게는 90 ± 10 중량%, 특히 95 ± 5.0 중량%의 범위 내의 함유량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 34

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 단계 (a)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 함유량보다 적은, 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대한 함유량을 가지며, 상대적 차이는 적어도 2.5중량%, 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 12.5 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 15 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 17.5 중량%, 특히 적어도 20중량%인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 35

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 65중량%, 바람직하게는 적어도 66중량%, 바람직하게는 적어도 67중량%, 바람직하게는 적어도 68중량%, 바람직하게는 적어도 69 중량%, 바람직하게는 적어도 70 중량%, 바람직하게는 적어도 71 중량%, 바람직하게는 적어도 72 중량%, 바람직하게는 적어도 73 중량%, 바람직하게는 적어도 74 중량% 또는 적어도 75 중량%, 바람직하게는 적어도 76 중량%, 바람직하게는 적어도 77 중량%, 바람직하게는 적어도 78 중량%, 바람직하게는 적어도 79 중량%. 바람직하게는 적어도 80중량%, 바람직하게는 적어도 81중량%, 바람직하게는 적어도 82중량%, 바람직하게는 적어도 83중량%, 바람직하게는 적어도 84중량%, 바람직하게는 적어도 85 중량%, 바람직하게는 적어도 86 중량%, 바람직하게는 적어도 87 중량%, 바람직하게는 적어도 88 중량%, 바람직하게는 적어도 89 중량%, 바람직하게는 적어도 90 중량%, 바람직하게는 적어도 91 중량%, 바람직하게는 적어도 92 중량%, 바람직하게는 적어도 93 중량%, 바람직하게는 적어도 94 중량%, 바람직하게는 적어도 95중량%의 알룰로오스 함유량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 36

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 61중량%, 바람직하게는 적어도 65중량%, 더 바람직하게는 적어도 69중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 73중량%, 더욱 바람직하게는 적어도 77 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 81 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 85 중량%, 및 특히 적어도 89 중량%의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 37

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량이 보다 더 많은, 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대한 알룰로오스 함량을 가지며, 상대적 차이는 적어도 2.5중량%, 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 12.5 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 15 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 17.5 중량%, 특히 적어도 20중량%인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 38

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 압출기는 단일 스크류 압출기, 트윈 스크류 압출기 또는 유성 롤러 압출기이고; 바람직하게는 상기 압출기는 역회전 스크류 구성 또는 동회전 스크류 구성을 갖는 이축 압출기인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 39

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 압출기는 혼련 요소를 구비하고 있는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 40

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 압출기는 수송 요소를 구비하고 있는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 41

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 압출기는 길이 대 직경 비(L/D)가 각각 5 내지 50, 바람직하게는 10 내지 40, 또는 15 내지 35, 또는 20 내지 30 범위인 스크류 또는 2개의 스크류를 구비하고 있는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 42

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 상기 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 실온(23℃)에서 순수 중의 알룰로오스의 포화 농도와 비교하여 과포화되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 43

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 알룰로오스 조성물은 승온에서 압출기에 공급되고, 알룰로오스 조성물은 상기 승온에서 순수한 물 중의 알룰로오스의 포화 농도와 비교하여 과포화되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 44

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 주어진 온도에서 순수 중 알룰로오스의 포화 농도보다 1.0중량% 이상, 바람직하게는 2.0중량% 이상, 더 바람직하게는 3.0 중량% 이상, 더욱 더 바람직하게는 4.0 중량% 이상, 더욱 더 바람직하게는 5.0 중량% 이상, 훨씬 더 바람직하게는 6.0 중량% 이상, 가장 바람직하게는 7.0중량% 이상, 특히 8.0 중량%이상 인 알룰로오스 농도를 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 45

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 최대 9.0중량%; 바람직하게는 최대 8.0중량%, 보다 바람직하게는 최대 7.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 6.0중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 5.0중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 4.0중량%, 가장 바람직하게는 최대 3.0중량%, 특히 최대 2.0중량%의 함수량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 46

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 알룰로오스 함량("함량", [중량 %])과 구체에 X^1 내지 X^{56} 중 어느 하나에 따른 온도("T", [°C])를 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

	X^1	X^2	X^3	X^4	X^5	X^6	X^7	X^8	X^9	X^{10}	X^{11}	X^{12}	X^{13}	X^{14}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≥40	≥40	≥40	≥40	≥40	≥40	≥40	≥50	≥50	≥50	≥50	≥50	≥50	≥50
	X^{15}	X^{16}	X^{17}	X^{18}	X^{19}	X^{20}	X^{21}	X^{22}	X^{23}	X^{24}	X^{25}	X^{26}	X^{27}	X^{28}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≥60	≥60	≥60	≥60	≥60	≥60	≥60	≥70	≥70	≥70	≥70	≥70	≥70	≥70
	X^{29}	X^{30}	X^{31}	X^{32}	X^{33}	X^{34}	X^{35}	X^{36}	X^{37}	X^{38}	X^{39}	X^{40}	X^{41}	X^{42}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≤90	≤90	≤90	≤90	≤90	≤90	≤90	≤80	≤80	≤80	≤80	≤80	≤80	≤80
	X^{43}	X^{44}	X^{45}	X^{46}	X^{47}	X^{48}	X^{49}	X^{50}	X^{51}	X^{52}	X^{53}	X^{54}	X^{55}	X^{56}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≤70	≤70	≤70	≤70	≤70	≤70	≤70	≤60	≤60	≤60	≤60	≤60	≤60	≤60

청구항 47

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 알룰로오스 함량("함량", [중량 %])과 구체에 Y^1 내지 Y^{91} 중 어느 하나에 따른 온도("T", [°C])를 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

	Y^1	Y^2	Y^3	Y^4	Y^5	Y^6	Y^7	Y^8	Y^9	Y^{10}	Y^{11}	Y^{12}	Y^{13}	Y^{14}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	40-90	40-90	40-90	40-90	40-90	40-90	40-90	50-90	50-90	50-90	50-90	50-90	50-90	50-90
	Y^{15}	Y^{16}	Y^{17}	Y^{18}	Y^{19}	Y^{20}	Y^{21}	Y^{22}	Y^{23}	Y^{24}	Y^{25}	Y^{26}	Y^{27}	Y^{28}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	60-90	60-90	60-90	60-90	60-90	60-90	60-90	70-90	70-90	70-90	70-90	70-90	70-90	70-90
	Y^{29}	Y^{30}	Y^{31}	Y^{32}	Y^{33}	Y^{34}	Y^{35}	Y^{36}	Y^{37}	Y^{38}	Y^{39}	Y^{40}	Y^{41}	Y^{42}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	40-80	40-80	40-80	40-80	40-80	40-80	40-80	50-80	50-80	50-80	50-80	50-80	50-80	50-80
	Y^{43}	Y^{44}	Y^{45}	Y^{46}	Y^{47}	Y^{48}	Y^{49}	Y^{50}	Y^{51}	Y^{52}	Y^{53}	Y^{54}	Y^{55}	Y^{56}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	80-80	60-80	60-80	60-80	60-80	60-80	60-80	70-80	70-80	70-80	70-80	70-80	70-80	70-80
	Y^{57}	Y^{58}	Y^{59}	Y^{60}	Y^{61}	Y^{62}	Y^{63}	Y^{64}	Y^{65}	Y^{66}	Y^{67}	Y^{68}	Y^{69}	Y^{70}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	40-70	40-70	40-70	40-70	40-70	40-70	40-70	50-70	50-70	50-70	50-70	50-70	50-70	50-70
	Y^{71}	Y^{72}	Y^{73}	Y^{74}	Y^{75}	Y^{76}	Y^{77}	Y^{78}	Y^{79}	Y^{80}	Y^{81}	Y^{82}	Y^{83}	Y^{84}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	60-70	60-70	60-70	60-70	60-70	60-70	60-70	40-60	40-60	40-60	40-60	40-60	40-60	40-60
	Y^{85}	Y^{86}	Y^{87}	Y^{88}	Y^{89}	Y^{90}	Y^{91}							
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95							
T	50-60	50-60	50-60	50-60	50-60	50-60	50-60							

청구항 48

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (c)는 모결정을 압출기에 공급하는 것을 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 49

제48항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 모 결정의 양은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 3.0중량% 이상; 바람직하게는 4.0중량% 이상, 보다 바람직하게는 5.0중량% 이상, 더욱 더 바람직하게는 6.0중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 7.0중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 8.0중량% 이상, 가장 바람직하게는 9.0중량% 이상, 특히 10중량% 이상인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 50

제48항 또는 제49항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 모결정의 양은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 24중량%; 바람직하게는 최대 22 중량%, 보다 바람직하게는 최대 20 중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 18 중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 16 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 최대 14 중량% , 가장 바람직하게는 최대 12중량%, 특히 최대 10중량%인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 51

제48항 내지 제50항중 어느 한 항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기로 공급되는 모결정의 양은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 10 ± 8.0 중량% ; 바람직하게는 10 ± 7.0 중량%, 더욱 바람직하게는 10 ± 6.0 중량%, 더욱 더 바람직하게는 10 ± 5.0 중량%, 더욱 더 바람직하게는 10 ± 4.0 중량%, 더욱 더 바람직하게는 10 ± 3.0 중량% , 최대 10 ± 2.0 중량%, 특히 10 ± 1.0 중량% 의 범위내인 것인 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 52

제48항 내지 제51항중 어느 한 항에 있어서, 모결정은 12 μm 이상, 바람직하게는 24 μm 이상, 보다 바람직하게는 36 μm 이상, 더욱 더 바람직하게는 48 μm 이상, 보다 더 바람직하게는 75 μm 이상, 보다 더 바람직하게는 100 μm 이상, 가장 바람직하게는 145 μm 이상, 특히 190 μm 이상의 평균입자 크기를 가지며, 상기 평균 입자 크기는 바람직하게는 기하 평균 직경(d_{gw})으로 표현되고, 바람직하게는 미국 농업 및 생물학 학회(ASABE), ANSI/ASAE S319. 2008년 2월 4일 "*체질(sieving)에 의한 사료 원료의 섬도 측정 및 표현 방법*" 에 따라 바람직하게 체 분석에 의해 측정되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 53

제48항 내지 제52항중 어느 한 항에 있어서, 모결정은 최대 190 μm , 바람직하게는 최대 145 μm , 보다 바람직하게는 최대 100 μm , 더욱 더 바람직하게는 최대 75 μm , 보다 더 바람직하게는 최대 48 μm , 더욱 더 바람직하게는 최대 36 μm , 가장 바람직하게는 최대 24 μm , 특히 최대 12 μm 의 평균입자 크기를 가지며, 상기 평균 입자 크기는 바람직하게는 기하 평균 직경(d_{gw})으로 표현되고, 바람직하게는 미국 농업 및 생물학 학회(ASABE), ANSI/ASAE S319. 2008년 2월 4일 "*체질에 의한 사료 원료의 섬도 측정 및 표현 방법*" 에 따라 바람직하게 체 분석에 의해 측정되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 54

제48항 내지 제53항중 어느 한 항에 있어서, 모결정은 12 ± 10 μm ; 바람직하게는 12 ± 8.0 μm , 보다 바람직하게는 12 ± 7.0 μm , 여전히 12 ± 6.0 μm , 더 바람직하게는 12 ± 5.0 μm , 더욱 12 ± 4.0 μm , 가장 바람직하게는 12 ± 3.0 μm 및 특히 12 ± 2.0 μm 범위 내에서 평균 입자 크기를 가지며, 상기 평균 입자 크기는 바람직하게는 기하 평균 직경(d_{gw})으로 표현되고, 바람직하게는 미국 농업 및 생물학 학회(ASABE), ANSI/ASAE S319. 2008년 2월 4일 "*체질에 의한 사료 원료의 섬도 측정 및 표현 방법*" 에 따라 바람직하게 체 분석에 의해 측정되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 55

제48항 내지 제54항중 어느 한 항에 있어서, 모결정은 36 ± 24 μm ; 바람직하게는 36 ± 18 μm , 더 바람직하게는 $36 \pm$

14 μ m, 더욱 더 바람직하게는 36 \pm 10 μ m, 더욱 더 바람직하게는 36 \pm 8.0 μ m, 더욱 더 바람직하게는 36 \pm 6.0 μ m, 대부분 36 \pm 4.0 μ m, 특히 36 \pm 2.0 μ m 범위 내의 평균 입자 크기를 가지며, 상기 평균 입자 크기는 바람직하게는 기하 평균 직경(d_{gw})으로 표현되고, 바람직하게는 미국 농업 및 생물학 학회(ASABE), ANSI/ASAE S319. 2008년 2월 4일 "체질에 의한 사료 원료의 섬도 측정 및 표현 방법"에 따라 바람직하게 체 분석에 의해 측정되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 56

제48항 내지 제55항중 어느 한 항에 있어서, 모결정은 190 \pm 178 μ m; 바람직하게는 190 \pm 154 μ m, 보다 바람직하게는 190 \pm 96 μ m, 여전히 190 \pm 48 μ m, 더 바람직하게는 190 \pm 24 μ m, 더욱 바람직하게는 190 \pm 12 μ m, 가장 바람직하게는 190 \pm 6.0 μ m, 특히 190 \pm 2.0 μ m의 범위 내에서 평균 입자 크기를 가지며, 상기 평균 입자 크기는 바람직하게는 기하 평균 직경(d_{gw})으로 표현되고, 바람직하게는 미국 농업 및 생물학 학회(ASABE), ANSI/ASAE S319. 2008년 2월 4일 "체질에 의한 사료 원료의 섬도 측정 및 표현 방법"에 따라 바람직하게 체 분석에 의해 측정되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 57

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 알룰로오스 조성물은 압출기에서 전단력을 받는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 58

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 알룰로오스 조성물은 증발 조건하에서 압출기에서 건조되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 59

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기는 수평 배열로 작동되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 60

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기는 3.0 \pm 2.5m, 더 바람직하게는 3.0 \pm 2.0m, 더욱 더 바람직하게는 3.0 \pm 1.5m, 보다 더 바람직하게는 3.0 \pm 1.0m, 더 더욱 바람직하게는 3.0 \pm 0.5m의 길이에 걸쳐 압출이 수행되는 압출 챔버를 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 61

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기는 승온하는 압출 온도에서 작업되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 62

제61항에 있어서, 단계 (d)에서 승온되는 압출 온도는 적어도 30 $^{\circ}$ C이고; 바람직하게는 적어도 31 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 32 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 33 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 34 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 35 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 36 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 37 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 38 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 39 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 40 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 41 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 42 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 43 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 44 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 45 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 46 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 47 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 48 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 49 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 50 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 51 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 52 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 53 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 54 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 55 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 56 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 57 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 58 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 59 $^{\circ}$ C, 바람직하게는 적어도 60 $^{\circ}$ C인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 63

제61항 또는 제62항에 있어서, 단계 (d)에서 승온된 압출 온도는 최대 80 $^{\circ}$ C; 바람직하게는 79 $^{\circ}$ C 이하, 바람직하게는 78 $^{\circ}$ C 이하, 바람직하게는 77 $^{\circ}$ C 이하, 바람직하게는 76 $^{\circ}$ C 이하, 바람직하게는 75 $^{\circ}$ C 이하, 바람직하게는 74

℃ 이하, 바람직하게는 73℃ 이하, 바람직하게는 72℃ 이하, 바람직하게는 71℃ 이하, 바람직하게는 70℃ 이하, 바람직하게는 69℃ 이하, 바람직하게는 68℃ 이하, 바람직하게는 67℃ 이하, 바람직하게는 66℃ 이하, 바람직하게는 최대 65℃, 바람직하게는 최대 64℃, 바람직하게는 최대 63℃, 바람직하게는 최대 62℃, 바람직하게는 최대 61℃, 바람직하게는 최대 60℃, 바람직하게는 최대 59℃, 바람직하게는 최대 58℃, 바람직하게는 최대 57℃, 바람직하게는 최대 56℃, 바람직하게는 최대 55℃, 바람직하게는 최대 54℃, 바람직하게는 최대 53℃, 바람직하게는 최대 52℃, 바람직하게는 최대 51℃, 바람직하게는 최대 50℃인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 64

제61항 내지 제63항 중의 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 상승된 압출 온도는 적어도 35℃; 바람직하게는 적어도 40℃, 보다 바람직하게는 적어도 43℃, 더욱 더 바람직하게는 적어도 46℃, 보다 더 바람직하게는 적어도 49℃, 보다 더 바람직하게는 적어도 52℃, 가장 바람직하게는 적어도 55℃, 특히 적어도 58℃인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 65

제61항 내지 제64항 중의 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 상승된 압출 온도는 최대 70℃; 바람직하게는 최대 65℃, 보다 바람직하게는 최대 60℃, 더욱 더 바람직하게는 최대 57℃, 보다 더 바람직하게는 최대 54℃, 훨씬 더 바람직하게는 최대 51℃, 가장 바람직하게는 최대 48℃, 특히 최대 45℃인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 66

제61항 내지 제65항 중의 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 상승된 압출 온도는 53 ± 20 °C; 바람직하게는 53 ± 15 °C, 보다 바람직하게는 53 ± 12 °C, 여전히 53 ± 10 °C, 더 바람직하게는 53 ± 8.0 °C, 더욱 53 ± 6.0 °C, 가장 바람직하게는 53 ± 4.0 °C 및 특히 53 ± 3.0 °C의 범위내인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 67

제61항 내지 제66항 중의 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 상승된 압출 온도는 50 내지 60℃ 범위 내이고, 여기서 50 내지 60℃ 범위 내의 온도를 갖는 액체 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 추가 열 공급을 가열 요소의 부가 없이 압출기에서 이송되며, 열 소실로 인해 압출기 출구에서의 조성물 온도는 압출기 입구에서의 온도보다 낮을 수 있는 반면, 압출기 출구에서의 조성물 온도는 또한 바람직하게는 50 ~ 60℃의 범위내인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 68

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 압출기는 압출 방향으로 온도 T1에서 작동되는 제1 온도 구역, 이어서 온도 T2에서 작동되는 제2 온도 구역을 포함하며, 여기에서 $T1 > T2 >$ 또는 $T2 > T1$ 인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 69

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 압출기는 압출 방향으로 온도 T1에서 작동되는 제1 온도 구역, 이어서 온도 T2에서 작동되는 제2 온도 구역, 압출 방향으로 온도 T3에서 작동되는 제3 온도 구역을 포함하며, 여기에서 $T1 > T2 > T3$ 또는 $T1 > T3 > T2$ 또는 $T2 > T1 > T3$ 또는 $T2 > T3 > T1$ 또는 $T3 > T1 > T2$ 또는 $T3 > T2 > T1$ 인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 70

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)는 알룰로오스를 함유하는 알룰로오스 조성물 및 물을 함유하는 기체상을 압출기에서 운반하는 것을 포함하고, 여기서 기체상은 대기압 미만으로 유지되는 가스 압력을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 71

제70항에 있어서, 상기 가스 압력은 최대 800mbar이고; 바람직하게는 최대 750 mbar, 바람직하게는 최대 700 mbar, 바람직하게는 최대 650 mbar, 바람직하게는 최대 600 mbar, 바람직하게는 최대 550 mbar, 바람직하게는 최대 500 mbar, 바람직하게는 최대 450 mbar, 바람직하게는 최대 400 mbar, 바람직하게는 최대 350 mbar, 바람직하게는 최대 300 mbar, 바람직하게는 최대 250 mbar, 바람직하게는 최대 200 mbar, 바람직하게는 최대 150 mbar, 바람직하게는 최대 100 mbar, 바람직하게는 최대 90 mbar, 바람직하게는 최대 80 mbar, 바람직하게는 최대 70 mbar, 바람직하게는 최대 60 mbar, 바람직하게는 최대 50 mbar, 바람직하게는 최대 40 mbar, 바람직하게는 최대 30 mbar, 바람직하게는 최대 20 mbar, 바람직하게는 최대 10 mbar인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 72

제70항 또는 제71항에 있어서, 가스 압력은 적어도 40mbar이고; 바람직하게는 적어도 60 mbar, 보다 바람직하게는 적어도 80 mbar, 더욱 더 바람직하게는 적어도 100 mbar, 보다 더 바람직하게는 적어도 120 mbar, 보다 더 바람직하게는 적어도 140 mbar, 가장 바람직하게는 적어도 160 mbar, 특히 적어도 180 mbar인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 73

제70항 내지 제72항 중 어느 한 항에 있어서, 가스 압력은 최대 260mbar이고; 바람직하게는 최대 230 mbar, 보다 바람직하게는 최대 200 mbar, 더욱 더 바람직하게는 최대 170 mbar, 보다 더 바람직하게는 최대 140 mbar, 훨씬 더 바람직하게는 최대 110 mbar, 가장 바람직하게는 최대 80 mbar, 특히 최대 50 mbar 인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 74

제70항 내지 제73항 중 어느 한 항에 있어서, 가스 압력은 450 ± 400 mbar; 바람직하게는 400 ± 350 mbar, 더 바람직하게는 350 ± 300 mbar, 더욱 더 바람직하게는 300 ± 250 mbar, 더욱 더 바람직하게는 250 ± 200 mbar, 더욱 더 바람직하게는 200 ± 150 mbar, 대부분 150 ± 100 mbar, 특히 125 ± 75 mbar의 범위내인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 75

제70항 내지 제74항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 기상의 적어도 일부가 알룰로오스 조성물로부터 분리되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 76

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)는 압출기에서 알룰로오스 조성물을 증가된 압력을 가하는 것을 포함하고;

상기 증가된 압력은 바람직하게는 적어도 1.5 bar, 바람직하게는 적어도 2.0 bar, 바람직하게는 적어도 2.5 bar, 바람직하게는 적어도 3.0 bar, 바람직하게는 적어도 3.5 bar, 바람직하게는 적어도 4.0 bar, 바람직하게는 적어도 4.5 bar, 바람직하게는 적어도 5.0 bar, 바람직하게는 적어도 6.0 bar, 바람직하게는 적어도 7.0 bar, 바람직하게는 적어도 8.0 bar, 바람직하게는 적어도 9.0 bar, 바람직하게는 적어도 10 bar인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 77

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)는 압축 상태의 알룰로오스 조성물을 기화 상태로 팽창시킴으로써 알룰로오스 조성물로부터 물을 증발시키는 것을 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 78

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 적어도 10초이고; 바람직하게는 적어도 20초, 바람직하게는 적어도 30초, 바람직하게는 적어도 40초, 바람직하게는 적어도 50초, 바람직하게는 적어도 60초, 바람직하게는 적어도 70초, 바람직하게는 적어도 80초, 바람직하게는 적어도 90초, 바람직하게는 적어도 100초, 바람직하게는 적어도 110초, 바람직하게는 적어도 120초인 것인, 제

품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 79

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 최대 1000초이고; 바람직하게는 최대 950초, 바람직하게는 최대 900초, 바람직하게는 최대 850초, 바람직하게는 최대 800초, 바람직하게는 최대 750초, 바람직하게는 최대 700초, 바람직하게는 최대 650초, 바람직하게는 최대 600초, 바람직하게는 최대 550초, 바람직하게는 최대 500초, 바람직하게는 최대 450초, 바람직하게는 최대 400초, 바람직하게는 최대 350초, 바람직하게는 최대 300초인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 80

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 적어도 2.0초이고; 바람직하게는 적어도 4.0초, 더 바람직하게는 적어도 6.0초, 더욱 더 바람직하게는 적어도 8.0초, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10초, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 15초, 가장 바람직하게는 적어도 30초, 특히 적어도 60초 인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 81

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 최대 1800초이고; 바람직하게는 최대 900초, 보다 바람직하게는 최대 600초, 더욱 더 바람직하게는 최대 540초, 보다 더 바람직하게는 최대 480초, 훨씬 더 바람직하게는 최대 420초, 가장 바람직하게는 최대 360초, 특히 최대 300초 인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 82

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기 내 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 320±240초 범위 내에 있고; 바람직하게는 160±120초, 더 바람직하게는 80±60초, 더욱 더 바람직하게는 40±30초, 더욱 더 바람직하게는 20±15초, 더욱 더 바람직하게는 10±7.5초, 대부분 7.5±5.0초, 특히 5.0±2.0초 범위내 인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 83

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기는 적어도 10Nm의 최대 토크에서 작동되고; 바람직하게는 적어도 20 Nm, 바람직하게는 적어도 30 Nm, 바람직하게는 적어도 40 Nm, 바람직하게는 적어도 50 Nm, 바람직하게는 적어도 60 Nm, 바람직하게는 적어도 70 Nm, 바람직하게는 적어도 80 Nm, 바람직하게는 적어도 90 Nm, 바람직하게는 최소 100Nm의 최대 토크에서 작동되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 84

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기는 최대 200 Nm의 최대 토크에서 작동되고; 바람직하게는 최대 190 Nm, 바람직하게는 최대 180 Nm, 바람직하게는 최대 170 Nm, 바람직하게는 최대 160 Nm, 바람직하게는 최대 150 Nm, 바람직하게는 최대 140 Nm, 바람직하게는 최대 120 Nm의 최대 토크에서 작동되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 85

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기는 적어도 5rpm의 회전 속도로 작동되고; 바람직하게는 적어도 10 rpm, 바람직하게는 적어도 15 rpm, 바람직하게는 적어도 20 rpm, 바람직하게는 적어도 25 rpm, 바람직하게는 적어도 30 rpm, 바람직하게는 적어도 35 rpm, 바람직하게는 적어도 40 rpm, 바람직하게는 적어도 50 rpm의 회전 속도로 작동되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 86

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (d)에서 압출기는 최대 200rpm의 회전 속도로 작동되고; 바람직하게는 최대 190 rpm, 바람직하게는 최대 180 rpm, 바람직하게는 최대 170 rpm, 바람직하게는 최대 160 rpm, 바람직하게는 최대 150 rpm, 바람직하게는 최대 140 rpm, 바람직하게는 최대 130 rpm, 바람직하게는 최대 120 rpm, 바람직하게는 최대 110rpm, 바람직하게는 최대 100rpm의 회전 속도로 작동되는 것인, 제품 알룰로오스 조

성물의 제조 방법.

청구항 87

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 제조 공정이 연속적으로 또는 반-연속적으로 작동되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 88

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여

- 알룰로오스, 과당 및 물의 총 중량 함량은 적어도 65중량%; 보다 바람직하게는 적어도 80중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 95중량%;
- 적어도 10중량%, 바람직하게는 적어도 15중량%, 보다 바람직하게는 적어도 20중량%의 물 함량; 그리고
- 50중량% 이상, 바람직하게는 적어도 65중량%, 보다 바람직하게는 적어도 70중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 75중량%의 알룰로오스 함량; ; 그리고
- 최대 10중량%, 바람직하게는 최대 7.0중량%의 과당 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 89

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (b)는

- 최소 30℃, 램직하게는 적어도 40℃, 보다 바람직하게는 적어도 50℃의 고온에서 물 증발;
- 최대 400 mbar, 바람직하게는 최대 300 mbar, 보다 바람직하게는 최대 200 mbar의 감압에서 물 증을 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 90

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여

- 65중량% 이상, 바람직하게는 적어도 80중량%, 보다 바람직하게는 적어도 95중량% 의 알룰로오스, 과당 및 물의 총 중량 함량;
- 최대 20 중량%, 바람직하게는 최대 15 중량%, 보다 바람직하게는 최대 10 중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 5.0 중량%의 수분 함량;
- 50중량% 이상, 바람직하게는 적어도 65중량%, 보다 바람직하게는 적어도 70중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 75중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 80중량% 의 알룰로오스 함량; 그리고
- 최대 10중량%, 바람직하게는 최대 7.0중량의 과당 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 91

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 여기서 단계 (d)는

- 최소 30° C, 바람직하게는 적어도 40℃, 보다 바람직하게는 적어도 50℃의 높은 압출 온도에서 압출기를 작동하는단계;
- 최대 59° C, 바람직하게는 최대 57℃, 보다 바람직하게는 최대 55℃의 상승된 압출 온도에서 압출기를 작동하는 단계; 그리고
- 최대 900초, 바람직하게는 최대 600초, 보다 바람직하게는 최대 300초의 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간을 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 92

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e)의 압출기로부터 수득된 제품 알룰로오스 조성물은 알룰로오

스 조성물의 총 중량에 대해

- 65중량% 이상, 바람직하게는 적어도 80중량%, 보다 바람직하게는 적어도 95중량%의 알룰로오스, 과당 및 물의 총 중량 함량;
- 최대 5.0중량%, 바람직하게는 최대 2.5중량%, 보다 바람직하게는 최대 1.0중량%의 물 함량;
- 50중량% 이상, 바람직하게는 적어도 80중량%, 보다 바람직하게는 적어도 90중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 95중량%의 알룰로오스 함량; 그리고
- 최대 10중량%, 바람직하게는 최대 7.0중량%의 과당 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 93

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서,

- 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 수분 함량이 10중량% 이상, 바람직하게는 15중량% 이상, 보다 바람직하게는 20중량% 이상이고;
- 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 수분 함량이 최대 20중량%, 바람직하게는 최대 15중량%, 보다 바람직하게는 최대 10중량%, 더욱 바람직하게는 최대 5.0중량%를 가지며; 그리고
- 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 단계 (e)에서 압출기로부터 얻은 생성물 알룰로오스 조성물은 수분 함량이 최대 5.0중량%, 바람직하게는 최대 2.5중량%, 보다 바람직하게는 최대 1.0중량%를 가지며; 그리고
- 여기서 단계 (d)는 적어도 30℃, 바람직하게는 적어도 40℃, 보다 바람직하게는 적어도 50℃의 상승된 압출 온도에서 압출기를 작동시키는 것을 포함하고; - 단계 (d)는 최대 59℃, 바람직하게는 최대 57℃, 보다 바람직하게는 최대 55℃의 상승된 압출 온도에서 압출기를 작동시키는 것을 포함하고; 그리고
- 단계 (d)는 최대 900초, 바람직하게는 최대 600초, 보다 바람직하게는 최대 300초의 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간을 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 94

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서,

- 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 수분 함량이 10중량% 이상, 바람직하게는 15중량% 이상, 보다 바람직하게는 20중량% 이상이고;
- 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 수분 함량이 최대 20중량%, 바람직하게는 최대 15중량%, 보다 바람직하게는 최대 10중량%, 더욱 바람직하게는 최대 5.0중량%이고;
- 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 단계 (e)에서 압출기로부터 얻은 생성물 알룰로오스 조성물은 수분 함량이 최대 5.0중량%, 바람직하게는 최대 2.5중량%, 보다 바람직하게는 최대 1.0중량%이고;
- 단계 (c)는 모결정을 바람직하게는 최대 20중량%, 보다 바람직하게는 최대 15중량%의 양으로 압출기에 공급하는 것을 포함하고; 그리고
- 단계 (d)는 적어도 30℃, 바람직하게는 적어도 40℃, 보다 바람직하게는 적어도 50℃의 상승된 압출 온도에서 압출기를 작동시키는 것을 포함하고;
- 단계 (d)는 최대 59℃, 바람직하게는 최대 57℃, 보다 바람직하게는 최대 55℃의 상승된 압출 온도에서 압출기를 작동시키는 것을 포함하고;
- 단계 (d)는 최대 900초, 바람직하게는 최대 600초, 보다 바람직하게는 최대 300초의 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간을 포함하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 95

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e)의 압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물은 (i) 고체 알룰로오스 조성물, (ii) 알룰로오스 현탁액, (iii) 과포화 알룰로오스 용액 또는 (iv) 알룰로오스 용융물의 형태

로 존재하는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 96

제95항에 있어서, 제품 생성물 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 알룰로오스 현탁액은 적어도 51 중량%, 바람직하게는 적어도 55 중량%의 물 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 97

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e)의 압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물은 액체, 반고체 또는 페이스트상인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 98

제97항에 있어서, 단계 (e)의 압출기로부터 수득된 액체, 반고체 또는 페이스트상 조성물의 알룰로오스 함량은 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량보다 높은 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 99

제97항 또는 제98항에 있어서, 단계 (e)의 압출기로부터 얻은 액체, 반고체 또는 페이스트상 조성물의 수분 함량은 단계 (c)의 압출기에 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량보다 낮은 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 100

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 제품 알룰로오스 조성물은 완전히 고화되고, 바람직하게는 압출기로부터 얻어진 후에 침전 및/또는 결정화되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 101

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 제품 알룰로오스 조성물은 최대 76시간, 바람직하게는 최대 24시간, 보다 바람직하게는 최대 12시간, 더욱 더 바람직하게는 최대 60분, 보다 더 바람직하게는 최대 40분, 훨씬 더 바람직하게는 최대 20분, 가장 바람직하게는 최대 15분, 특히 최대 10분의 시간 내에 완전히 고화되고, 바람직하게는 침전 및/또는 결정화되는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 102

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 0.05중량% 이상, 바람직하게는 적어도 0.10 중량 %, 바람직하게는 적어도 0.15 중량 %, 바람직하게는 적어도 0.20 중량 %, 바람직하게는 적어도 0.25 중량 %, 바람직하게는 적어도 0.30 중량 %, 바람직하게는 적어도 0.35 중량 %, 바람직하게는 적어도 0.40중량%, 바람직하게는 적어도 0.45중량%, 바람직하게는 적어도 0.50중량%의 잔류 수분 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 103

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 최대 2.5중량%, 바람직하게는 최대 2.4 중량%, 바람직하게는 최대 2.3 중량%, 바람직하게는 최대 2.2 중량%, 바람직하게는 최대 2.1 중량%, 바람직하게는 최대 2.0 중량%, 바람직하게는 최대 1.9 중량 %, 바람직하게는 최대 1.8 중량%, 바람직하게는 최대 1.7 중량 %, 바람직하게는 최대 1.6 중량 %, 바람직하게는 최대 1.5 중량 %, 바람직하게는 최대 1.4 중량 %, 바람직하게는 최대 최대 1.3 중량 %, 바람직하게는 최대 1.2 중량 %, 바람직하게는 최대 1.1 중량 %, 바람직하게는 최대 1.0 중량 %, 바람직하게는 최대 0.9 중량 %, 바람직하게는 최대 0.8 중량 %, 바람직하게는 최대 0.7중량%, 바람직하게는 최대 0.6중량%, 바람직하게는 최대 0.5중량%의 잔류 수분 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 104

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 적어도 0.1 중량%, 바람직하게는 적어도 0.2 중량%, 보다 바람직하게는 적어도 0.3 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 0.4 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 0.5 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 0.75 중량%, 가장 바람직하게는 1.0중량% 이상, 특히 1.5중량% 이상의 잔류 수분 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 105

상기 청구항 들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해, 최대 3.5중량%, 바람직하게는 최대 3.0중량%, 보다 바람직하게는 최대 2.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 2.0중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 1.5중량%, 훨씬 더 바람직하게는 최대 1.0중량% %, 가장 바람직하게는 최대 0.75중량%, 특히 최대 0.5중량%의 잔류 수분 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 106

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 여기서 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 대해, 2.0 ± 1.5 중량%, 바람직하게는 1.5 ± 1.0 중량%, 더욱 바람직하게는 1.0 ± 0.75 중량%, 더욱 더 바람직하게는 0.75 ± 0.5 중량%, 더욱 더 바람직하게는 0.5 ± 0.4 중량%, 더욱 더 바람직하게는 0.5 ± 0.3 중량%, 최대 0.5 ± 0.2 중량%, 특히 0.5 ± 0.1 중량%의 범위 내의 잔류 수분 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 107

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해, 적어도 70중량%, 바람직하게는 적어도 71 중량 %, 바람직하게는 적어도 72 중량 %, 바람직하게는 적어도 73 중량 %, 바람직하게는 적어도 74 중량 %, 바람직하게는 적어도 75 중량 %, 바람직하게는 적어도 76 중량 %, 또는 적어도 77 중량 %, 바람직하게는 적어도 78 중량 %, 바람직하게는 적어도 79 중량 %, 바람직하게는 적어도 80 중량 %, 바람직하게는 적어도 81 중량 %, 바람직하게는 적어도 적어도 82 중량 %, 바람직하게는 적어도 83 중량 %, 바람직하게는 적어도 84 중량 %, 바람직하게는 적어도 85 중량 %, 바람직하게는 적어도 86 중량 %, 바람직하게는 적어도 87 중량 %, 바람직하게는 적어도 88 중량 %, 바람직하게는 적어도 89 중량 %, 바람직하게는 적어도 90 중량 %, 바람직하게는 적어도 91 중량 %, 바람직하게는 적어도 92 중량 %, 바람직하게는 적어도 93 중량 %, 바람직하게는 적어도 94 중량 %, 바람직하게는 적어도 95 중량 %, 바람직하게는 적어도 96 중량 %, 바람직하게는 적어도 97 중량 %, 바람직하게는 적어도 98 중량 %, 바람직하게는 적어도 99중량%의 알룰로스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 108

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로스 조성물의 총 중량에 대해, 최대 99.5중량%, 바람직하게는 최대 99.0 중량%, 바람직하게는 최대 98.5 중량%, 바람직하게는 최대 98.0 중량%, 바람직하게는 최대 97.5 중량%, 바람직하게는 최대 97.0 중량%, 바람직하게는 최대 96.5 중량 %, 바람직하게는 최대 96.0중량%, 바람직하게는 최대 95.5중량%, 바람직하게는 최대 95.0중량%의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 109

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로스 조성물의 총 중량에 대하여, 적어도 0.05중량%, 바람직하게는 적어도 0.10 중량%, 바람직하게는 적어도 0.15 중량%, 바람직하게는 적어도 0.20 중량%, 바람직하게는 적어도 0.25중량%, 바람직하게는 적어도 0.30중량%, 바람직하게는 적어

도 0.35 중량%, 바람직하게는 적어도 0.40중량%, 바람직하게는 적어도 0.45중량%, 바람직하게는 적어도 0.50중량%의 과당 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 110

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 10중량%, 바람직하게는 최대 9.0 중량%, 바람직하게는 최대 8.0 중량%, 바람직하게는 최대 7.0 중량%, 바람직하게는 최대 6.0 중량%, 바람직하게는 최대 5.0 중량%, 바람직하게는 최대 4.0 중량%, 바람직하게는 최대 3.0중량%, 바람직하게는 최대 2.0중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%의 과당 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 111

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 적어도 1%, 바람직하게는 적어도 2%, 바람직하게는 적어도 3%, 바람직하게는 적어도 4%, 바람직하게는 적어도 5%, 바람직하게는 적어도 6%, 바람직하게는 적어도 7%, 바람직하게는 적어도 8%, 바람직하게는 적어도 9%, 바람직하게는 최소 10%의 결정화도를 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 112

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 최대 90%, 바람직하게는 최대 80%, 바람직하게는 최대 70%, 바람직하게는 최대 60%, 바람직하게는 최대 50%, 바람직하게는 최대 40%, 바람직하게는 최대 30%, 바람직하게는 최대 20%, 바람직하게는 최대 15%, 바람직하게는 최대 10%, 바람직하게는 최대 7.5%, 바람직하게는 최대 5%, 바람직하게는 최대 2.5%, 바람직하게는 최대 1%의 결정화도를 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 113

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 본질적으로 무정형인 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 114

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대해, 적어도 2.0 중량%, 바람직하게는 적어도 4.0 중량%, 바람직하게는 적어도 6.0 중량%, 바람직하게는 적어도 8.0 중량%, 바람직하게는 적어도 10 중량%, 바람직하게는 적어도 12 중량%, 바람직하게는 적어도 14 중량%, 바람직하게는 적어도 16 중량%, 바람직하게는 적어도 18 중량%, 바람직하게는 적어도 20 중량%, 바람직하게는 적어도 22 중량%, 바람직하게는 적어도 24 중량%, 바람직하게는 적어도 적어도 26 중량%, 바람직하게는 적어도 28 중량%, 바람직하게는 적어도 30 중량%, 바람직하게는 적어도 32 중량%, 바람직하게는 적어도 34 중량%, 바람직하게는 적어도 36 중량%, 바람직하게는 적어도 38중량%의 α -과당 형태의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 115

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 생성물 알룰로스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로스 조성물에 함유된 알룰로스의 총 함량에 대해, 최대 95중량%, 바람직하게는 최대 90중량%, 바람직하게는 최대 85중량%, 바람직하게는 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 75중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 바람직하게는 최대 65중량%, 바람직하게는 최대 60중량%, 바람직하게는 최대 55중량%, 바람직하게는 최대 50중량%, 바람직하게는 최대 45중량%, 바람직하게는 최대 40중량%의 α -과당 형태의 알룰로스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 116

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대해, 적어도 1.0 중량%, 바람직하게는 적어도 2.0 중량%, 바람직하게는 적어도 3.0 중량%, 바람직하게는 적어도 4.0 중량%, 바람직하게는 적어도 5.0 중량%, 바람직하게는 적어도 6.0 중량%, 바람직하게는 적어도 7.0 중량%, 바람직하게는 적어도 8.0 중량 %, 바람직하게는 적어도 9.0 중량 %, 바람직하게는 적어도 10 중량 %, 바람직하게는 적어도 11 중량 %, 바람직하게는 적어도 12 중량 %, 바람직하게는 적어도 13중량% 이상, 바람직하게는 14중량% 이상의 β -과당 형태의 알룰로스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 117

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 생성물 알룰로스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로스 조성물에 함유된 알룰로스의 총 함량에 대해, 최대 95중량%, 바람직하게는 최대 90중량%, 바람직하게는 최대 85중량%, 바람직하게는 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 75중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 바람직하게는 최대 65중량%, 바람직하게는 최대 60중량%, 바람직하게는 최대 55중량%, 바람직하게는 최대 50중량%, 바람직하게는 최대 45중량 %, 바람직하게는 최대 40중량%, 바람직하게는 최대 35중량%, 바람직하게는 최대 30중량%, 바람직하게는 최대 25 중량%, 바람직하게는 최대 20중량%, 바람직하게는 최대 15중량%의 β -과당 형태의 알룰로스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 118

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득 된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우에 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 적어도 2.0 중량%, 바람직하게는 4.0 중량%, 바람직하게는 6.0 중량%, 바람직하게는 8.0 중량%, 바람직하게는 10 중량%, 바람직하게는 12중량%, 바람직하게는 14 중량%, 바람직하게는 16 중량%, 바람직하게는 18 중량%, 바람직하게는 20중량%, 바람직하게는 22중량%의 α -과당 형태로 알룰로오스의 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 119

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득 된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 포함되는 알룰로오스 총 함량에 대하여, 최대 95중량 %, 바람직하게는 최대 90 중량 %, 바람직하게는 최대 85 중량 %, 바람직하게는 최대 80중량 %, 바람직하게는 최대 75 중량 %, 바람직하게는 최대 70 중량 %, 바람직하게는 최대 65중량 %, 바람직하게는 최대 60 중량 %, 바람직하게는 최대 55 중량 %, 바람직하게는 최대 50 중량 %, 바람직하게는 최대 45 중량 %, 바람직하게는 최대 40 중량 %, 바람직하게는 최대 35 중량 %, 바람직하게는 최대 30 중량 %, 바람직하게는 최대 25중량 %의 α -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 120

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 적어도 2.0 중량%, 바람직하게는 적어도 4.0 중량 %, 바람직하게는 적어도 6.0 중량 %, 바람직하게는 적어도 8.0중량 %, 바람직하게는 적어도 10 중량 %, 바람직하게는 적어도 12 중량 %, 바람직하게는 적어도 14 중량 %, 바람직하게는 적어도 16 중량%, 바람직하게는 적어도 18 중량%, 바람직하게는 적어도 20 중량%, 바람직하게는 적어도 22 중량%, 바람직하게는 적어도 24 중량%의 β -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 121

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 여기서 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 최대 99중량%, 바람직하게는 최대 95중량%, 바람직하게는 최

대 90중량%, 바람직하게는 최대 85중량%, 바람직하게는 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 75중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 바람직하게는 최대 65중량%, 바람직하게는 최대 60중량%, 바람직하게는 최대 55중량%, 바람직하게는 최대 50중량%, 바람직하게는 최대 45중량%, 바람직하게는 최대 40중량%, 바람직하게는 최대 35중량%, 바람직하게는 최대 30중량%, 바람직하게는 최대 25중량%의 β -피라노스 형태의 알룰로스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 122

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대해, 적어도 0.01 중량%, 바람직하게는 적어도 0.05중량%, 바람직하게는 적어도 0.10중량%, 바람직하게는 적어도 0.15중량%의 개방 케토 형태의 알룰로오스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 123

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 기서 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 최대 5.0 중량%, 바람직하게는 최대 4.5 중량%, 바람직하게는 최대 4.0 중량%, 바람직하게는 최대 3.5 중량%, 바람직하게는 최대 3.0 중량%, 바람직하게는 최대 2.5 중량%, 바람직하게는 최대 2.0 중량%, 바람직하게는 최대 1.5중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%, 바람직하게는 최대 0.5중량%의 개방 케토 형태의 알룰로스 함량을 갖는 것인, 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법.

청구항 124

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음의 평균 입자 크기를 갖는 분말인, 제조 방법:

- 최대 900 μm , 바람직하게는 최대 800 μm , 바람직하게는 최대 700 μm , 바람직하게는 최대 600 μm , 바람직하게는 최대 500 μm , 바람직하게는 최대 400 μm , 바람직하게는 최대 300 μm , 바람직하게는 최대 200 μm , 바람직하게는 최대 100 μm , 바람직하게는 최대 90 μm , 바람직하게는 최대 80 μm , 바람직하게는 최대 70 μm , 바람직하게는 최대 60 μm , 바람직하게는 최대 50 μm , 바람직하게는 최대 40 μm , 바람직하게는 최대 30 μm , 바람직하게는 최대 20 μm , 바람직하게는 최대 10 μm ; 및/또는
- 적어도 10 μm , 바람직하게는 적어도 20 μm , 바람직하게는 적어도 30 μm , 바람직하게는 적어도 40 μm , 바람직하게는 적어도 50 μm , 바람직하게는 적어도 60 μm , 바람직하게는 적어도 70 μm , 바람직하게는 적어도 80 μm , 바람직하게는 적어도 90 μm , 바람직하게는 적어도 100 μm , 바람직하게는 적어도 200 μm , 바람직하게는 적어도 300 μm , 바람직하게는 적어도 400 μm , 바람직하게는 적어도 500 μm , 바람직하게는 적어도 600 μm , 바람직하게는 적어도 700 μm , 바람직하게는 적어도 800 μm , 바람직하게는 적어도 900 μm ; 및/또는
- 10 μm ($\pm 50\%$), 20 μm ($\pm 50\%$), 30 μm ($\pm 50\%$), 40 μm ($\pm 50\%$), 50 μm ($\pm 50\%$), 60 μm ($\pm 50\%$), 70 μm ($\pm 50\%$), 80 μm ($\pm 50\%$), 90 μm ($\pm 50\%$), 100 μm ($\pm 50\%$), 150 μm ($\pm 50\%$), 200 μm ($\pm 50\%$), 250 μm ($\pm 50\%$), 300 μm ($\pm 50\%$), 350 μm ($\pm 50\%$), 400 μm ($\pm 50\%$), 450 μm ($\pm 50\%$), 500 μm ($\pm 50\%$), 600 μm ($\pm 50\%$), 700 μm ($\pm 50\%$), 800 μm ($\pm 50\%$), 또는 900 μm ($\pm 50\%$)의 범위 내.

청구항 125

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음의 D10 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는 분말인, 제조 방법:

- 최대 1800 μm , 바람직하게는 최대 1700 μm , 바람직하게는 최대 1600 μm , 바람직하게는 최대 1500 μm , 바람직하게는 최대 1400 μm , 바람직하게는 최대 1300 μm , 바람직하게는 최대 1200 μm , 바람직하게는 최대 1100 μm , 바람직하게는 최대 1000 μm , 바람직하게는 최대 900 μm , 바람직하게는 최대 800 μm , 바람직하게는 최대 700 μm , 바람직하게는 최대 600 μm , 바람직하게는 최대 500 μm , 바람직하게는 최대 400 μm , 바람직하게는 최대 300 μm , 바람직하게는 최대 200 μm , 바람직하게는 최대 100 μm , 바람직하게는 최대 90 μm , 바람직하게는 최대 80 μm , 바람직하게는 최대 70 μm , 바람직하게는 최대 60 μm , 바람직하게는 최대 50 μm , 바람직하게

μm, 바람직하게는 적어도 90 μm, 바람직하게는 적어도 100 μm, 바람직하게는 적어도 200 μm, 바람직하게는 적어도 300 μm, 바람직하게는 적어도 400 μm, 바람직하게는 적어도 500 μm, 바람직하게는 적어도 600 μm, 바람직하게는 적어도 700 μm, 바람직하게는 적어도 800 μm, 바람직하게는 적어도 900 μm; 및/또는

-10 μm (±50%), 20 μm (±50%), 30 μm (±50%), 40 μm (±50%), 50 μm (±50%), 60 μm (±50%), 70 μm (±50%), 80 μm (±50%), 90 μm (±50%), 100 μm (±50%), 150 μm (±50%), 200 μm (±50%), 250 μm (±50%), 300 μm (±50%), 350 μm (±50%), 400 μm (±50%), 450 μm (±50%), 500 μm (±50%), 600 μm (±50%), 700 μm (±50%), 800 μm (±50%), 또는 900 μm (±50%)의 범위내.

청구항 128

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 300 μm 내지 1.5 mm 범위의 평균 입자 크기를 갖는 분말이고 다음의 평균 입자 크기를 갖는, 제조 방법:

-최대 1500 μm, 바람직하게는 최대 1400 μm, 바람직하게는 최대 1300 μm, 바람직하게는 최대 1200 μm, 바람직하게는 최대 1100 μm, 바람직하게는 최대 1000 μm, 바람직하게는 최대 900 μm, 바람직하게는 최대 800 μm, 바람직하게는 최대 700 μm, 바람직하게는 최대 600 μm, 바람직하게는 최대 500 μm, 바람직하게는 최대 400 μm, 바람직하게는 최대 300 μm; 및/또는

-적어도 300 μm, 바람직하게는 적어도 400 μm, 바람직하게는 적어도 500 μm, 바람직하게는 적어도 600 μm, 바람직하게는 적어도 700 μm, 바람직하게는 적어도 800 μm, 바람직하게는 적어도 900 μm, 바람직하게는 적어도 1000 μm, 바람직하게는 적어도 1100 μm, 바람직하게는 적어도 1200 μm, 바람직하게는 적어도 1300 μm, 바람직하게는 적어도 1400 μm, 바람직하게는 적어도 1500 μm; 및/또는

- 300 μm (±50%), 350 μm (±50%), 400 μm (±50%), 450 μm (±50%), 500 μm (±50%), 600 μm (±50%), 700 μm (±50%), 800 μm (±50%), 900 μm (±50%), 1000 μm (±50%), 1100 μm (±50%), 1200 μm (±50%), 1300 μm (±50%), 1400 μm (±50%), 또는 1500 μm (±50%)의 범위 내.

청구항 129

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음의 D10 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는 분말인, 제조 방법:

-최대 3000 μm, 바람직하게는 최대 2500 μm, 바람직하게는 최대 2400 μm, 바람직하게는 최대 2300 μm, 바람직하게는 최대 2200 μm, 바람직하게는 최대 2100 μm, 바람직하게는 최대 2000 μm, 바람직하게는 최대 1900 μm, 바람직하게는 최대 1800 μm, 바람직하게는 최대 1700 μm, 바람직하게는 최대 1600 μm, 바람직하게는 최대 1500 μm, 바람직하게는 최대 1400 μm, 바람직하게는 최대 1300 μm, 바람직하게는 최대 1200 μm, 바람직하게는 최대 1100 μm, 바람직하게는 최대 1000 μm, 바람직하게는 최대 900 μm, 바람직하게는 최대 800 μm, 바람직하게는 최대 700 μm, 바람직하게는 최대 600 μm, 바람직하게는 최대 500 μm, 바람직하게는 최대 400 μm, 바람직하게는 최대 300 μm, 바람직하게는 최대 200 μm, 바람직하게는 최대 100 μm; 및/또는

-적어도 100 μm, 바람직하게는 적어도 200 μm, 바람직하게는 적어도 300 μm, 바람직하게는 적어도 400 μm, 바람직하게는 적어도 500 μm, 바람직하게는 적어도 600 μm, 바람직하게는 적어도 700 μm, 바람직하게는 적어도 800 μm, 바람직하게는 적어도 900 μm, 바람직하게는 적어도 1000 μm, 바람직하게는 적어도 1100 μm, 바람직하게는 적어도 1200 μm, 바람직하게는 적어도 1300 μm, 바람직하게는 적어도 1400 μm, 바람직하게는 적어도 1500 μm, 바람직하게는 적어도 1600 μm, 바람직하게는 적어도 1700 μm, 바람직하게는 적어도 1800 μm, 바람직하게는 적어도 1900 μm, 바람직하게는 적어도 2000 μm, 바람직하게는 적어도 2100 μm, 바람직하게는 적어도 2200 μm, 바람직하게는 적어도 2300 μm, 바람직하게는 적어도 2400 μm, 바람직하게는 적어도 2500 μm, 바람직하게는 적어도 3000 μm; 및/또는

-100 μm (±50%), 150 μm (±50%), 200 μm (±50%), 250 μm (±50%), 300 μm (±50%), 350 μm (±50%), 400 μm (±50%), 450 μm (±50%), 500 μm (±50%), 600 μm (±50%), 700 μm (±50%), 800 μm (±50%), 900 μm (±50%), 1000 μm (±50%), 1100 μm (±50%), 1200 μm (±50%), 1300 μm (±50%), 1400 μm (±50%), 1500 μm (±50%), 1600 μm (±50%), 1700 μm (±50%), 1800 μm (±50%), 1900 μm (±50%), 2000 μm (±50%), 2100 μm (±50%), 2200 μm (±50%), 2300 μm (±50%), 2400 μm (±50%), 2500 μm (±50%), 또

는 3000 μm ($\pm 50\%$)의 범위 내.

청구항 130

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음의 D50 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는 분말인, 제조 방법:

- 최대 1800 μm , 바람직하게는 최대 1700 μm , 바람직하게는 최대 1600 μm , 바람직하게는 최대 1500 μm , 바람직하게는 최대 1400 μm , 바람직하게는 최대 1300 μm , 바람직하게는 최대 1200 μm , 바람직하게는 최대 1100 μm , 바람직하게는 최대 1000 μm , 바람직하게는 최대 900 μm , 바람직하게는 최대 800 μm , 바람직하게는 최대 700 μm , 바람직하게는 최대 600 μm , 바람직하게는 최대 500 μm , 바람직하게는 최대 400 μm , 바람직하게는 최대 300 μm , 바람직하게는 최대 200 μm ; 및/또는

-적어도 200 μm , 바람직하게는 적어도 300 μm , 바람직하게는 적어도 400 μm , 바람직하게는 적어도 500 μm , 바람직하게는 적어도 600 μm , 바람직하게는 적어도 700 μm , 바람직하게는 적어도 800 μm , 바람직하게는 적어도 900 μm , 바람직하게는 적어도 1000 μm , 바람직하게는 적어도 1100 μm , 바람직하게는 적어도 1200 μm , 바람직하게는 적어도 1300 μm , 바람직하게는 적어도 1400 μm , 바람직하게는 적어도 1500 μm , 바람직하게는 적어도 1600 μm , 바람직하게는 적어도 1700 μm , 바람직하게는 적어도 1800 μm ; 및/또는

-200 μm ($\pm 50\%$), 250 μm ($\pm 50\%$), 300 μm ($\pm 50\%$), 350 μm ($\pm 50\%$), 400 μm ($\pm 50\%$), 450 μm ($\pm 50\%$), 500 μm ($\pm 50\%$), 600 μm ($\pm 50\%$), 700 μm ($\pm 50\%$), 800 μm ($\pm 50\%$), 900 μm ($\pm 50\%$), 1000 μm ($\pm 50\%$), 1100 μm ($\pm 50\%$), 1200 μm ($\pm 50\%$), 1300 μm ($\pm 50\%$), 1400 μm ($\pm 50\%$), 1500 μm ($\pm 50\%$), 1600 μm ($\pm 50\%$), 1700 μm ($\pm 50\%$), 또는 1800 μm ($\pm 50\%$)의 범위 내.

청구항 131

상기 청구항들 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득된 제품 알룰로오 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음의 D90 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는 분말인, 제조 방법:

-최대 1500 μm , 바람직하게는 최대 1400 μm , 바람직하게는 최대 1300 μm , 바람직하게는 최대 1200 μm , 바람직하게는 최대 1100 μm , 바람직하게는 최대 1000 μm , 바람직하게는 최대 900 μm , 바람직하게는 최대 800 μm , 바람직하게는 최대 700 μm , 바람직하게는 최대 600 μm , 바람직하게는 최대 500 μm , 바람직하게는 최대 400 μm , 바람직하게는 최대 300 μm ; 및/또는

-적어도 300 μm , 바람직하게는 적어도 400 μm , 바람직하게는 적어도 500 μm , 바람직하게는 적어도 600 μm , 바람직하게는 적어도 700 μm , 바람직하게는 적어도 800 μm , 바람직하게는 적어도 900 μm , 바람직하게는 적어도 1000 μm , 바람직하게는 적어도 1100 μm , 바람직하게는 적어도 1200 μm , 바람직하게는 적어도 1300 μm , 바람직하게는 적어도 1400 μm , 바람직하게는 적어도 1500 μm ; 및/또는

-300 μm ($\pm 50\%$), 350 μm ($\pm 50\%$), 400 μm ($\pm 50\%$), 450 μm ($\pm 50\%$), 500 μm ($\pm 50\%$), 600 μm ($\pm 50\%$), 700 μm ($\pm 50\%$), 800 μm ($\pm 50\%$), 900 μm ($\pm 50\%$), 1000 μm ($\pm 50\%$), 1100 μm ($\pm 50\%$), 1200 μm ($\pm 50\%$), 1300 μm ($\pm 50\%$), 1400 μm ($\pm 50\%$), 또는 1500 μm ($\pm 50\%$)의 범위 내.

청구항 132

다음은 가지는 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물:

(i)제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 적어도 0.05 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 5.0 중량%, 더욱 바람직하게는 최대 2.5 중량%의 잔부 물 함량; 및/또는

(ii)제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 적어도 70 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 99.5 중량%, 더욱 바람직하게는 95 내지 96 중량%의 알룰로오스 함량; 및/또는

(iii) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대해 적어도 0.05 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 10 중량%의 과당 함량; 및/또는

(iv)적어도 1% 및/또는 바람직하게는 최대 90%의 결정화도; 및/또는

(v)제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스 총 함량에 대해 적어도 2.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 최대 95 중량%의, α -D-푸라노오스 형태의 알룰로오스 함량; 및/또는

- (vi)제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스 총 함량에 대해 적어도 1.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 최대 95 중량%의, β -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량; 및/또는
- (vii) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스 총 함량에 대해 적어도 2.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 95 중량%의, α -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량; 및/또는
- (viii) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스 총 함량에 대해 적어도 2.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 99 중량%의, β -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량; 및/또는
- (ix)제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스 총 함량에 대해, 적어도 0.01 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 5.0 중량%의, 개방 케토 형태의 알룰로오스 함량; 및/또는
- (x)최대 900 μm 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μm 의 평균 입자 크기; 및/또는
- (xi)최대 1800 μm 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μm 의 D10 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포; 및/또는
- (xii) 최대 1300 μm 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μm 의 D50값을 특징으로 하는 입자 크기 분포; 및/또는
- (xiii)최대 900 μm 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μm 의 D90 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포.

청구항 133

제132항에 있어서, 제1항 내지 제131항 중 어느 한 항에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는, 조성물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 2020년 9월 7일 출원된 유럽특허출원 제20 194 769.4호가 우선권으로 주장된다.

[0002] 본 발명은 (a) 물에 용해된 알룰로오스를 포함하는 액체 알룰로오스 조성물을 제공하는 단계; (b) 임의로 액상 알룰로오스 조성물을 승온, 바람직하게는 증발 조건 하에서 가열하여 알룰로오스 조성물의 함수량을 감소시키는 단계; (c) 알룰로오스 조성물을 압출기로 공급하는 단계; (d) 압출기에서 알룰로오스 조성물을 압출하는 단계; (e) 압출기로부터 제품 알룰로오스 조성물을 얻는 단계; (f) 임의로 제품 알룰로오스 조성물을 고형화시키는 단계; 및 (g) 임의로 제품 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후건조하는 단계를 포함하는 제품 알룰로오스 조성물의 제조를 위한 방법에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 본 발명에 따른 방법에 의해 제조될 수 있는 고형 알룰로오스 조성물 및 이의 용도에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 알룰로오스 시럽을 제조하는 다양한 방법들이 종래 기술로서 서술되어 왔다. 그러나, 이들 알룰로오스 시럽은 수분함량으로 인하여 수송비가 상당히 많이 들었다. 전체 중량을 줄이기 위하여 이들 시럽에서의 알룰로오스의 농도를 최대로 하기 위한 시도가 있어왔다. 그러나, 알룰로오스의 물에 대한 용해도가 제한적이기 때문에 그러한 고농축 알룰로오스 시럽은 자발적인 결정화 경향이 있어 시럽의 가공을 방해하여 저장 안정성 및 저장 수명이 제한된다. 또한, 액체 알룰로오스 조성물은 제품 알룰로오스 조성물(product allulose composition), 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물보다 오염 및 화학적 및 생물학적 분해에 더 취약하다.

[0004] 수용액으로부터 결정화에 의해 결정질 알룰로오스를 제조하는 다양한 방법이 또한 종래 기술에 기재되어 있다. 다른 탄수화물 및 단당류에 비하여 알룰로오스는 결정화하기가 매우 어렵다. 수용액으로부터 결정화에 의해 결정질 알룰로오스를 제조하는 공지된 방법은 힘들고 시간 소모적이며 정교한 장비를 필요로 한다. 결정화는 엄격하게 통제된 조건에서 오랜 시간 동안 수행되어야 한다. 40시간 이상의 결정화 시간을 필요로 하는 다양한 결정화 방법이 기술되어 있다. 따라서 더 짧은 시간에 수용액으로부터 미립자 알룰로오스를 제공하고 따라서 산업적 규모의 생산에 적합한 방법에 대한 요구가 있다.

[0005] 게다가, 고 결정질 알룰로오스는 수분-함유 음식 또는 음료의 제조에 관하여 단점이 있다.

[0006] 한편, D-알룰로오스(D-프시코오스)는 수용액으로부터 단독으로 1C(¹C₄(D)) 형태를 갖는 β -D-피라노오스로 결정화된다. 따라서, 수용액으로부터 얻어지는 결정질 상태에서는 D-알룰로오스 전량이 하나의 아노머, 즉 β -D-피

라노오스 형태로 존재한다. 25 °C에서 D-알룰로오스의 용해도는 물 100g당 291g이다. 수증 β-D-프시코피라노오스(psicopyranose)에 대한 변성광 [α]는 약 -85 deg dm⁻¹ g⁻¹ cm³이다. D-알룰로오스가 용해된 후 280nm에서 흡광도의 시간 경과를 속도 상수 k = 4.44ms⁻¹인 1차 동역학 거동에서 용액에서 열린 사슬 카르보닐 형태의 발달을 나타낸다. D-알룰로오스의 카르보닐 형태의 평형 함량은 약 0.2%의 양으로 추정되었다 (A. Kwiecien et al., Carboh Res, 343(13), 2008, 2336-2339; K. Fukada et al., Bull Chem Soc Japan, 2010,83(10), 1193-1197).

[0007] 알룰로오스가 식품 또는 음료 가공시 적용될 때 알룰로오스를 균일하게 분포시키는 것이 바람직하다. 그러나 결정질 알룰로오스를 사용할 때 이것은 항상 쉽게 달성되지 않는다. 예컨대 다양한 식품은 급속 냉동된 상태로 제공되어 해동되는 동안에 처리된다. 해동동안에 결정질 알룰로오스를 급속 냉동된 식품에 부가하면 결정체는 해동 제품 표면에 나타나는 수막에서 천천히 용해될 뿐이다.

[0008] 한편, 수용액에서, D-알룰로오스는 다양한 아노머 형태의 혼합물이다. ¹³C NMR 스펙트럼으로부터 측정된 바와 같이, 물에서 D-프시코오스의 평형 조성은 7(+37%) α-과당 : 2(~11%) β-과당 : 5(~26%) α-피라노오스 : 5(~26%) β-피라노오스인 것이 보고되었다 (P.H.M. Herve du Penhoat et al., Carboh Res 36(1), 1974, 111-120). 다른 저자들은 핵자기 공명(NMR)에 의해 α- 및 β-프시코오스와 α- 및 β-과당의 4개 고리형태의 프시코오스가 수용액에서 거의 동일한 농도를 갖는다고 보고하였다(A.D. French et al., Computational Chemistry, 15(5), 1994, 561-570). 또 다른 저자들은 D₂O에서 303.15K에서 아노머 형태의 알룰로오스가 다음과 같은 퍼센트 조성을 갖는다고 보고하였다: 39% α-과당, 15% β-과당, 22% α-피라노오스, 24% β-피라노오스 및 0.2% 케토 형태(S.J. Angyal et al., Advances in Carbohydrate Chemistry, Vol. 42, Academic Press, New York, 1984; R.N. Goldberg et al., J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol. 18(2), 1989, 809-880, 페이지 827).

[0009] 따라서, 결정성 알룰로오스를 수분-함유 식품의 제조에 사용하는 경우, 알룰로오스 결정은 물에 용해되고 β-D-피라노오스 형태가 공존하는 다른 형태의 알룰로오스와 평형을 이루기까지 상당한 시간이 걸린다. 수용액. 알룰로오스의 개별 형태(α-피라노오스, β-피라노오스, α-과당, β-과당, 개방형 케토 형태)가 서로 다른 특성을 가지기 때문에 새로 준비되고 아직 평형화되지 않은 알룰로오스 용액의 전체 특성은 평형 상태가 될 때까지 시간이 지남에 따라 변한다(도 1 및 2 참조).

[0010] 알룰로오스의 아노우료 및 식품의 제조에 사용되는 알룰로오스의 다양한 화학적 변형은 알룰로오스의 아노머 형태에 의존한다. 알룰로오스의 유리 케토 형태의 카르보닐기는 과당 형태 및 피라노오스 형태의 케탈기와 각각 다른 화학 반응성을 갖는다. 이것은 엔올화(enolization), 이성질화(isomerization), 로브리 데 브라윈-반 에켄 슈타인(Lowry de Bruyn-Alberda van Ekenstein) 변환, β-제거, 하이드록시메틸 푸르푸랄(HMF)의 형성, 단편화, 캐러멜화, 산화적 갈변, 비산화적 갈변, 당-아민 반응, 당-아민 반응(Maillard 반응)에 의한 탈수 등과 같은 다양한 가능한 반응과 관련이 있다. 따라서, 새로 준비되고 아직 평형화되지 않은 알룰로오스 용액은 평형화된 알룰로오스 용액과 비교하여 다른 거동을 가지며 제어하기 더 어렵다고 예상할 수 있다.

[0011] 마찬가지로, 음료 및 식품의 가공과 관련된 용액 중의 알룰로오스의 물리적 특성은 굴절률과 같은 알룰로오스의 아노머 형태에 따라 달라진다. 자동화된 고 처리량 공정은 종종 가공된 음료 및 식품의 특성을 모니터링하여 규제되며 용액에 알룰로오스의 물리적 특성이 포함될 수 있다. 아노머 형태가 아직 서로 평형을 이루지 못하기 때문에 이러한 물리적 특성이 시간이 지남에 따라 변할 때 신뢰할 수 있는 방식으로 모니터링 및 조절이 가능하지 않다. 그래서, 신중하게 준비되고 아직 평형화되지 않은 알룰로오스 용액은 다른 거동을 가지며 평형화된 알룰로오스 용액과 비교하여 고도로 정교하고 자동화된 공정에서 처리하기가 더 어렵다는 것을 예상할 수 있다.

[0012] CN 104 447 888호는 글루코오스를 원료로 채택함으로써 화학적 미분상 이성질체화, 정교한 크로마토그래피 분리 및 정제, 농축 및 결정화 등과 같은 작업 절차에 의해 결정 알룰로오스 제품을 제조하는 것을 개시하고 있다.

[0013] CN 106 480 125호는 고체 D-프시코오스3-에피피라제를 사용하여 과당을 전환시켜 고농도 D-프시코오스를 함유하는 전환 용액을 얻는 방법에 관한 것이다. 고농도 D-프시코오스 결정을 얻기 위해 전환 용액을 결정화하기 위해 냉각 결정화 공정이 사용된다.

[0014] CN 107 699 557호는 D-프시코오스용액에서 크로마토그래피 분리, 농축, 결정화 또는 건조를 수행하여 D-프시코오스를 얻는 단계를 포함하는 고순도 D-프시코오스 제조 방법이 개시되어 있다.

[0015] US 2011 237 790호는 과포화를 이용하여 D-프시코오스 용액으로부터 D-프시코오스 결정을 생산하는 방법에 관한

것이다.

- [0016] US 2014 370 171호는 수크로오스 및 D-프시코오스를 함유하는 균질한 당 조성물을 제공하는 것을 목표로 한다. 수크로오스 및 D-프시코오스를 포함하는 당 조성물이 제공되며, 여기서 수크로오스의 결정은 결정성 또는 무정형 상태의 D-프시코오스로 코팅된다. D-프시코오스의 함량은 자당과 D-프시코오스 총 중량 100중량부에 대하여 1중량부 이상 50중량부 이하이다.
- [0017] US 2016 050 954호는 경질 당-코팅 방법에 의해 얻어지고 개선된 바삭함을 갖는 비우식성 제과 또는 의약품용 조성물에 관한 것이다.
- [0018] US 2016 302 463호는 식음료 제품에서 높은 수준의 알룰로오스를 사용하는 것에 관한 것이다.
- [0019] KR 2016 062 349호는 D-프시코오스 용액을 농축하고, D-프시코오스 용액을 열교환 냉각시키는 단계, D-프시코오스 용액을 결정화하는 단계; 결정 분리 베이스용액을 열교환냉각하고, 결정 분리 베이스용액을 절차 내에서 재순환시키는 단계를 포함하는 순도 99%(w/w) 이상의 고순도 D-프시코오스 제조방법에 관한 것이다. 연속 크로마토그래피 분리 과당 베이스 용액과 결정화 분리 베이스 용액은 효소 반응 과정에서 회수되어 공급되므로, D-프시코오스는 장기간 재순환에도 불구하고 연속 크로마토그래피를 통해 안정적으로 분리될 수 있다.
- [0020] WO 2017 029 244호는 알룰로오스를 포함하는 분말에 관한 것으로, 여기서 분말의 평균 입자 크기는 최대 5.0 mm 범위, 바람직하게는 (i) 최대 900 μm; (ii) 900μm에서 2.0mm까지; 또는 (iii) 2.0mm에서 5.0mm까지의 범위내이다.
- [0021] US 2017 064 988호는 천연 고효능 감미료를 위한 실질적으로 수용성이며 실질적으로 분진이 발생하지 않는 전달 시스템, 그의 제형화 방법 및 용도를 개시하고있다.
- [0022] US 2017 313 734호에는 순도 98%(w/w) 이상 및 MA200 이상의 입자 크기를 갖는 고순도 D-프시코오스 결정체의 제조 방법이 개시되어 있다. 상기 방법은 D-프시코오스 용액에서 불순물을 제거하여 정제된 D-프시코오스 용액을 얻는 단계; 정제된 D-프시코오스 용액을 농축하는 단계; 농축된 D-프시코오스 용액을 열교환기를 통해 30℃ 내지 40℃로 냉각시키는 단계; 상기 D-프시코오스 용액을 30℃ 내지 40℃에서 모결정화하여 모결정화된 매서큐트(masseccuite)를 얻는 단계; 및 모결정화된 매서큐트를 전면 결정화하는 단계를 포함한다. 이 방법은 유기 용매를 사용하지 않고 D-프시코오스 용액으로부터 경제적인 결정화 공정을 통해 산업적 응용에 적합한 형태의 순수한 D-프시코오스 결정을 생산할 수 있다.
- [0023] US 2018 049 458호는 알룰로오스 시럽, 식품 또는 음료 제품 제조에서의 알룰로오스 시럽의 용도 및 알룰로오스 시럽을 사용하여 제조된 식음료 제품에 관한 것이다.
- [0024] WO 2018 105 931호는 프시코오스 결정화공정으로부터 얻은 프시코오스 결정화 모액을 활성탄 처리공정, 이온 정제 공정, 모의 이동층 크로마토그래피 분리 공정 및 프시코오스 분획을 농축하는 공정으로 구성되는 군으로부터 선정된 적어도 하나의 공정으로 도입하고 재활용하여 프시코오스를 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0025] WO 2018 149 707호는 이소말톨로오스 결정 및 트레할로오스를 함유하는 고체 물질의 제조 방법을 제공한다.
- [0026] US 2018 255 814호는 프시코오스, 포도당 및 과당을 포함하며 당질 및 결정화를 개선한 혼합된 당 조성물과, 프시코오스를 포함하는 혼합된 당 조성물의 결정화 방지 방법에 관한 것이다.
- [0027] US 2018 271 112호는 알룰로오스(프시코오스)를 포함하는 벌크 감미료를 함유하는 허용 가능한 질감, 안정성, 투명도 및 풍미 전달을 갖는 쫄깃한 캔디, 딱딱한 캔디, 정제 캔디 또는 겔화 캔디와 같은 저칼로리, 저완화당과(laxation confection)에 관한 것이다. 알룰로오스는 소비자가 수용할 수 있는 과자를 만들기 위하여 설탕, 탄수화물 또는 폴리올과 결합한다.
- [0028] US 2018 271 113호는 결정질 알룰로오스 입자 및 임의로 수성 알룰로오스 시럽을 포함하는 츄잉껌 조성물, 및 츄잉껌 조성물의 경화 속도를 증가시키기 위한 알룰로오스의 용도에 관한 것이다. US 2018 271 113은 알룰로오스 용액의 압출에 관한 것이 아니다.
- [0029] US 2018 279 643호는 알룰로오스를 함유하는 츄잉껌 및 이러한 껌을 제조하는 방법을 개시한다. 한 구체예에서, 껌은 껌 베이스 약 5% 내지 약 95%, 향미제 약 0.1% 내지 약 10% 및 알룰로오스를 포함하고, 알룰로오스는 껌에서 벌크 감미료의 일부 또는 전부이다. 알룰로오스는 껌에 독특한 특성을 부여한다. 껌은 칼로리가 낮고 비-우식성일 수 있다. 다른 구체예에서, 알룰로오스는 다른 감미료와 함께 건조되거나 다른 감미료 또는 가소화 시럽과 함께 증발되어 감미 성분 및 껌용 시럽을 생성한다.

- [0030] US 2018 327 796호는 D-프럭토오스를 D-프시코오스 에피머화하여 D-프시코오스 함유 용액을 제조하는 단계, D-프시코오스 함유 용액을 1차 냉각시키는 단계 및 상기 정제된 D-프시코오스 함유 용액을 1차 농축 및 2차 냉각하는 이온 정제 단계, 상기 1차 농축 및 2차 냉각을 거친 D-프시코오스 함유 용액을 크로마토그래피하여 D-프럭토오스 함유 모액과 D-프시코오스 함유 분리 용액을 얻고, D-프시코오스 분리용액을 2차 농축 및 3차 냉각하여 D-프시코오스 결정을 얻는 단계를 포함하는 D-프시코오스 제조 방법에 관한 것이며, 상기 크로마토그래피에 의해 생성된 D-프럭토오스 함유 모액은 D-프시코오스 에피머화에 재사용된다.
- [0031] WO 2019 004 554호는 기능성 결정질 감미료의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 결정 생성용 용액에 포함된 불순물, 또는 불순물 생성의 함량을 조절하여 결정 수율을 향상시키고 입자 크기를 증가시키기 위한 결정질 감미료의 제조방법에 관한 것이다.
- [0032] WO 2019 082 206호는 (a) 회귀당, (b) 이당류 또는 (c) 올리고당 및/또는 다당류로부터 선택된 적어도 2개의 성분을 포함하는 저강도 감미료/저감 당제(회귀당)의 전방 맛 프로필 및 구강 충만감을 생성하기 위한 감미료 제형을 개시한다.
- [0033] WO 2019 083 069호는 알룰로오스 시럽 및 그를 제조하는 방법에 관한 것이다. 알룰로오스 시럽은 점도조절제 및 분산제를 포함하며 적당한 정도의 점도를 갖고 있다.
- [0034] WO 2019 088 654호는 시트러스 추출물 및 알룰로오스를 포함하는 당류를 포함하는 시럽; 시트러스 추출물, 알룰로오스를 포함하는 당류 및 산도 조절제를 혼합하는 단계를 포함하는 시럽의 제조 방법; 시트러스 추출물 및 알룰로오스를 포함하는 당류를 포함하는 식품 조성물; 시트러스 추출물 및 알룰로오스를 포함하는 당류를 포함하는 향미 개선용 조성물; 상기 시트러스 추출물에 알룰로오스를 포함하는 당류를 첨가하는 단계를 포함하는 시트러스 추출물의 풍미 보유력 향상 방법; 및 시트러스 추출물 및 알룰로오스를 포함하는 당류를 포함하는 향미 발현 조성물에 관한 것이다.
- [0035] US 2019 029 299호에는 시럽 조성물 및 이를 포함하는 식품이 개시되어 있다. 시럽 조성물은 겔, 펙틴 또는 이들의 조합; 및 알룰로오스를 포함한다.
- [0036] US 2019 297 931호는 알룰로오스를 포함하는 수성 액체 조성물에 관한 것이며, 여기서 알룰로오스의 중량 함량은 액체 조성물의 총 중량에 대해 10중량% 이상이고; 알룰로오스의 중량 함량은 액체 조성물에 함유된 모든 탄수화물의 총 함량에 대해 적어도 10중량%이고; 액체 조성물은 최대 200mPa·s의 점도를 갖는다.
- [0037] US 2019 328 014호는 D-알룰로오스 외에, 건조 질량으로 표현되는 D-알룰로오스 이량체 질량 함량이 1.5%보다 큰 D-알룰로오스 시럽에 관한 것이다.
- [0038] US 2019 330 253호는 연속 생산 공정을 가능하게 하고 높은 수율을 보장하는 D-알룰로오스 결정의 제조 방법을 개시한다. 생성된 결정의 수율 및/또는 품질을 개선하기 위해 D-알룰로오스 결정을 생성하는 데 나노여과 장치가 사용된다.
- [0039] CN 110 872 332호는 2단계 공정에 의해 알룰로오스 결정을 제조하는 방법을 개시하고 있으며, 여기서 첫 번째 단계에서는 알룰로오스 함유 용액이 농축되고 감압 하에서 예비 결정화되고, 두 번째 단계에서는 냉각 결정화를 통해 심층 결정화된다.
- [0040] WO 2020 005 021호는 감미료 분말 조성물 및 그의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 기능성 감미료를 함유하는 무정형 분말 제조용 감미료 분말 조성물 및 그의 제조방법에 관한 것이다.
- [0041] US 2020 040 023호는 모결정을 사용하여 알룰로오스 시럽으로부터 알룰로오스 결정을 효율적으로 제조하는 방법에 관한 것입니다.
- [0042] US 2020 062 792호는 D-프시코오스 조액을 탈색, 여과, 이온교환, 크로마토그래피 분리, 농축한 후 결정화 또는 건조하여 D-프시코오스를 얻는 단계를 포함하는 고순도 D-프시코오스의 제조방법을 개시하고 있다..
- [0043] US 2020 085 090호는 D-알룰로오스 이외에, 건조 질량으로 표현되는 질량 함량 1.5% 미만의 D-알룰로오스 이량체를 포함하는 D-알룰로오스 시럽을 개시하고 있다. 또한, 시럽의 제조 방법 및 식품 또는 의약품 제조를 위한 그의 용도가 개시되어 있다.
- [0044] 선행 기술의 알룰로오스 제제와 비교하여 장점을 갖는 알룰로오스 조제물에 대한 요구가 있다. 또한, 시간 효율적이고 경제적인 방식으로 그러한 알룰로오스 조제물을 이용가능하게 하는 방법도 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0045] 본 발명의 목적은 선행 기술에 비해 이점을 갖는 알룰로오스 조제물의 제조 방법을 제공하는 것이다. 알룰로오스 조제물은 식품 및 음료 가공용으로 즉시 사용할 수 있어야 하며, 가능하다면 합성 및 정제의 이유로 피할 수 없거나 거의 피할 수 없는 잔류 과당과 함께, 유일한 관련 성분으로서 본질적으로 알룰로오스를 포함하여야 한다. 특히 과당으로부터 알룰로오스의 효소적 합성을 위한 출발 물질이 자당으로부터 얻어진 경우에는 소량의 포도당도 존재할 수 있다. 알룰로오스 조제물은 후속 평형화 과정 예컨대 변광회전에 관하여 장시간 요구로 하지 않고 신속하게 물에 용해되어야 한다. 알룰로오스 조제물은 산업적 규모의 경제적인 공정으로 신속하게 입수할 수 있어야 하고 우수한 저장 안정성 및 낮은 운송 비용을 가져야 한다. 알룰로오스 조제물의 제조 공정은 기존의 알룰로오스 합성 공정과 호환되어야 하며 경제적이고 신속해야 한다.

과제의 해결 수단

- [0046] 상기 목적은 특허청구범위의 주제에 의해 달성되었다.
- [0047] 농축된 액체 알룰로오스 조성물이 압출에 의해 고형화된 제품 알룰로오스 조성물로 전환될 수 있다는 것이 놀랍게도 발견되었다. 압출 공정은 바람직하게는 알룰로오스 시럽을 얻기 위해 알룰로오스의 농도를 증가시키는 농축 단계 후에 알룰로오스 합성 공정에 유리하게 통합될 수 있다.
- [0048] 게다가, 놀랍게도 압출 후 상당한 비율의 알룰로오스가 유리질 무정형 상태로 제품 알룰로오스 조성물에 존재한다는 것이 밝혀졌다.
- [0049] 더욱 놀랍게도, 압출 후 평형 수용액에 존재하는 다양한 알룰로오스 아노머의 상대적인 비율이 압출로부터 수득한 제품 알룰로오스 조성물에서 유지될 수 있거나, 제품 알룰로오스 조성물에서의 다양한 알룰로오스 아노머의 상대적인 비율이 적어도 평형 수용액의 해당 비율과 유사하다는 것이 밝혀졌다.
- [0050] 또한, 놀랍게도 이렇게 제조된 제품 알룰로오스 조성물은 바로 사용할 수 있고 빠른 용해 속도를 제공한다는 것이 밝혀졌다. 그들은 상대적으로 무게가 가볍고, 분말상 벌크 재료로 사용될 수 있고 안정성이 우수하다.
- [0051] 또한, 놀랍게도 종래의 결정화 공정과 비교하여, 제품에서 알룰로오스의 전체 수율이 증가한다는 것이 밝혀졌다.
- [0052] 본 발명의 제1 측면은 하기 단계를 포함하는 제품 알룰로오스 조성물의 제조 방법에 관한 것이다:
- [0053] (a) 물에 용해된 알룰로오스를 포함하는 액체 알룰로오스 조성물을 제공하는 단계;
- [0054] (b) 임의로 액체 알룰로오스 조성물을 승온으로, 바람직하게는 증발 조건 하에서 가열하여 알룰로오스 조성물의 함수량을 감소시키는 단계;
- [0055] (c) 알룰로오스 조성물을 압출기에 공급하는 단계;
- [0056] (d) 압출기에서 알룰로오스 조성물을 압출, 바람직하게는 압출기에서 알룰로오스 조성물에 전단력을 가하여 압출하는 단계; 및/또는 임의로 증발 조건 하에 압출기에서 알룰로오스 조성물을 건조시키는 단계;
- [0057] (e) 압출기로부터 제품 알룰로오스 조성물을 얻는 단계;
- [0058] (f) 임의로, 제품 알룰로오스 조성물을 고형화, 바람직하게는 침전 및/또는 결정화시키는 단계; 및
- [0059] (g) 임의로, 제품 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후건조시키는 단계.
- [0060] 달리 명시되지 않는 한, 명세서의 목적상 모든 백분율은 중량 백분율이다.
- [0061] 본 발명에 따른 방법의 단계 (a), 임의 단계 (b), 단계 (c), 단계 (d), 단계 (e), 임의 단계 (f) 및 임의 단계 (g)는 바람직하게는 알파벳순으로 수행된다. 주문하다. 그러나, 다수의 연속적인 단계들이 동시에 또는 부분적으로 동시에 수행되는 것도 고려된다.
- [0062] 본 발명에 따른 방법은 연속적으로 또는 반-연속적으로 작동되는 것이 바람직하다.
- [0063] 본 발명에 따른 방법의 바람직한 구체예에서, 단계 (d)에서의 압출은 압출 시 알룰로오스 조성물이 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물 및 임의로 또한 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물에 비하여 증발 조건에

서 수분을 제거함으로써 알룰로오스 조성물이 더 농축되도록 증발 조건 하에 수행된다.

- [0064] 바람직하게는, 압출은 증발 조건 하에서 수행되며, 반면에
- [0065] - 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은, 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여 2.5 내지 75 중량%, 바람직하게는 2.5 내지 50 중량%, 보다 바람직하게는 2.5 내지 30 중량%, 또 더 바람직하게는 2.5 내지 20 중량%, 여전히 더 바람직하게는 2.5 내지 10 중량%, 보다 더 바람직하게는 2.5 내지 5.0 중량% 범위 내의 함수량을 가지며; 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은, 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 15 내지 35 중량%(바람직하게는 알룰로오스 시럽) 또는 20 내지 30 중량%(바람직하게는 원심분리 배출) 범위 내의 함수량을 갖는 것이 바람직하다.
- [0066] - 단계 (d)에서 압출 온도는 35 내지 75°C, 바람직하게는 40 내지 70°C, 더 바람직하게는 45 내지 65°C, 더욱 더 바람직하게는 50 내지 60°C, 여전히 더 바람직하게는 52 내지 58°C, 보다 더 바람직하게는 54 내지 56°C이고; 단계 (d)에서 압출 온도는 50 내지 60°C 범위 내인 것이 바람직하고, 여기서 50 내지 60°C 범위 내의 온도를 갖는 액체 알룰로오스 조성물은 가열 요소에 의한 추가 열 공급 없이 압출기에서 이송되는 것이 바람직하며, 열 소실로 인해 압출기 출구에서의 조성물 온도는 압출기 입구에서의 온도보다 낮을 수 있으며, 압출기 출구에서의 조성물 온도는 또한 바람직하게는 50 ~ 60°C의 범위내가 바람직하며; 및
- [0067] - 단계 (d)는 알룰로오스 및 물을 함유하는 기체상을 함유하는 알룰로오스 조성물을 압출기에서 운반하는 것을 수반하며, 여기서 기체상은 대기압 미만으로 유지되는 기체압, 바람직하게는 가스 압력은 (i) 20 내지 300 mbar, 더 바람직하게는 40 내지 250 mbar, 더욱 더 바람직하게는 60 내지 200 mbar, 보다 더 바람직하게는 80 내지 150 mbar의 범위 내; 또는 (ii) 800 내지 950mbar의 범위 내이다.
- [0068] 본 발명에 따른 방법의 다른 바람직한 구체예에서, 단계 (d)에서의 압출은 비증발 조건 하에서 수행되는 반면, 선행 단계 (b)에서 알룰로오스 조성물은 증발 조건 하에서 수분을 제거함으로써 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물에 비해 더 농축된다.
- [0069] 압출은 비증발 조건 하에서 수행되는 것이 바람직하며, 반면에
- [0070] - 단계 (a)에서 액체 알룰로오스 조성물은, 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여 알룰로오스 함량이 65 중량% 이상, 바람직하게는 67.5중량% 이상, 보다 바람직하게는 70중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 적어도 72.5중량% 가지도록 제공되며, 그러한 액체 알룰로오스 조성물은 실온에서 안정한 용액인, 즉 시간이 지남에 따라 자발적으로 결정화되는 경향이 없는 "알룰로오스 시럽"으로도 지칭되며; 바람직하게는 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 총 중량에 대해 15 내지 35 중량% (바람직하게는 알룰로오스 시럽) 또는 20 내지 30 중량%(바람직하게는 원심분리 배출물) 범위 내의 함수량을 갖는 것이 바람직하며;
- [0071] - 임의 단계 (b)에서 액체 알룰로오스 조성물은 승온 및/또는 감압에서 증발 조건 하에 더 농축되어 알룰로오스 함량을
- [0072] (i) 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량에 비례하여 상대적으로 적어도 2.5중량%, 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 10중량%, 더욱 더 바람직하게는 12.5중량% 이상, 가장 바람직하게는 15중량% 이상, 특히 17.5중량% 이상; 바람직한 구체예에서 바람직하게는 적어도 20 중량%, 더 바람직하게는 적어도 22.5 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 25 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 27.5 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 30중량%; 및/또는
- [0073] (ii) 알룰로오스 조성물의 총 중량에 비례하여 절대적으로 적어도 75 중량%, 보다 바람직하게는 적어도 77.5 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 80 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 82.5 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 85중량% 이상, 가장 바람직하게는 87.5중량% 이상, 특히 90중량% 이상; 바람직한 구체예에서 바람직하게는 적어도 91 중량%, 바람직하게는 적어도 92 중량%, 바람직하게는 적어도 93 중량%, 바람직하게는 적어도 94 중량%, 바람직하게는 적어도 95 중량%; 바람직한 구체예에서 바람직하게는 적어도 91 중량%, 바람직하게는 적어도 92 중량%, 바람직하게는 적어도 93 중량%, 바람직하게는 적어도 94 중량%, 바람직하게는 적어도 95 중량%; 만큼 증가시키게 되며,
- [0074] 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 과포화되고 바람직하게는 실온(23°C) 초과, 바람직하게는 40 내지 90°C 범위, 보다 바람직하게는 50 내지 60°C 범위 내의 온도를 가지며;
- [0075] - 단계 (c)에서, 단계 (a)에서 제공된 알룰로오스 조성물 또는 단계 (b)에서 얻은 추가 농축된 알룰로오스 조성

물을 압출기에 공급하고;

- [0076] - 단계 (d)에서 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 알룰로오스의 모결정의 존재하에 바람직하게는 승온에서, 바람직하게는 40 내지 90℃ 범위 내, 보다 바람직하게는 50 내지 60℃ 범위 내에서 압출기에서 전단력을 받으며;
- [0077] - 단계 (e)에서 제품 알룰로오스 조성물이 압출기로부터 얻어지며, 이는 바람직하게는 (i) 고체 알룰로오스 조성물, (ii) 알룰로오스 현탁액, (iii) 과포화 알룰로오스 용액 또는 (iv) 알룰로오스 용융물의 형태로 존재하는 것이 바람직하며;
- [0078] - 임의 단계(f)에서, 단계 (e)의 압출기로부터 수득한 제품 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 실온(23℃)으로 냉각되고; 형태에 따라 고화되며; 침전 및/또는 결정화여 가 허용된다. 바람직하게는 침전 및/또는 결정은 것이 바람직하며; 및
- [0079] - 임의 단계 (g)에서, 단계 (e) 또는 (f)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후-건조된다.
- [0080] 이 바람직한 구체예에 따르면, 압출 동안 활성 증발은 없다. 압출 후 플래시 증발/플래시 증발로 인해 최소한의 증발이 있을 수 있지만 압출기에 증발 요소가 장착되어 있지는 않다.
- [0081] 본 발명의 또 다른 측면은 다음 단계를 포함하는 고체 알룰로오스 조성물의 제조 방법에 관한 것이다:
- [0082] (a) 물에 용해된 알룰로오스를 포함하는 액체 알룰로오스 조성물을 제공하는 단계;
- [0083] (b) 임의로, 액체 알룰로오스 조성물을 승온으로 가열하는 단계;
- [0084] (c) 알룰로오스 조성물을 압출기에 공급하는 단계;
- [0085] (d) 임의로, 증발 조건 하에 압출기에서 알룰로오스 조성물을 건조시키는 단계;
- [0086] (e) 압출기로부터 고체 알룰로오스 조성물을 얻는 단계; 그리고
- [0087] (g) 임의로 고체 알룰로오스 조성물을 분쇄 및/또는 후건조하는 단계.

도면의 간단한 설명

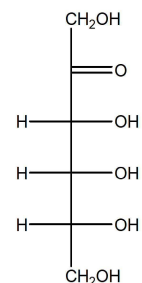
[0088] 도 1은 결정질 알룰로오스를 상온의 순수한 물에 녹인 후 평형화하는 과정에서 회전각도[α]의 변화를 나타낸 것이다.

도 2는 상온의 순수한 물에서 본 발명에 따른 압출 알룰로오스와 비교하여 결정질 알룰로오스를 용해하고 이어서 평형화하는 과정에서 특정 회전각 [α]

[(° *ml)/(dm*g)]의 변화를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0089] 알룰로오스는 "프시코오스"라고도 하며 케토헥소오스(ketohexose)이다. 명세서의 목적을 위해, 알룰로오스는 바람직하게는 D-거울상이성질체, 즉 D-알룰로오스(CAS 번호 551-68-8)의 형태로 제공되며, 개방 사슬 피셔 프로젝션에서 하기 구조를 갖는다:



[0090]
[0091] D-알룰로오스

[0092] D-알룰로오스는 2개의 거울상 이성질체, D-알룰로오스와 L-알룰로오스의 형태로 존재할 수 있다. 본 발명에 따르면, 알룰로오스는 본질적으로 D-거울상이성질체의 형태로만 존재한다. 따라서, 달리 명시되지 않는 한, 본원에서 사용되는 용어 "알룰로오스"는 D-알룰로오스(D-프시코오스)를 의미한다.

- [0093] 마찬가지로, 달리 명시되지 않는 한, 본원에서 사용되는 용어 "과당 (fructose)"은 D-과당을 의미한다.
- [0094] 달리 명시되지 않는 한, "본질적으로"는 99.0% 이상, 보다 바람직하게는 99.5% 이상, 특히 99.9% 이상의 정량적 정도를 의미한다.
- [0095] 달리 명시되지 않는 한 모든 조건은 실온(23 °C), 즉 1013hPa 대기압 및 50% 상대 습도와 같은 주위 조건이다.
- [0096] 미립자 제품이 액체에서 나오기 위해서는 적절한 열역학적 상태를 달성하는 것만으로는 충분하지 않는데, 이는 표면 에너지와 운동 인자도 새로운 미립자 상 생성에 중요한 역할을 하기 때문이다. 따라서 새로운 상의 생성을 위해 열역학적으로 필요한 지점을 초과해야 한다. 용액에서 입자가 생성되는 경우 이 초과분은 과포화이며 용융물로부터 입자가 생성되는 경우 과냉각이 필요하다.
- [0097] 고농축 알룰로오스 수용액(알룰로오스 시럽)에서 미립자 알룰로오스 제품을 얻으려고 할 때 다양한 요인, 특히
 - [0098] - 출발 물질 중 알룰로오스의 질량 분율,
 - [0099] - 온도,
 - [0100] - 압력,
 - [0101] - 핵 형성 부위의 존재 또는 부재,
 - [0102] - 엔트로피 감소 효과(예: 전단력),
 - [0103] - 등을 고려할 필요가 있다.
- [0104] 주어진 실험 조건에 따라 프로세스는 용액으로부터의 입자의 결정화/침전으로 간주될 수 있다. 또는 프로세스는 용융물로부터의 고화로 간주될 수 있다. 실제로 두 프로세스는 서로 중첩될 수 있다. 따라서 과포화와 과냉각 모두 중요한 역할을 할 수 있다.
- [0105] 열역학적 제어(저속, 저과포화) 하에서, 일반적으로 비교적 소수의 큰 결정이 용액으로부터 형성된다(결정화). 동역학적 제어(고속, 고과포화) 하에서 비교적 다수의 작은 입자가 형성되며, 이는 비정질 또는 결정질(침전물)일 수 있다. 용융물로부터 고화되면, 결정질 또는 비정질 고체가 형성되며, 이는 모놀리식 또는 다소의 미립자일 수 있다.
- [0106] 실험 조건은 자유롭게 선택할 수 없다. 예를 들어, 경제적 이유 및 기타 이유로 프로세스는 합리적인 에너지 소비로 적시에 수행되어야 한다. 따라서 공정을 수행하기 위한 장비에서 재료의 체류 시간이 제한된다. 또한, 증발 조건은 일반적으로 승온 및/또는 감압을 요구하는 물의 만족스러운 증발 속도를 달성해야 한다. 그러나 알룰로오스의 특성도 중요한 역할을 하며 주어진 온도에도 크게 의존한다. 따라서 공정 조건은 한편으로는 물의 특성과 다른 한편으로는 알룰로오스의 특성 사이에 있을 필요가 있다.
- [0107] 알룰로오스의 특성은 다른 당류와 특성이 다르기 때문에 하나의 당류에 적합하다고 밝혀진 실험 조건을 알룰로오스로 쉽게 전용할 수 없다. 즉, 수중의 알룰로오스의 이원계는 수중의 다른 탄수화물의 이원계와는 다른 특이한 거동을 나타낸다.
- [0108] 질량 분율로 표현하면, 수중 알룰로오스의 용해도는 온도가 증가함에 따라 증가한다. 291g의 알룰로오스(74% 용해도)는 25 °C에서 100g의 물에 용해되고 489g의 알룰로오스(83% 용해도)는 50 °C에서 용해된다. 알룰로오스는 과당보다 물에 덜 녹고 포도당과 젖당보다는 더 잘 녹는다. 전화당과 비교하여 알룰로오스는 실온에서 물에 더 잘 녹습니다. 용해도는 더 높은 온도에서 비슷하다. 자당에 비해 알룰로오스는 상온 이하의 온도에서 덜 용해되며, 더 높은 온도에서 알룰로오스의 용해도는 자당보다 더 좋다.
- [0109] 본 발명에 따른 방법의 단계 (a)에서, 물에 용해된 알룰로오스를 포함하는 액체 알룰로오스 조성물이 제공된다.
- [0110] 바람직하게는, 본질적으로 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물에 포함된 알룰로오스의 총량은 용해된 형태로 존재한다.
- [0111] 액체 알룰로오스 조성물은 알룰로오스 시럽인 것이 바람직하다.
- [0112] 액체 알룰로오스 조성물은 용해되지 않은 물질을 본질적으로 함유하지 않는 고농축 수용액인 것이 바람직하다.
- [0113] 액체 알룰로오스 조성물은 실온(23°C)에서 100 내지 250 mPa·s 범위의 점도를 갖는 것이 바람직하다.
- [0114] 바람직한 구체예에서, 본 발명에 따른 공정의 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 용액으로부터

알룰로오스를 결정화하는 공정에서 유래하는 모액이다. 용액으로부터 알룰로오스의 결정화하는 공정은 비교적 수율이 낮기 때문에, 상당한 양의 용해된 알룰로오스를 함유하는 상당한 양의 모액을 부산물로 생성하므로, 본 발명에 따른 방법에 의해 유리하게 고화될 수 있다.

- [0115] 놀랍게도, 알룰로오스가 결정화될 수 없는 고농축 알룰로오스 용액(잔류 모액)이 본 발명에 따른 방법에서 출발 물질로서 유리하게 사용될 수 있다는 것이 밝혀졌다.
- [0116] 바람직한 구체예에서, 용액으로부터 알룰로오스의 결정화 공정은 원심분리에 의한 액체 모액으로부터의 알룰로오스 결정을 포함하는 결정상의 분리를 포함한다. 바람직하게는, 본 발명에 따른 방법의 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 원심분리 배출물로부터 유래하거나 배출물이다.
- [0117] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스, 과당 및 물의 총 중량 함량은 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여 적어도 65중량%; 보다 바람직하게는 적어도 70중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 75중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 80중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 85중량%, 가장 바람직하게는 적어도 90중량% 이다.
- [0118] 바람직하게는, 액체 알룰로오스 조성물은 본질적으로 알룰로오스, 과당 및 물로 구성된다. 바람직하게는, 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스, 과당 및 물의 총 중량 함량은 95중량% 이상이고; 바람직하게는 96 중량% 이상, 바람직하게는 97 중량% 이상, 바람직하게는 98 중량% 이상, 바람직하게는 99 중량% 이상, 바람직하게는 99.5 중량% 이상이다.
- [0119] 바람직하게는, 액체 알룰로오스 조성물은 본질적으로 포도당도 자당도 본질적으로 함유하지 않는다. 그러나, 액체 알룰로오스 조성물은 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 바람직하게는 최대 1.0중량%의 포도당, 보다 바람직하게는 최대 0.5중량%의 포도당을 함유할 수 있는 것으로 생각된다.
- [0120] 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 종래 기술로부터 공지된 알룰로오스 시럽의 다양한 제조 방법 중 어느 하나에 의해 수득될 수 있다. 이와 관련하여, 예컨대 참고로서 본 명세서에 포함된 US 2018 049458, US 2018 255814, WO 2019 083069, WO 2019 088654, US 2019 029299, US 2019 297931, US 2019 328014, US 2020 085090을 참조할 수 있다.
- [0121] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 알룰로오스 시럽은, 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 알룰로오스 시럽의 총 중량에 대하여 적어도 20 중량%, 바람직하게는 적어도 22.5 중량%, 바람직하게는 적어도 25 중량%, 바람직하게는 적어도 27.5 중량%, 바람직하게는 적어도 30 중량%, 바람직하게는 적어도 32.5 중량%, 바람직하게는 적어도 35 중량%, 바람직하게는 적어도 37.5 중량%, 바람직하게는 40중량% 이상, 바람직하게는 42.5중량% 이상, 바람직하게는 45중량% 이상, 바람직하게는 47.5중량% 이상의 알룰로오스(D-알룰로오스) 함량을 갖는다.
- [0122] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 알룰로오스 시럽은, 각각의 경우 액체 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 알룰로오스 시럽의 총 중량에 대하여 50중량% 이상, 바람직하게는 51중량% 이상, 바람직하게는 적어도 52중량%, 바람직하게는 적어도 53 중량%, 바람직하게는 적어도 54 중량%, 바람직하게는 적어도 55 중량%, 바람직하게는 적어도 56 중량%, 바람직하게는 적어도 57 중량%, 바람직하게는 적어도 58 중량%, 바람직하게는 적어도 59 중량%, 바람직하게는 적어도 60 중량%, 바람직하게는 적어도 61 중량%, 바람직하게는 적어도 62 중량%, 바람직하게는 적어도 63 중량% , 바람직하게는 적어도 64 중량%, 바람직하게는 적어도 65 중량%, 바람직하게는 적어도 66 중량%, 바람직하게는 적어도 67 중량%, 바람직하게는 적어도 68 중량% , 바람직하게는 적어도 69중량%의 알룰로오스(D-알룰로오스) 함량을 갖는다.
- [0123] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 알룰로오스 시럽은 액체 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 알룰로오스 시럽의 총 중량에 대하여 적어도 65중량%, 바람직하게는 적어도 66중량%, 바람직하게는 적어도 67중량%, 바람직하게는 적어도 68 중량%, 바람직하게는 적어도 69 중량%, 바람직하게는 적어도 70 중량%, 바람직하게는 적어도 71 중량%, 바람직하게는 적어도 72 중량%, 바람직하게는 적어도 73 중량%, 바람직하게는 적어도 74 중량%, 바람직하게는 적어도 75 중량%, 바람직하게는 적어도 76 중량%, 바람직하게는 적어도 77 중량%, 바람직하게는 적어도 78 중량% , 바람직하게는 적어도 79 중량%, 바람직하게는 적어도 80 중량%, 바람직하게는 적어도 81 중량%, 바람직하게는 적어도 82 중량%, 바람직하게는 적어도 83 중량%, 바람직하게는 적어도 84 중량%, 바람직하게는 적어도 85 중량%, 바람직하게는 적어도 86 중량%, 바람직하게는 적어도 87 중량%, 바람직하게는 적어도 88 중량%, 바람직하게는 적어도 89 중량% , 바람직하게는 적어도 90중량%의 알룰로오스(D-알룰로오스) 함량을 갖는다.

- [0124] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은, 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 61중량% 이상, 바람직하게는 65중량% 이상, 보다 바람직하게는 69중량% 이상, 더욱 더 바람직하게는 73중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 77 중량% 이상, 더욱 더 바람직하게는 적어도 81 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 85 중량%, 특히 적어도 89 중량%의 알룰로오스 함량을 갖는다.
- [0125] 수중 알룰로오스의 용해도는 온도가 증가함에 따라 증가한다. 따라서, 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량이 알룰로오스가 실온에서 수용액으로부터 자발적으로 결정화(과포화)되는 역치 농도를 초과하는 경우, 액체 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 자발적인 결정화를 피하기 위해 실온보다 높은 온도에서 제공되는 것이 바람직하다. 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 2.5중량%, 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 12.5중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 15중량%, 가장 바람직하게는 17.5중량% 이상, 특히 20중량% 이상의 함수량을 갖는다.
- [0126] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 보다 바람직하게는 최대 60중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 50중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 40중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 30중량% , 가장 바람직하게는 최대 20중량%, 특히 최대 10중량%의 함수량을 갖는다.
- [0127] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공된 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 70 ± 30 중량% , 바람직하게는 70 ± 25 중량%, 더욱 바람직하게는 80 ± 20 중량%, 더욱 더 바람직하게는 80 ± 15 중량%, 더욱 더 바람직하게는 85 ± 15 중량%, 더욱 더 바람직하게는 85 ± 10 중량% , 최대 90 ± 10 중량%, 특히 95 ± 5.0 중량% 범위 내의 함수량을 갖는다.
- [0128] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 10중량%, 바람직하게는 최대 9.0 중량%, 바람직하게는 최대 8.0 중량%, 바람직하게는 최대 7.0 중량%, 바람직하게는 최대 6.0 중량%, 바람직하게는 최대 5.0 중량%, 바람직하게는 최대 4.0 중량%, 바람직하게는 최대 3.0중량%, 바람직하게는 최대 2.0중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%의 과당 함량(D-과당)을 갖는다.
- [0129] 바람직하게는, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 액체 알룰로오스 조성물에 함유된 모든 탄수화물의 총 함량에 대하여 최대 5.0중량%, 바람직하게는 최대 4.0중량%, 바람직하게는 최대 3.0중량% , 바람직하게는 최대 2.0중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%의 알룰로오스 및 과당 이외의 탄수화물의 총 함량을 갖는다.
- [0130] 바람직하게는, 본 발명에 따른 방법은 다음 군으로부터 선정된 하나 이상의 선행 단계들:
 - [0131] (a₁) 반응기에서 알룰로오스를 바람직하게는 과당으로부터, 바람직하게는 효소적 촉매작용하에 합성하는 단계;
 - [0132] (a₂) 합성된 알룰로오스를 포함하는 제품 조성물을 반응기로부터 인출하는 단계;
 - [0133] (a₃) 제품 조성물을 탈염하는 단계;
 - [0134] (a₄) 제품 조성물을 탈색시키는 단계;
 - [0135] (a₅) 상기 제품 조성물에 포함된 합성 알룰로오스를 정제, 바람직하게는 크로마토그래피에 의해 정제하는 단계;
 - [0136] (a₆) 제품 조성물을 여과, 바람직하게는 나노여과 또는 멸균 여과, 더 바람직하게는 멸균 여과하는 단계;
 - [0137] (a₇) 제품 조성물을 바람직하게는 (i) 승온 및/또는 감압 하에서 물을 증발시킴으로써 및/또는 (ii) 역삼투압에 의해 농축하는 단계; 및
 - [0138] (a₈) 농축된 제품 조성물의 탈색하는 단계를 포함하는, 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 제조를 위한 전체 공정에서 일체 부분으로서 실행된다.
- [0139] 상기 선행 단계 중 하나 이상이 승온, 즉 실온(23°C) 초과에서 수행되기 때문에, 이렇게 가공된 액체 알룰로오스 조성물은 본 발명에 따른 단계(a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물이 바람직하다. 따라서, 상기 선행 단계 중 어느 하나의 과정에서 액체 알룰로오스 조성물에 공급된 열 및 액체 알룰로오스 조성물의 결과적인 승

온은 본 발명에 따른 방법의 개시시에 사용되는 것이 바람직하다. 달리 말해서, 상기 진행 단계 중 어느 하나에 의해 얻어진 액상 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 어쨌든 승온을 가지며, 바람직하게는 실온으로 냉각되지 않고 본 발명에 따른 방법의 단계 (a)에 공급된다.

- [0140] 놀랍게도, 본 발명에 따른 방법을 제품 알룰로오스 조성물의 제조를 위한 전체 공정의 일체 부분으로서 실행할 때, 특히 제품 조성물을 농축하는 선행 단계 (a_7)는; 바람직하게는 (i) 승온 및/또는 감압 하에서 물을 증발시킴으로써 및/또는 (ii) 역삼투압에 의해; 실온으로 냉각될 때, 액체 알룰로오스 조성물로부터 알룰로오스의 자발적인 결정화를 초래하는 액체 알룰로오스 조성물에 알룰로오스 농도가 도달할 때까지 수행될 수 있다. 그러나, 액체 알룰로오스 조성물의 승온이 바람직하게 유지되기 때문에, 이렇게 가열된 액체 알룰로오스 조성물은 단지 승온에서 수증 알룰로오스의 더 높은 용해도로 인해 조기 결정화 없이 본 발명에 따른 방법에서 더욱 더 처리될 수 있다.
- [0141] 본 발명에 따른 방법의 임의 단계 (b)에서, 액체 알룰로오스 조성물은 승온으로 가열되고; 바람직하게는 증발 조건 하에서 알룰로오스 조성물의 함수량을 감소시킨다.
- [0142] 바람직한 구체예에서, 단계 (b)는 당업자에게 공지된 적합한 가열 장비에 의해 압출기 외부에서 수행된다.
- [0143] 또 다른 바람직한 구체예에서, 단계 (b)는 압출기 내부에서 부분적으로 또는 완전히 수행된다. 시중에서 판매되는 많은 압출기에는 사전 설정된 온도 프로파일을 조정하기 위해 일반적으로 다른 온도로 설정할 수 있는 가열 섹션이 장착되어 있다. 이 바람직한 구체예에 따르면, 압출기의 상류에 위치한 가열 섹션은 단계 (b)를 수행하는 데 사용되는 것이 바람직하다.
- [0144] 바람직하게는, 단계 (b)에서 승온은 적어도 30°C이고; 바람직하게는 적어도 31°C, 바람직하게는 적어도 32°C, 바람직하게는 적어도 33°C, 바람직하게는 적어도 34°C, 바람직하게는 적어도 35°C, 바람직하게는 적어도 36°C, 바람직하게는 적어도 37°C, 바람직하게는 적어도 38°C, 바람직하게는 적어도 39°C, 바람직하게는 적어도 40°C, 바람직하게는 적어도 41°C, 바람직하게는 적어도 42°C, 바람직하게는 적어도 43°C, 바람직하게는 적어도 44°C, 바람직하게는 적어도 45°C, 바람직하게는 적어도 46°C, 바람직하게는 적어도 47°C, 바람직하게는 적어도 48°C, 바람직하게는 적어도 49°C, 바람직하게는 적어도 50°C, 바람직하게는 적어도 51°C, 바람직하게는 적어도 52°C, 바람직하게는 적어도 53°C, 바람직하게는 적어도 54°C, 바람직하게는 적어도 55°C, 바람직하게는 적어도 56°C, 바람직하게는 적어도 57°C, 바람직하게는 적어도 58°C, 바람직하게는 적어도 59°C, 바람직하게는 적어도 60°C이다.
- [0145] 바람직하게는, 단계 (b)에서 승온은 적어도 35°C이고; 바람직하게는 적어도 40°C, 보다 바람직하게는 적어도 43°C, 더욱 더 바람직하게는 적어도 46°C, 보다 더 바람직하게는 적어도 49°C, 보다 더 바람직하게는 적어도 52°C, 가장 바람직하게는 적어도 55°C, 특히 적어도 58°C이다.
- [0146] 바람직하게는, 단계 (b)에서 승온은 최대 80°C, 바람직하게는 최대 79°C, 바람직하게는 최대 78°C, 바람직하게는 최대 77°C, 바람직하게는 최대 76°C, 바람직하게는 최대 75°C, 바람직하게는 최대 74°C, 바람직하게는 최대 73°C, 바람직하게는 최대 72°C, 바람직하게는 최대 71°C, 바람직하게는 최대 70°C, 바람직하게는 최대 69°C, 바람직하게는 최대 68°C, 바람직하게는 최대 67°C, 바람직하게는 최대 66°C, 바람직하게는 최대 65°C, 바람직하게는 최대 64°C, 바람직하게는 최대 63°C, 바람직하게는 최대 62°C, 바람직하게는 최대 61°C, 바람직하게는 최대 60°C, 바람직하게는 최대 59°C, 바람직하게는 최대 58°C, 바람직하게는 최대 57°C, 바람직하게는 최대 56°C, 바람직하게는 최대 55°C, 바람직하게는 최대 54°C, 바람직하게는 최대 53°C, 바람직하게는 최대 52°C, 바람직하게는 최대 51°C, 바람직하게는 최대 50°C이다. 바람직하게는 단계 (b)에서 승온은 60°C 미만, 보다 바람직하게는 최대 59°C이다.
- [0147] 바람직하게는, 단계 (b)에서 승온은 최대 70°C, 바람직하게는 최대 65°C, 보다 바람직하게는 최대 60°C, 더욱 더 바람직하게는 최대 57°C, 보다 더 바람직하게는 최대 54°C, 훨씬 더 바람직하게는 최대 51°C, 가장 바람직하게는 최대 48°C, 특히 최대 45°C이다.
- [0148] 바람직한 구체예에서, 단계 (b)에서 승온은 $40 \pm 10^\circ\text{C}$, 바람직하게는 $45 \pm 10^\circ\text{C}$, 바람직하게는 $50 \pm 10^\circ\text{C}$, 바람직하게는 $55 \pm 10^\circ\text{C}$, 바람직하게는 $60 \pm 10^\circ\text{C}$, 바람직하게는 $65 \pm 10^\circ\text{C}$, 바람직하게는 $70 \pm 10^\circ\text{C}$ 범위 내이다.
- [0149] 바람직하게는, 단계 (b)에서 승온은 $53 \pm 20^\circ\text{C}$, 바람직하게는 $53 \pm 15^\circ\text{C}$, 더 바람직하게는 $53 \pm 12^\circ\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 $53 \pm 10^\circ\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 $53 \pm 8.0^\circ\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 $53 \pm 6.0^\circ\text{C}$, 가장 바람직하게는 $53 \pm 4.0^\circ\text{C}$, 특히 $53 \pm 3.0^\circ\text{C}$ 범위 내이다.

- [0150] 바람직한 구체예에서, 단계 (b)는 증발 조건 하에 수행되어 알룰로오스 조성물의 함수량을 감소시키고, 즉 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량을 증가시킨다.
- [0151] 바람직한 구체예에서, 단계 (b)는 알룰로오스 조성물을 가열함으로써 물을 함유하는 기체상을 생성하는 것을 수반하며, 상기 기체상은 대기압 미만으로 유지되는 기체압을 갖는다.
- [0152] 바람직하게는, 단계 (b)의 가스 압력은 최대 800mbar, 바람직하게는 최대 750 mbar, 바람직하게는 최대 700 mbar, 바람직하게는 최대 650 mbar, 바람직하게는 최대 600 mbar, 바람직하게는 최대 550 mbar, 바람직하게는 최대 500 mbar, 바람직하게는 최대 450 mbar, 바람직하게는 최대 400 mbar, 바람직하게는 최대 350 mbar, 바람직하게는 최대 300 mbar, 바람직하게는 최대 250 mbar, 바람직하게는 최대 200 mbar, 바람직하게는 최대 150 mbar, 바람직하게는 최대 100 mbar, 바람직하게는 최대 90 mbar, 바람직하게는 최대 80 mbar, 바람직하게는 최대 70 mbar, 바람직하게는 최대 60 mbar, 바람직하게는 최대 50 mbar, 바람직하게는 최대 40 mbar, 바람직하게는 최대 30 mbar, 바람직하게는 최대 20 mbar, 바람직하게는 최대 10 mbar이다.
- [0153] 바람직하게는, 단계 (b)에서의 가스 압력은 적어도 40 mbar, 바람직하게는 적어도 60 mbar, 보다 바람직하게는 적어도 80 mbar, 더욱 더 바람직하게는 적어도 100 mbar, 보다 더 바람직하게는 적어도 120 mbar, 보다 더 바람직하게는 적어도 140 mbar, 가장 바람직하게는 적어도 160 mbar, 특히 적어도 180 mbar이다.
- [0154] 바람직하게는, 단계 (b)의 가스 압력은 최대 260mbar; 바람직하게는 최대 230 mbar, 보다 바람직하게는 최대 200 mbar, 더욱 더 바람직하게는 최대 170 mbar, 보다 더 바람직하게는 최대 140 mbar, 훨씬 더 바람직하게는 최대 110 mbar, 가장 바람직하게는 최대 80 mbar, 특히 최대 50 mbar이다.
- [0155] 바람직하게는, 단계 (b)의 가스 압력은 450 ± 400 mbar; 바람직하게는 400 ± 350 mbar, 더 바람직하게는 350 ± 300 mbar, 더욱 더 바람직하게는 300 ± 250 mbar, 더욱 더 바람직하게는 250 ± 200 mbar, 더욱 더 바람직하게는 200 ± 150 mbar, 대부분 150 ± 100 mbar, 특히 125 ± 75 mbar 범위내이다.
- [0156] 바람직하게는, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 관하여 적어도 2.5중량%; 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 12.5중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 15중량%, 가장 바람직하게는 적어도 17.5중량%, 특히 적어도 20중량%의 함수량을 갖는다. 다른 바람직한 구체예에서, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 15 내지 45중량%, 바람직하게는 15 내지 35중량%(바람직하게는 알룰로오스 시럽), 또는 20 내지 30중량%(바람직하게는 원심분리 배출물)로 부터의 범위 내의 함수량을 갖는다.
- [0157] 바람직하게는, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 80중량%; 바람직하게는 최대 70중량%, 보다 바람직하게는 최대 60중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 50중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 40중량%, 훨씬 더 바람직하게는 최대 30중량%, 가장 바람직하게는 최대 20중량%, 특히 최대 10중량%의 함수량을 갖는다.
- [0158] 바람직하게는, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 70 ± 30 중량% ; 바람직하게는 70 ± 25 중량%, 더욱 바람직하게는 80 ± 20 중량%, 더욱 더 바람직하게는 80 ± 15 중량%, 더욱 더 바람직하게는 85 ± 15 중량%, 더욱 더 바람직하게는 85 ± 10 중량%, 최대 90 ± 10 중량%, 특히 95 ± 5.0 중량% 범위 내의 함수량을 갖는다.
- [0159] 바람직하게는, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 전 중량에 대하여 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 함수량 미만의 함수량을 가지며, 상대적인 차이는 적어도 -2.5 중량%, 바람직하게는 적어도 -5.0 중량%, 더 바람직하게는 적어도 -7.5 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 -10중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 -12.5중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 -15중량%, 가장 바람직하게는 적어도 -17.5중량%, 특히 적어도 -20중량%이다.
- [0160] 바람직하게는, 단계 (b)에서 얻어진 알룰로오스 조성물은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 65중량%, 바람직하게는 적어도 66중량%, 바람직하게는 적어도 67중량%, 바람직하게는 적어도 68중량%, 바람직하게는 적어도 69 중량%, 바람직하게는 적어도 70 중량%, 바람직하게는 적어도 71 중량%, 바람직하게는 적어도 72 중량%, 바람직하게는 적어도 73 중량%, 바람직하게는 적어도 74 중량%, 바람직하게는 적어도 75 중량%, 바람직하게는 적어도 76 중량%, 바람직하게는 적어도 77 중량%, 바람직하게는 적어도 78 중량%, 바람직하게는 적어도 79 중량%, 바람직하게는 적어도 80중량%, 바람직하게는 적어도 81중량%, 바람직하게는 적어도 82중량%

%, 바람직하게는 적어도 83중량%, 바람직하게는 적어도 84중량%, 바람직하게는 적어도 85 중량%, 바람직하게는 적어도 86 중량%, 바람직하게는 적어도 87 중량%, 바람직하게는 적어도 88 중량%, 바람직하게는 적어도 89 중량%, 바람직하게는 적어도 90 중량%, 바람직하게는 적어도 91 중량%, 바람직하게는 적어도 92 중량%, 바람직하게는 적어도 93 중량%, 바람직하게는 적어도 94 중량%, 바람직하게는 적어도 95중량%의 알룰로오스 함량을 갖는다.

[0161] 바람직하게는, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 61중량%, 바람직하게는 적어도 65중량%, 보다 바람직하게는 적어도 69중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 73 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 77 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 81 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 85 중량%, 특히 적어도 89 중량%의 알룰로오스 함량을 갖는다.

[0162] 바람직하게는, 단계 (b)에서 얻은 알룰로오스 조성물은 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 단계 (a)에서 제공되는 액체 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 보다 더 많은 알룰로오스 함량을 가지며, 상대적 차이는 적어도 2.5 중량%, 바람직하게는 적어도 5.0 중량%, 더 바람직하게는 적어도 7.5 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 10 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 12.5 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 15 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 17.5 중량%, 특히 적어도 20 중량%이다.

[0163] 본 발명에 따른 방법의 단계 (c)에서, 알룰로오스 조성물은 압출기에 공급된다. 일반적으로, 본 발명에 따른 압출기는 전형적으로 압출될 출발 물질을 압출기로 공급하기 위한 입구 및 압출기로부터 압출된 물질을 인출하기 위한 출구를 갖추고 있다.

[0164] 상업용 압출기에는 일반적으로 압출할 재료를 공급하기 위한 공급 장치(공급 모듈)가 장착되어 있다. 즉, 공급 장치는 압출기 입구에 있다. 본 발명에 따르면 알룰로오스 조성물은 액체 상태로 압출기에 공급되기 때문에, 압출기의 공급 장치는 바람직하게는 액체 또는 반액체 재료를 수용하도록 구성된다.

[0165] 압출기의 종류는 특별히 제한되지 않는다. 바람직하게는, 압출기는 단축 압출기, 이축 압출기 또는 유성 롤러 압출기(유성 기어 압출기)이다. 이러한 유형의 압출기는 당업자에게 알려져 있고 상업적으로 입수가 가능하다. 하나의 압출기에서 상이한 압출기 시스템의 단면적 조합뿐만 아니라 유사하거나 다른 압출기와의 조합을 모두 포함하는 다양한 압출기가 당업자에게 공지되어 있다. 동일한 시스템의 압출기 섹션 조합도 마찬가지로 포함된다. 즉, 본원에서 사용되는 "압출기"라는 용어는 모듈식, 단면식, 통합식, 직렬식 등을 포함하는 다양한 유형 및 설계의 압출기를 지칭한다.

[0166] 바람직한 구체예에서, 압출기는 단축 압출기이다.

[0167] 바람직한 구체예에서, 압출기는 역회전 스크류 구조 또는 동회전 스크류 구조를 갖는 이축 압출기이다.

[0168] 다른 바람직한 구체예에서, 압출기는 유성 롤러 압출기이다. 일반적으로 유성 롤러 압출기에는 중앙 스펀들을 중심으로 회전하는 여러 개의 유성 스펀들이 장착되어 있다. 중앙 스펀들과 같은 유성 스펀들에는 인벌류트 톱니 형태의 한 가지 가능한 예에서 톱니, 일반적으로 나선형 톱니가 있다.

[0169] 유성 롤러 압출기의 압출기 하우징은 톱니형 라이너가 장착된 하나의 가능한 예에서 내부적으로 톱니형일 수도 있다. 유성 스펀들은 중앙 스펀들과 압출기 하우징 또는 라이너와 맞물린다. 톱니의 플랭크 압력 하에서 축 방향 압력이 스러스트 베어링 또는 스러스트 링에 의해 흡수되지 않으면 유성 스펀들은 축 방향으로 바깥쪽으로 이동한다. 종래의 압출기는 바람직하게 하우징의 단부에 스러스트 링을 가져서, 관련된 하우징이 전술한 플랜지로 클램핑/나사 고정될 때 스러스트 링이 제 위치에 놓이도록 한다. 스러스트 링은 바람직하게는 중앙 스펀들을 더 크거나 작은 간격으로 둘러싼다. 유성 롤러 압출기에서 가공 또는 처리된 공급원료, 즉 압출되는 알룰로오스 조성물은 스러스트 링과 중앙 스펀들 사이의 갭을 통해 운반된다.

[0170] 바람직하게는, 유성 롤러 압출기의 일부 압출 유닛은 이러한 유성 롤러 압출기 섹션을 갖는다. 각 유성 롤러 압출기 섹션에는 중앙 스펀들, 하우징, 중앙 스펀들과 내부 톱니 하우징에서 회전하는 유성 스펀들이 있다. 동시에 스러스트 링은 유성 스펀들이 하우징으로 부터 축 방향으로 움직이는 것을 방지, 제한 및/또는 최소화한다. 이와 관련하여 유성 스펀들은 스러스트 링 위 또는 반대 방향으로 활주한다. 스러스트 링은 다양한 유성 롤러 압출기 섹션의 하우징 끝 사이에 고정된다. 스러스트 링과 중앙 스펀들 사이에는 일반적으로 하나의 압출기 섹션에서 공급원료, 즉 압출되는 알룰로오스 조성물이 다음 섹션으로 통과하는 간격이 있다. 바람직하게는 유성 롤러 압출기 섹션을 위해 공통 중앙 스펀들이 제공된다. 스러스트 링과 중앙 스펀들 사이에 간격을 형성하는 것은 중앙 스펀들에 톱니가 간격에 제공되지 않는 경우에 유리하다. 일부 유성 롤러 압출기는 다양한 유성 롤러

압출기 섹션을 갖지만 바람직하게는 공통 중앙 스핀들이 섹션을 통해 연장된다(예컨대 US 2018 281 263호 참조).

- [0171] 바람직하게는, 압출기는 탈기 섹션을 갖추고 있다. 탈기 섹션이 장착된 유성 롤러 압출기가 예를 들어 미국 2020 001 502호에 개시되어 있다.
- [0172] 압출기는 선택된 배럴 온도를 유지하기 위해 가열될 수 있는 배럴을 장착하는 것이 바람직하다. 압출기 배출구에는 압출물을 원하는 길이로 자르기 위해 다이페이스 커터를 장착할 수도 있다.
- [0173] 바람직하게는, 압출기는 $3.0 \pm 2.5\text{m}$, 더 바람직하게는 $3.0 \pm 2.0\text{m}$, 더욱 더 바람직하게는 $3.0 \pm 1.5\text{m}$, 더욱 더 바람직하게는 $3.0 \pm 1.0\text{m}$, 더욱 더 바람직하게는 $3.0 \pm 0.5\text{m}$ 의 길이에 걸쳐 압출이 수행되는 압출 챔버를 갖추고 있다.
- [0174] 바람직하게는, 압출 조건은 전단력, 특정 수송 요소의 사용 및/또는 특정 역혼합 요소의 사용과 관련하여 최적화된다. 이들 측정 및 요소는 당업자에게 공지되어 있다. 백-믹싱 요소와 관련하여 본 출원에 포함되는 EP 0 919 127 A1를 참고로 들 수 있다. 인접한 역혼합 영역에서 압출기 샤프트에는 역혼합 요소 또는 압출된 물질이 전방으로 이동하는 동안 통과할 수 있는 개구가 있는 역방향 작동 나사 섹션이 있다. 역혼합 구역에서 압출된 덩어리는 특히 친밀하게 혼합되어 압출된 덩어리에 공기가 고르게 분포된다.
- [0175] 바람직하게는, 압출기에 혼련 요소가 장착되어 있다.
- [0176] 바람직하게는, 압출기는 수송 요소를 갖추고 있다.
- [0177] 바람직하게는, 압출기는 각각 5 내지 50; 바람직하게는 10 내지 40 또는 15 내지 35 또는 20 내지 30범위 내의 길이 대 직경 비(L/D)를 갖는 하나의 나사 또는 두 개의 나사를 갖추고 있다.
- [0178] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 적어도 35°C ; 바람직하게는 적어도 40°C , 보다 바람직하게는 적어도 43°C , 더욱 더 바람직하게는 적어도 46°C , 보다 더 바람직하게는 적어도 49°C , 보다 더 바람직하게는 적어도 52°C , 가장 바람직하게는 적어도 55°C , 특히 적어도 58°C 의 온도를 갖는다.
- [0179] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 최대 70°C ; 바람직하게는 최대 65°C , 보다 바람직하게는 최대 60°C , 더욱 더 바람직하게는 최대 57°C , 보다 더 바람직하게는 최대 54°C , 훨씬 더 바람직하게는 최대 51°C , 가장 바람직하게는 최대 48°C , 특히 최대 45°C 의 온도를 갖는다.
- [0180] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 $53 \pm 20^\circ\text{C}$; 바람직하게는 $53 \pm 15^\circ\text{C}$, 더 바람직하게는 $53 \pm 12^\circ\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 $53 \pm 10^\circ\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 $53 \pm 8.0^\circ\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 $53 \pm 6.0^\circ\text{C}$, 가장 바람직하게는 $53 \pm 4.0^\circ\text{C}$, 및 특히 $53 \pm 3.0^\circ\text{C}$ 범위내의 온도를 갖는다.
- [0181] 바람직하게는, 압출 온도는 50 내지 60°C 범위내이고, 여기서 50 내지 60°C 범위의 온도를 갖는 액체 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 가열 요소에 의한 추가 열 공급 없이 압출기에서 전달되는 반면, 열 소실로 인해 압출기 출구에서의 조성물 온도는 압출기 입구에서의 온도보다 낮을 수 있으며, 열 소실로 인해 압출기 출구에서의 조성물 온도는 압출기 입구에서의 온도보다 낮을 수 있으며, 압출기 출구에서의 조성물 온도는 또한 50 내지 60°C 범위내가 바람직하다.
- [0182] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 65중량%, 바람직하게는 적어도 66중량%, 바람직하게는 적어도 67중량%, 바람직하게는 적어도 68 중량%, 바람직하게는 적어도 69 중량%, 바람직하게는 적어도 70 중량%, 바람직하게는 적어도 71 중량%, 바람직하게는 적어도 72 중량%, 바람직하게는 적어도 73 중량%, 바람직하게는 적어도 74 중량%, 바람직하게는 적어도 75 중량%, 바람직하게는 적어도 76 중량%, 바람직하게는 적어도 77 중량%, 바람직하게는 적어도 78 중량%, 바람직하게는 적어도 79 중량%, 바람직하게는 적어도 80 중량%, 바람직하게는 적어도 81 중량%, 바람직하게는 적어도 82 중량%, 바람직하게는 적어도 83 중량%, 바람직하게는 적어도 84 중량%, 바람직하게는 적어도 85 중량%, 바람직하게는 적어도 86 중량%, 바람직하게는 적어도 87 중량%, 바람직하게는 적어도 88 중량%, 바람직하게는 적어도 89 중량%, 바람직하게는 적어도 90 중량%, 바람직하게는 적어도 91중량%, 바람직하게는 적어도 92중량%, 바람직하게는 적어도 93중량%, 바람직하게는 적어도 94중량%, 바람직하게는 적어도 95 중량%, 바람직하게는 적어도 96 중량%, 바람직하게는 적어도 97 중량%, 바람직하게는 적어도 98 중량%, 바람직하게는 적어도 99 중량%, 바람직하게는 적어도 91 중량%, 바람직하게는 적어도 92중량%, 바람직하게는 적어도 93중량%, 바람직하게는 적어도 94중량%, 바람직하게는 적어도 95중량%의 알룰로오스 함량을 갖는다.

[0183] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 99.5중량%; 바람직하게는 최대 99.0 중량%, 바람직하게는 최대 98.5 중량%, 바람직하게는 최대 98.0 중량%, 바람직하게는 최대 97.5 중량%, 바람직하게는 최대 97.0 중량%, 바람직하게는 최대 96.5 중량%, 바람직하게는 최대 96.0중량%, 바람직하게는 최대 95.5중량%, 바람직하게는 최대 95.0중량%의 알룰로오스 함량을 갖는다.

[0184] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 2.5중량%; 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 12.5중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 15중량%, 가장 바람직하게는 17.5중량% 이상, 특히 20중량% 이상의 함수량을 갖는다.

[0185] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 80중량%; 바람직하게는 최대 70중량%, 보다 바람직하게는 최대 60중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 50중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 40중량%, 훨씬 더 바람직하게는 최대 30중량%, 가장 바람직하게는 최대 20중량%, 특히 최대 10중량%의 함수량을 갖는다. 바람직한 구체예에서, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 최대 9.0중량%; 바람직하게는 최대 8.0중량%, 보다 바람직하게는 최대 7.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 6.0중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 5.0중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 4.0중량%, 가장 바람직하게는 최대 3.0중량%, 특히 최대 2.0중량%의 함수량을 갖는다. 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 10 중량% 미만, 보다 바람직하게는 3.0 내지 5.0 중량% 범위 내의 함수량을 갖는다.

[0186] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기로 공급되는 알룰로오스 조성물은 실온(23℃)에서 순수 중의 알룰로오스의 포화 농도와 비교하여 과포화된다. 단계 (c)에서 알룰로오스 조성물이 승온에서 압출기에 공급되는 경우, 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 상기 승온에서 순수 중의 알룰로오스의 포화 농도와 비교하여 과포화된다.

[0187] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기로 공급되는 알룰로오스 조성물은 주어진 온도에서 순수한 물 중의 알룰로오스의 포화 농도보다 적어도 1.0중량%, 바람직하게는 적어도 2.0중량%, 더 바람직하게는 적어도 3.0 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 4.0 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 5.0 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 6.0 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 7.0 중량%, 특히 적어도 8.0 중량% 높은 알룰로오스 농도를 갖는다. 주어진 온도에서 순수한 물 중의 알룰로오스의 포화 농도는 바람직하게는 결정질 알룰로오스의 모결정(seed crystal)을 사용하는 일상적인 실험 시험에 의해 당업자에 의해 결정될 수 있다; 알룰로오스 조성물이 과포화되었지만 결정화가 방해되는 경우, 예를 들어, 동역학적으로 방해 받는 모결정의 첨가는 일반적으로 결정화를 유도하다. 명세서에 따르면, 주어진 온도에서 순수한 물 중의 주어진 알룰로오스 용액에 모결정이 첨가되고 일정한 조건 하에서 2시간 이내에 결정화가 일어나지 않는 경우, 상기 용액은 아직 과포화되지 않은 것이다.

[0188] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 알룰로오스 함량("cont.", [중량%]) 및 구체에 X^1 내지 X^{56} 중 어느 하나에 따른 온도("T", [℃])를 갖는다.

	X^1	X^2	X^3	X^4	X^5	X^6	X^7	X^8	X^9	X^{10}	X^{11}	X^{12}	X^{13}	X^{14}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≥40	≥40	≥40	≥40	≥40	≥40	≥40	≥50	≥50	≥50	≥50	≥50	≥50	≥50
	X^{15}	X^{16}	X^{17}	X^{18}	X^{19}	X^{20}	X^{21}	X^{22}	X^{23}	X^{24}	X^{25}	X^{26}	X^{27}	X^{28}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≥60	≥60	≥60	≥60	≥60	≥60	≥60	≥70	≥70	≥70	≥70	≥70	≥70	≥70
	X^{29}	X^{30}	X^{31}	X^{32}	X^{33}	X^{34}	X^{35}	X^{36}	X^{37}	X^{38}	X^{39}	X^{40}	X^{41}	X^{42}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≤90	≤90	≤90	≤90	≤90	≤90	≤90	≤80	≤80	≤80	≤80	≤80	≤80	≤80
	X^{43}	X^{44}	X^{45}	X^{46}	X^{47}	X^{48}	X^{49}	X^{50}	X^{51}	X^{52}	X^{53}	X^{54}	X^{55}	X^{56}
함량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	≤70	≤70	≤70	≤70	≤70	≤70	≤70	≤60	≤60	≤60	≤60	≤60	≤60	≤60

[0189] 바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물은 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 알룰로오스 함량("cont.", [중량%]) 및 구체에 Y^1 내지 Y^{91} 중 어느 하나에 따른 온도("T",

[℃])를 갖는다.

	Y ¹	Y ²	Y ³	Y ⁴	Y ⁵	Y ⁶	Y ⁷	Y ⁸	Y ⁹	Y ¹⁰	Y ¹¹	Y ¹²	Y ¹³	Y ¹⁴
합량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	40-90	40-90	40-90	40-90	40-90	40-90	40-90	50-90	50-90	50-90	50-90	50-90	50-90	50-90
	Y ¹⁵	Y ¹⁶	Y ¹⁷	Y ¹⁸	Y ¹⁹	Y ²⁰	Y ²¹	Y ²²	Y ²³	Y ²⁴	Y ²⁵	Y ²⁶	Y ²⁷	Y ²⁸
합량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	60-90	60-90	60-90	60-90	60-90	60-90	60-90	70-90	70-90	70-90	70-90	70-90	70-90	70-90
	Y ²⁹	Y ³⁰	Y ³¹	Y ³²	Y ³³	Y ³⁴	Y ³⁵	Y ³⁶	Y ³⁷	Y ³⁸	Y ³⁹	Y ⁴⁰	Y ⁴¹	Y ⁴²
합량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	40-80	40-80	40-80	40-80	40-80	40-80	40-80	50-80	50-80	50-80	50-80	50-80	50-80	50-80
	Y ⁴³	Y ⁴⁴	Y ⁴⁵	Y ⁴⁶	Y ⁴⁷	Y ⁴⁸	Y ⁴⁹	Y ⁵⁰	Y ⁵¹	Y ⁵²	Y ⁵³	Y ⁵⁴	Y ⁵⁵	Y ⁵⁶
합량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	60-80	60-80	60-80	60-80	60-80	60-80	60-80	70-80	70-80	70-80	70-80	70-80	70-80	70-80
	Y ⁵⁷	Y ⁵⁸	Y ⁵⁹	Y ⁶⁰	Y ⁶¹	Y ⁶²	Y ⁶³	Y ⁶⁴	Y ⁶⁵	Y ⁶⁶	Y ⁶⁷	Y ⁶⁸	Y ⁶⁹	Y ⁷⁰
합량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	40-70	40-70	40-70	40-70	40-70	40-70	40-70	50-70	50-70	50-70	50-70	50-70	50-70	50-70
	Y ⁷¹	Y ⁷²	Y ⁷³	Y ⁷⁴	Y ⁷⁵	Y ⁷⁶	Y ⁷⁷	Y ⁷⁸	Y ⁷⁹	Y ⁸⁰	Y ⁸¹	Y ⁸²	Y ⁸³	Y ⁸⁴
합량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95
T	60-70	60-70	60-70	60-70	60-70	60-70	60-70	40-60	40-60	40-60	40-60	40-60	40-60	40-60
	Y ⁸⁵	Y ⁸⁶	Y ⁸⁷	Y ⁸⁸	Y ⁸⁹	Y ⁹⁰	Y ⁹¹							
합량	≥65	≥70	≥75	≥80	≥85	≥90	≥95							
T	50-60	50-60	50-60	50-60	50-60	50-60	50-60							

[0191]

[0192]

바람직한 구체예에서, 본 발명에 따른 공정의 단계 (d)는 증발 조건 하에서 수행되며 공급원료, 즉 액체 알룰로오스 조성물을 건조시키는 목적을 제공한다. 이들 바람직한 구체예에 따르면, 압출기는 압출 건조, 바람직하게는 가열 압출 건조에 사용될 수 있다.

[0193]

명세서의 목적을 위해, "증발 조건" 하에서의 압출은 방출된 증기, 특히 수증기가 압출기로부터 인출되는 경우 바람직한 상태이다.

[0194]

가열 압출 건조는 전형적으로 바람직하게는 건조될 알룰로오스 조성물을 가열된 배럴이 장착된 압출기의 입구에 연속적으로 공급하고 압출기에서 나올 때 건조된 물질을 연속적으로 수집함으로써 수행된다. 압출 건조기의 가열된 배럴은 압출기의 내용물을 가열하여 건조할 재료에 포함된 수분을 휘발시킨다. 수증기가 빠져나갈 수 있도록 압출기 배럴을 환기시킬 수 있다.

[0195]

바람직하게는, 본 발명에 따른 방법의 단계 (c)는 모결정을 압출기에 공급하는 것을 포함한다.

[0196]

바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 모결정의 양은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 3.0중량%; 바람직하게는 적어도 4.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 6.0중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 7.0중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 8.0중량%, 가장 바람직하게는 적어도 9.0중량%, 특히 적어도 10중량%이다.

[0197]

바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 모결정의 양은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 최대 24중량%; 바람직하게는 최대 22 중량%, 보다 바람직하게는 최대 20 중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 18 중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 16 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 최대 14 중량%, 가장 바람직하게는 최대 12중량%, 특히 최대 10중량%이다.

[0198]

바람직하게는, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 모결정의 양은 각각의 경우에 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 10±8.0 중량%; 바람직하게는 10±7.0중량%, 더욱 바람직하게는 10±6.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 10±5.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 10±4.0중량%, 더욱 더 바람직하게는 10±3.0중량%, 가장 바람직하게는 10±2.0중량%, 특히 10±1.0중량%의 범위내이다.

[0199]

바람직하게는, 모결정은 평균 입자 크기가 12 μm 이상, 바람직하게는 24 μm 이상, 보다 바람직하게는 36 μm 이상, 더욱 더 바람직하게는 48 μm 이상, 보다 더 바람직하게는 75 μm 이상, 보다 더 바람직하게는 100μm 이상, 가장 바람직하게는 145μm 이상, 특히 190μm 이상이다.

- [0200] 바람직하게는, 모결정의 평균 입자 크기는 최대 190 μm , 바람직하게는 최대 145 μm , 보다 바람직하게는 최대 100 μm , 더욱 더 바람직하게는 최대 75 μm , 보다 더 바람직하게는 최대 48 μm , 훨씬 더 바람직하게는 최대 36 μm , 가장 바람직하게는 최대 24 μm , 특히 최대 12 μm 이다.
- [0201] 바람직하게는, 모결정은 12 \pm 10 μm 범위 내의 평균 입자 크기를 갖고; 바람직하게는 12 \pm 8.0 μm , 더 바람직하게는 12 \pm 7.0 μm , 더욱 더 바람직하게는 12 \pm 6.0 μm , 더욱 더 바람직하게는 12 \pm 5.0 μm , 더욱 더 바람직하게는 12 \pm 4.0 μm , 대부분 12 \pm 3.0 μm , 특히 12 \pm 2.0 μm 의 범위내의 평균 입자 크기를 갖는다.
- [0202] 바람직하게는, 모결정은 36 \pm 24 μm ; 바람직하게는 36 \pm 18 μm , 더 바람직하게는 36 \pm 14 μm , 더욱 더 바람직하게는 36 \pm 10 μm , 더욱 더 바람직하게는 36 \pm 8.0 μm , 더욱 더 바람직하게는 36 \pm 6.0 μm , 가장 바람직하게는 36 \pm 4.0 μm , 특히 36 \pm 2.0 μm 의 범위 내의 평균 입자 크기를 갖는다.
- [0203] 바람직하게는, 모결정은 190 \pm 178 μm ; 바람직하게는 190 \pm 154 μm , 더 바람직하게는 190 \pm 96 μm , 더욱 더 바람직하게는 190 \pm 48 μm , 더욱 더 바람직하게는 190 \pm 24 μm , 더욱 더 바람직하게는 190 \pm 12 μm , 가장 바람직하게는 190 \pm 6.0 μm , 특히 190 \pm 2.0 μm 의 범위내의 평균 입자 크기를 갖는다.
- [0204] 명세서의 목적을 위해, 평균 입자 크기는 바람직하게는 기하 평균 직경(d_{gm})으로 표현되고, 바람직하게는 미국 농업 및 생물학 학회(ASABE), ANSI/ASAE S319. 2008년 2월 4일 "*체(sieving)에 의한 사료 원료의 섬도 측정 및 표현 방법*" 에 따라 바람직하게 체 분석에 의해 측정되는 것이 바람직하다.
- [0205] 본 발명에 따른 방법의 단계 (d)에서, 알룰로오스 조성물은 압출기에서 압출된다. 바람직하게는, 알룰로오스 조성물은 압출기에서 전단력을 받는다. 바람직한 구체예에서, 알룰로오스 조성물은 증발 조건 하에 압출기에서 건조된다.
- [0206] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기는 수평 배열로 작동된다.
- [0207] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기는 승온 압출 온도에서 작동된다.
- [0208] 바람직하게는, 단계 (d)에서 승온 압출 온도는 적어도 30 $^{\circ}\text{C}$ 이고; 바람직하게는 적어도 31 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 32 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 33 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 34 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 35 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 36 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 37 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 38 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 39 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 40 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 41 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 42 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 43 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 44 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 45 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 46 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 47 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 48 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 49 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 50 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 51 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 52 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 53 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 54 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 55 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 56 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 57 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 58 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 59 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 적어도 60 $^{\circ}\text{C}$ 이다.
- [0209] 바람직하게는, 단계 (d)에서 승온은 최대 80 $^{\circ}\text{C}$ 이고; 바람직하게는 최대 79 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 78 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 77 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 76 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 75 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 74 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 73 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 72 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 71 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 70 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 69 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 68 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 67 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 66 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 65 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 64 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 63 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 62 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 61 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 60 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 59 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 58 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 57 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 56 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 55 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 54 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 53 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 52 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 51 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 최대 50 $^{\circ}\text{C}$ 이다.
- [0210] 바람직하게는, 단계 (d)에서 상승된 압출 온도는 적어도 35 $^{\circ}\text{C}$ 이고; 바람직하게는 적어도 40 $^{\circ}\text{C}$, 보다 바람직하게는 적어도 43 $^{\circ}\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 적어도 46 $^{\circ}\text{C}$, 보다 더 바람직하게는 적어도 49 $^{\circ}\text{C}$, 보다 더 바람직하게는 적어도 52 $^{\circ}\text{C}$, 가장 바람직하게는 적어도 55 $^{\circ}\text{C}$, 특히 적어도 58 $^{\circ}\text{C}$ 이다.
- [0211] 바람직하게는, 단계 (d)에서 상승된 압출 온도는 최대 70 $^{\circ}\text{C}$ 이고; 바람직하게는 최대 65 $^{\circ}\text{C}$, 보다 바람직하게는 최대 60 $^{\circ}\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 최대 57 $^{\circ}\text{C}$, 보다 더 바람직하게는 최대 54 $^{\circ}\text{C}$, 훨씬 더 바람직하게는 최대 51 $^{\circ}\text{C}$, 가장 바람직하게는 최대 48 $^{\circ}\text{C}$, 특히 최대 45 $^{\circ}\text{C}$ 이다.
- [0212] 바람직하게는, 단계 (d)에서 상승된 압출 온도는 53 \pm 20 $^{\circ}\text{C}$ 범위 내이고; 바람직하게는 53 \pm 15 $^{\circ}\text{C}$, 더 바람직하게는 53 \pm 12 $^{\circ}\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 53 \pm 10 $^{\circ}\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 53 \pm 8.0 $^{\circ}\text{C}$, 더욱 더 바람직하게는 53 \pm 6.0

℃, 가장 바람직하게는 $53 \pm 4.0^\circ\text{C}$, 및 특히 $53 \pm 3.0^\circ\text{C}$ 의 범위 내이다.

- [0213] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출 온도는 50 내지 60°C 범위이고, 50 내지 60°C 범위 내의 온도를 갖는 액체 알룰로오스 조성물은 가열 요소에 의한 추가 열 공급 없이 바람직하게 압출기로 전달되며, 열 소실로 인해 압출기 출구에서의 조성물 온도는 압출기 입구에서의 온도보다 낮을 수 있으며, 열 소실로 인해 압출기 출구에서의 조성물 온도는 압출기 입구에서의 온도보다 낮을 수 있으며, 압출기 출구에서의 조성물 온도는 또한 50 내지 60°C 범위내가 바람직하다.
- [0214] 바람직하게는, 압출기는 압출 방향으로 온도 T_1 에서 작동되는 제1 온도 구역, 이어서 온도 T_2 에서 작동되는 제2 온도 구역을 포함하며, 여기서 $T_1 > T_2$ 또는 $T_2 > T_1$ 이다.
- [0215] 바람직하게는, 압출기는 압출 방향으로 온도 T_1 에서 작동되는 제1 온도 구역, 이어서 온도 T_2 에서 작동되는 제2 온도 구역, 압출 방향으로 온도 T_3 에서 작동되는 제3 온도 구역을 포함하며, 여기에서 $T_1 > T_2 > T_3$ 또는 $T_1 > T_3 > T_2$ 또는 $T_2 > T_1 > T_3$ 또는 $T_2 > T_3 > T_1$ 또는 $T_3 > T_1 > T_2$ 또는 $T_3 > T_2 > T_1$ 이다.
- [0216] 특정 구체예에서 공급원료, 즉 압출되는 알룰로오스 조성물이 압출 과정에서 냉각될 수 있다는 것이 원칙적으로 또한 고려된다.
- [0217] 바람직한 구체예에서, 압출되는 알룰로오스 조성물은 압출기로부터 인출되는 알룰로오스 조성물의 온도가, 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 온도 미만의 온도를 갖도록 압출 과정에서 냉각된다.
- [0218] 바람직한 구체예에서, 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 온도와 비교하여 압출기로부터 인출되는 알룰로오스 조성물의 온도 사이의 상대 온도 차이는 적어도 -1.0°C , 보다 바람직하게는 적어도 -2.0°C , 더욱 더 바람직하게는 적어도 -3.0°C 이상, 더욱 더 바람직하게는 적어도 -4.0°C , 더욱 더 바람직하게는 적어도 -5.0°C , 가장 바람직하게는 적어도 -6.0°C , 특히 적어도 -7.0°C 이다.
- [0219] 바람직한 구체예에서, 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 온도와 비교하여 압출기로부터 인출되는 알룰로오스 조성물의 온도 사이의 상대적인 온도 차이는 적어도 -8.0°C , 보다 바람직하게는 적어도 -9.0°C , 더욱 더 바람직하게는 적어도 -10°C 이상, 더욱 더 바람직하게는 적어도 -12°C 이상, 더욱 더 바람직하게는 적어도 -14°C , 가장 바람직하게는 적어도 -16°C , 특히 적어도 -18°C 이다.
- [0220] 압출은 바람직하게는 공급원료, 즉 압출될 덩어리가 다이를 통해 가압되는 압출기에서 일어난다. 다이의 구멍 직경은 입자 직경을 결정한다.
- [0221] 바람직하게는, 다이의 구멍 직경은 적어도 0.1mm이고; 바람직하게는 적어도 0.2 mm, 바람직하게는 적어도 0.3 mm, 바람직하게는 적어도 0.4 mm. 바람직하게는, 다이의 구멍 직경은 최대 2.0mm이고; 바람직하게는 최대 1.8 mm, 바람직하게는 최대 1.6 mm, 바람직하게는 최대 1.4 mm, 바람직하게는 최대 1.2 mm, 바람직하게는 최대 1.0 mm. 바람직하게는, 다이의 홀 직경은 0.3 내지 2mm 범위, 특히 0.4 내지 1.0mm 범위이다.
- [0222] 바람직하게는, 단계 (d)는 압출기에서 알룰로오스 조성물에 증가된 압력을 가하는 것을 포함한다.
- [0223] 바람직하게는, 증가된 압력은 적어도 1.5 bar이고; 바람직하게는 적어도 2.0 bar, 바람직하게는 적어도 2.5 bar, 바람직하게는 적어도 3.0 bar, 바람직하게는 적어도 3.5 bar, 바람직하게는 적어도 4.0 bar, 바람직하게는 적어도 4.5 bar, 바람직하게는 적어도 5.0 bar, 바람직하게는 적어도 6.0 bar, 바람직하게는 적어도 7.0 bar, 바람직하게는 적어도 8.0 bar, 바람직하게는 적어도 9.0 bar, 바람직하게는 적어도 10 bar이다.
- [0224] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 적어도 10초이고; 바람직하게는 적어도 20초, 바람직하게는 적어도 30초, 바람직하게는 적어도 40초, 바람직하게는 적어도 50초, 바람직하게는 적어도 60초, 바람직하게는 적어도 70초, 바람직하게는 적어도 80초, 바람직하게는 적어도 90초, 바람직하게는 적어도 100초, 바람직하게는 적어도 110초, 바람직하게는 적어도 120초이다.
- [0225] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 최대 1000초이고; 바람직하게는 최대 950초, 바람직하게는 최대 900초, 바람직하게는 최대 850초, 바람직하게는 최대 800초, 바람직하게는 최대 750초, 바람직하게는 최대 700초, 바람직하게는 최대 650초, 바람직하게는 최대 600초, 바람직하게는 최대 550초, 바람직하게는 최대 500초, 바람직하게는 최대 450초, 바람직하게는 최대 400초, 바람직하게는 최대 350초, 바람직하게는 최대 300초이다.
- [0226] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 적어도 2.0초이고; 바람직하게

는 적어도 4.0초, 더 바람직하게는 적어도 6.0초, 더욱 더 바람직하게는 적어도 8.0초, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10초, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 15초, 가장 바람직하게는 적어도 30초, 특히 적어도 60초 초이다.

- [0227] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 최대 1800초이고; 바람직하게는 최대 900초, 보다 바람직하게는 최대 600초, 더욱 더 바람직하게는 최대 540초, 보다 더 바람직하게는 최대 480초, 훨씬 더 바람직하게는 최대 420초, 가장 바람직하게는 최대 360초, 특히 최대 300초이다.
- [0228] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 320 ± 240 초 범위 내이고; 바람직하게는 160 ± 120 초, 더 바람직하게는 80 ± 60 초, 더욱 더 바람직하게는 40 ± 30 초, 더욱 더 바람직하게는 20 ± 15 초, 더욱 더 바람직하게는 10 ± 7.5 초, 가장 바람직하게는 7.5 ± 5.0 초, 특히 5.0 ± 2.0 초의 범위내이다.
- [0229] 특히 바람직한 구체예에서, 단계 (d)에서 압출기에서 알룰로오스 조성물의 평균 체류 시간은 5 내지 10분, 즉 300 내지 600초 범위 내이다.
- [0230] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기는 적어도 10 Nm의 최대 토크에서 작동되고; 바람직하게는 적어도 20 Nm, 바람직하게는 적어도 30 Nm, 바람직하게는 적어도 40 Nm, 바람직하게는 적어도 50 Nm, 바람직하게는 적어도 60 Nm, 바람직하게는 적어도 70 Nm, 바람직하게는 적어도 80 Nm, 바람직하게는 적어도 90 Nm, 바람직하게는 적어도 100Nm의 최대 토크에서 작동된다.
- [0231] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기는 최대 200Nm의 최대 토크에서 작동되고; 바람직하게는 최대 190 Nm, 바람직하게는 최대 180 Nm, 바람직하게는 최대 170 Nm, 바람직하게는 최대 160 Nm, 바람직하게는 최대 150 Nm, 바람직하게는 최대 140 Nm, 바람직하게는 최대 120 Nm의 최대 토크에서 작동된다.
- [0232] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기는 적어도 5rpm의 회전 속도로 작동되고; 바람직하게는 적어도 10 rpm, 바람직하게는 적어도 15 rpm, 바람직하게는 적어도 20 rpm, 바람직하게는 적어도 25 rpm, 바람직하게는 적어도 30 rpm, 바람직하게는 적어도 35 rpm, 바람직하게는 적어도 40 rpm, 바람직하게는 적어도 50 rpm의 회전속도로 작동된다.
- [0233] 바람직하게는, 단계 (d)에서 압출기는 최대 200rpm의 회전 속도로 작동되고; 바람직하게는 최대 190 rpm, 바람직하게는 최대 180 rpm, 바람직하게는 최대 170 rpm, 바람직하게는 최대 160 rpm, 바람직하게는 최대 150 rpm, 바람직하게는 최대 140 rpm, 바람직하게는 최대 130 rpm, 바람직하게는 최대 120 rpm, 바람직하게는 최대 110rpm, 바람직하게는 최대 100rpm의 회전속도로 작동된다.
- [0234] 압출 공정 과정에서, 알룰로오스는 바람직하게는 용액으로부터 침전 및/또는 결정화되기 시작한다. 바람직하게는, 침전물은 본질적으로 유리질 무정형, 즉 비결정질 상태이다. 바람직한 구체예에서, 고화된 알룰로오스 조성물은 액체 알룰로오스 조성물에 존재했던 알룰로오스의 다양한 아노머가 고화된 유리로 간주될 수 있다. 알룰로오스는 수용액으로부터 단독으로 β -피라노오스로 결정화되고 압출 조건 하에서 액체 알룰로오스는 바람직하게는 아노머 β -피라노오스 형태로 완전히 전환하기에 충분한 시간을 가지지 않기 때문에, 압출기에서의 압출 단계는 바람직하게는 상당량의 알룰로오스를 비정질 상태로 고화시킨다.
- [0235] 바람직한 구체예에서, 알룰로오스 조성물은 증발 조건 하에서 압출기에서 압출되며, 즉 그러한 압출은 바람직하게는 압출되는 알룰로오스 조성물의 수분 함량 또는 알룰로오스 함량을 상당히 변경하지 않는다. 이와 관련하여, 압출된 물질이 압출기에서 나온 후에 플래시 증발이 발생할 수 있고 그러한 플래시 증발이 압출기 외부의 알룰로오스 조성물의 수분 함량 또는 알룰로오스 함량을 약간 감소시킬 수 있는 것으로 생각된다.
- [0236] 다른 바람직한 구체예에서, 알룰로오스 조성물은 증발 조건 하에 압출기에서 건조된다. 따라서, 바람직한 구체예에서, 단계 (d)는 알룰로오스를 함유하는 알룰로오스 조성물 및 물을 함유하는 기체상을 압출기에서 이송하는 것을 수반하며, 기체상은 대기압 미만으로 유지되는 기체압을 갖는다.
- [0237] 바람직하게는, 단계 (d)에서의 가스 압력은 최대 800mbar이고; 바람직하게는 최대 750 mbar, 바람직하게는 최대 700 mbar, 바람직하게는 최대 650 mbar, 바람직하게는 최대 600 mbar, 바람직하게는 최대 550 mbar, 바람직하게는 최대 500 mbar, 바람직하게는 최대 450 mbar, 바람직하게는 최대 400 mbar, 바람직하게는 최대 350 mbar, 바람직하게는 최대 300 mbar, 바람직하게는 최대 250 mbar, 바람직하게는 최대 200 mbar, 바람직하게는 최대 150 mbar, 바람직하게는 최대 100 mbar, 바람직하게는 최대 90 mbar, 바람직하게는 최대 80 mbar, 바람직하게는 최대 70 mbar, 바람직하게는 최대 60 mbar, 바람직하게는 최대 50 mbar, 바람직하게는 최대 40 mbar, 바람직하게는 최대 30 mbar, 바람직하게는 최대 20 mbar, 바람직하게는 최대 10 mbar이다.
- [0238] 바람직하게는, 단계 (d)에서의 가스 압력은 적어도 40 mbar이고; 바람직하게는 적어도 60 mbar, 보다 바람직하

게는 적어도 80 mbar, 더욱 더 바람직하게는 적어도 100 mbar, 보다 더 바람직하게는 적어도 120 mbar, 보다 더 바람직하게는 적어도 140 mbar, 가장 바람직하게는 적어도 160 mbar, 특히 적어도 180 mbar이다.

- [0239] 바람직하게는, 단계 (d)에서의 가스 압력은 최대 260mbar이고; 바람직하게는 최대 230 mbar, 보다 바람직하게는 최대 200 mbar, 더욱 더 바람직하게는 최대 170 mbar, 보다 더 바람직하게는 최대 140 mbar, 훨씬 더 바람직하게는 최대 110 mbar, 가장 바람직하게는 최대 80 mbar, 특히 최대 50 mbar이다.
- [0240] 바람직하게는, 단계 (d)에서의 가스 압력은 450 ± 400 mbar의 범위 내이고; 바람직하게는 400 ± 350 mbar, 더 바람직하게는 350 ± 300 mbar, 더욱 더 바람직하게는 300 ± 250 mbar, 더욱 더 바람직하게는 250 ± 200 mbar, 더욱 더 바람직하게는 200 ± 150 mbar, 대부분 150 ± 100 mbar, 특히 125 ± 75 mbar의 범위내이다.
- [0241] 바람직하게는, 단계 (d)는 압축된 상태의 알룰로오스 조성물을 기화 상태로 팽창시켜 알룰로오스 조성물로부터 수분을 증발시키는 것을 포함한다.
- [0242] 바람직하게는, 단계 (d)에서 기상의 적어도 일부가 알룰로오스 조성물로부터 분리된다.
- [0243] 본 발명에 따른 방법의 단계 (e)에서, 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물이 압출기로부터 얻어진다.
- [0244] 명세서의 목적을 위해, "제품 알룰로오스 조성물"은 압출기의 출구를 빠져나가는 물질이다. 이는 고체 물질 그 자체, 즉 미립자 물질 또는 분말의 형태의 고체 형태로 압출기에서 배출되는 고체 알룰로오스 조성물일 수 있다. 대안적으로, 제품 알룰로오스 조성물은 압출기의 배출구를 빠져나가는 과정에서 또는 그 후, 임의로 실온으로 냉각한 후 및/또는 임의로 특정 기간 후에 그러나 바람직하게는 72시간 이하(예를 들어, 결정화 후, 결정화 후) 내에 자발적으로 고화되는 점성 덩어리, 예를 들어, 알룰로오스 현탁액, 과포화 알룰로오스 용액 또는 알룰로오스 용융물일 수 있다.
- [0245] 따라서, 단계 (e)에서 압출기로부터 수득한 제품 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 (i) 고체 알룰로오스 조성물, (ii) 알룰로오스 현탁액, (iii) 과포화 알룰로오스 용액 및 (iv) 알룰로오스 용융물로부터 선택된다.
- [0246] 단계 (e)에서 압출기로부터 수득한 제품 알룰로오스 조성물이 고체 알룰로오스 조성물인 경우, 이는 고체화된 압출 스트랜드 물질의 형태로 또는 미립자 물질의 형태로 압출기를 빠져나갈 수 있다. 제품 알룰로오스 조성물은 여전히 상당한 함수량을 가질 수 있지만, 이 구체예에 따르면 제품 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 단일 고체상을 형성하지만 액체상은 형성하지 않는다. 온도에 따라 고체 알룰로오스 조성물은 냉각 시 추가로 고형화되는 점성 덩어리일 수 있다. 그러한 상태에서, 고체 알룰로오스 조성물은 알룰로오스 용융물과 유사할 수 있다. 당업자는 가열 시 고체 알룰로오스 조성물이 알룰로오스 용융물로 변환되는 반면 용융은 넓은 온도 범위에 걸쳐 발생할 수 있음을 인식한다. 따라서, 전형적으로 알룰로오스 용융물로부터 고체 알룰로오스 조성물을 명확하게 구별하는 뚜렷한 온도가 없다. 명세서의 목적을 위해, 제품 알룰로오스 조성물의 온도가 순수한 결정질 알룰로오스의 용점(96°C)보다 높을 때 알룰로오스 용융물이 존재한다.
- [0247] 단계 (e)에서 압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물이 알룰로오스 현탁액인 경우, 고체 입자가 액상에 현탁된 고체상 및 액체상을 형성한다. 명세서의 목적을 위해, 알룰로오스 현탁액은 입자가 안정한 현탁액을 형성하는 액상에 미세하게 현탁되는지 여부 또는 입자가 침전되어 입자로부터 명확하게 분리되는지 여부에 관계없이 고체상 및 액체상을 갖는 임의의 제품 알룰로오스 조성물일 수 있다. 액상. 바람직하게는, 알룰로오스 현탁액은 51중량% 이상, 바람직하게는 55중량% 이상의 함수량을 갖는다.
- [0248] 단계 (e)에서 압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물이 과포화 알룰로오스 용액인 경우, 여전히 상당량의 고화 물질을 함유하지 않지만, 바람직하게는 매우 불안정한 상태로 존재하며, 바람직하게는 실온(23°C)으로 냉각시킨 후에 자발적으로 응고되는 현저한 경향이 있다.
- [0249] 단계 (e)에서 압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물이 알룰로오스 용융물인 경우, 단일상을 형성하지만 순수한 결정성 알룰로오스의 용점(96°C)보다 높은 온도에 존재한다. 알룰로오스 용융물이 실온(23°C)으로 냉각되면 일반적으로 고체 알룰로오스 조성물로 전환된다.
- [0250] 바람직하게는, 단계 (e)에서 압출기로부터 수득한 제품 알룰로오스 조성물은 액체, 반고체 또는 페이스트상이다.
- [0251] 바람직하게는, 단계 (e)에서 압출기로부터 얻은 액체, 반고체 또는 페이스트상 조성물의 알룰로오스 함량은 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량보다 높다. 바람직하게는, 단계 (e)에서 압

출기로부터 얻은 액체, 반고체 또는 페이스트상 조성물의 함수량은 단계 (c)에서 압출기에 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량보다 낮다. 이와 관련하여, 압출된 물질이 압출기에서 나온 후에 플래시 증발이 발생할 수 있고 이러한 플래시 증발이 압출기 외부의 알룰로오스 조성물의 함수량 또는 함량을 약간 감소시킬 수 있는 것으로 생각된다.

[0252] 바람직하게는, 제품 알룰로오스 조성물은 완전히 고화되고, 바람직하게는 압출기로부터 얻어진 후에 침전 및/또는 결정화된다. 바람직하게는, 제품 알룰로오스 조성물은 최대 76시간, 바람직하게는 최대 24시간, 보다 바람직하게는 최대 12시간, 더욱 더 바람직하게는 최대 60분, 훨씬 더 바람직하게는 최대 40분, 보다 더 바람직하게는 최대 20분, 가장 바람직하게는 최대 15분, 특히 최대 10분내에 완전히 고화되고, 바람직하게는 침전 및/또는 결정화된다.

[0253] 이전 단계 (d)에서 알룰로오스 조성물이 증발 조건 하에 압출기에서 건조될 때, 증기, 특히 수증기가 압출기에서 인출되어, 단계 (c)에서 압출기로 공급되는 알룰로오스 조성물의 함수량에 비하여 단계 (e)에서 얻어진 제품 알룰로오스 조성물의 함수량이 감소하게 된다.

[0254] 바람직하게는, 단계 (e)에서 얻어진 제품 알룰로오스 조성물은, 제품 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 함수량보다 낮은 함수량을 가지며, 상대적 차이는 적어도 -2.5 중량%, 바람직하게는 적어도 -5.0 중량%, 보다 바람직하게는 적어도 -7.5중량%, 더욱 바람직하게는 적어도 -10중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 -12.5중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 -15중량%, 가장 바람직하게는 적어도 -17.5중량%. 특히 적어도 -20 중량%이다.

[0255] 증발 조건 하에서 함수량을 감소시키면 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 알룰로오스 함량은 증가한다.

[0256] 바람직하게는, 단계 (e)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물은 제품 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 단계 (c)에서 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량보다 더 큰 알룰로오스 함량을 가지며, 상대적 차이는 적어도 2.5중량%, 바람직하게는 적어도 5.0중량%, 보다 바람직하게는 적어도 7.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 10 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 12.5 중량%, 훨씬 더 바람직하게는 적어도 15 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 17.5 중량%, 특히 적어도 20중량%이다.

[0257] 바람직하게는, 단계 (d)에서의 증발 조건은 각각 함수량 및 알룰로오스 함량의 상기 상대적 차이가 달성되도록 조정된다. 당업자는 온도, 압력(진공) 및 체류 시간을 변화시키는 일상적인 실험 테스트에 의해 적합한 증발 조건을 쉽게 결정할 수 있다. 당업자는 더 높은 증발 속도가 더 높은 온도, 더 낮은 압력 및/또는 연장된 체류 시간에서 달성될 수 있음을 즉시 인식될 수 있다.

[0258] 본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 A¹ 내지 A²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 온도: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 더 바람직하게는 61±10℃, 더욱 더 바람직하게는 61±9.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±8.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스의 온도: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 더 바람직하게는 61±10℃, 더욱 더 바람직하게는 61±9.0℃, 보다 더 바람직하게는 61±8.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기내 감압: 50 내지 200 mbar):

	A ¹	A ²	A ³	A ⁴	A ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	A ⁶	A ⁷	A ⁸	A ⁹	A ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	A ¹¹	A ¹²	A ¹³	A ¹⁴	A ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	A ¹⁶	A ¹⁷	A ¹⁸	A ¹⁹	A ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0259]

[0260] 본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 B¹ 내지 B²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 더 바람직하게는 61±10℃, 더욱 더 바람직하게는 61±9.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±8.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기로부터 얻어지는 제품 알룰로오스 조성물의 온도: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 보다 바람직하게는 61±10℃, 더욱 바람직하게는 61±9.0℃, 보다 더 바람직하게는 61±8.0℃, 훨씬 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기 내 감압: 50 내지 100 mbar):

	B ¹	B ²	B ³	B ⁴	B ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	B ⁶	B ⁷	B ⁸	B ⁹	B ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	B ¹¹	B ¹²	B ¹³	B ¹⁴	B ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	B ¹⁶	B ¹⁷	B ¹⁸	B ¹⁹	B ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0261]

[0262] 본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 C¹ 내지 C²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 온도: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 더 바람직하게는 61±10℃, 더욱 바람직하게는 61±9.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±8.0℃, 보다 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기로부터 얻어지는 제품 알룰로오스 조성물의 온도: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 보다 바람직하게는 61±10℃, 더욱 바람직하게는 61±9.0℃, 보다 더 바람직하게는 61±8.0℃, 훨씬 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기 내 감압: 100 내지 150 mbar):

	C ¹	C ²	C ³	C ⁴	C ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	C ⁶	C ⁷	C ⁸	C ⁹	C ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	C ¹¹	C ¹²	C ¹³	C ¹⁴	C ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	C ¹⁶	C ¹⁷	C ¹⁸	C ¹⁹	C ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0263]

[0264] 본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 D¹ 내지 D²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기에 공급되는 알룰로오스 조성물의 온도: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 더 바람직하게는 61±10℃, 더욱 더 바람직하게는 61±9.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±8.0℃, 더욱 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기로부터 얻어지는 제품 알룰로오스 조성물의 온도: 61±12℃, 바람직하게는 61±11℃, 보다 바람직하게는 61±10℃, 더욱 바람직하게는 61±9.0℃, 보다 더 바람직하게는 61±8.0℃, 훨씬 더 바람직하게는 61±7.0℃, 가장 바람직하게는 61±6.0℃, 특히 61±5.0℃; 압출기 내 감압: 150 내지 200 mbar):

	D ¹	D ²	D ³	D ⁴	D ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	D ⁶	D ⁷	D ⁸	D ⁹	D ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	D ¹¹	D ¹²	D ¹³	D ¹⁴	D ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	D ¹⁶	D ¹⁷	D ¹⁸	D ¹⁹	D ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0265]

[0266]

본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 E¹ 내지 E²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서의 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서의 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다, 바람직하게는 10℃이하 만큼 높음; 압출기 내 감압: 50 내지 200 mbar):

	E ¹	E ²	E ³	E ⁴	E ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	E ⁶	E ⁷	E ⁸	E ⁹	E ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	E ¹¹	E ¹²	E ¹³	E ¹⁴	E ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	E ¹⁶	E ¹⁷	E ¹⁸	E ¹⁹	E ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0267]

[0268]

본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 F¹ 내지 F²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서의 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서의 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다 바람직하게는 10℃ 이하 만큼 높음; 압출기 내 감압: 50 내지 100mbar):

	F ¹	F ²	F ³	F ⁴	F ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	F ⁶	F ⁷	F ⁸	F ⁹	F ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	F ¹¹	F ¹²	F ¹³	F ¹⁴	F ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	F ¹⁶	F ¹⁷	F ¹⁸	F ¹⁹	F ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0269]

[0270]

본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 G¹ 내지 G²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다, 바람직하게는 10℃ 이하 만큼 높음; 압출기 내 감압: 100 내지 150mbar):

	G ¹	G ²	G ³	G ⁴	G ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	G ⁶	G ⁷	G ⁸	G ⁹	G ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	G ¹¹	G ¹²	G ¹³	G ¹⁴	G ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	G ¹⁶	G ¹⁷	G ¹⁸	G ¹⁹	G ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0271]

[0272] 본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 H¹ 내지 H²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서의 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서의 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다, 바람직하게는 10℃ 이하 만큼 높음; 압출기 내 감압: 150 내지 200mbar):

	H ¹	H ²	H ³	H ⁴	H ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	H ⁶	H ⁷	H ⁸	H ⁹	H ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	H ¹¹	H ¹²	H ¹³	H ¹⁴	H ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	H ¹⁶	H ¹⁷	H ¹⁸	H ¹⁹	H ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0273]

[0274] 본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 I¹ 내지 I²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다 바람직하게는 10℃이하만큼 낮음; 압출기 내 감압: 50 내지 200mbar):

	I ¹	I ²	I ³	I ⁴	I ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	I ⁶	I ⁷	I ⁸	I ⁹	I ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	I ¹¹	I ¹²	I ¹³	I ¹⁴	I ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	I ¹⁶	I ¹⁷	I ¹⁸	I ¹⁹	I ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰로오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0275]

[0276] 본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 J¹ 내지 J²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다 바람직하게는 10℃이하만큼 낮음; 압출기 내 감압: 50 내지 100mbar):

	J ¹	J ²	J ³	J ⁴	J ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	J ⁶	J ⁷	J ⁸	J ⁹	J ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	J ¹¹	J ¹²	J ¹³	J ¹⁴	J ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	J ¹⁶	J ¹⁷	J ¹⁸	J ¹⁹	J ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0277]

[0278]

본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 K¹ 내지 K²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다, 바람직하게는 10℃ 이하 만큼 낮음; 압출기 내 감압: 100 내지 150mbar):

	K ¹	K ²	K ³	K ⁴	K ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	K ⁶	K ⁷	K ⁸	K ⁹	K ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	K ¹¹	K ¹²	K ¹³	K ¹⁴	K ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	K ¹⁶	K ¹⁷	K ¹⁸	K ¹⁹	K ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0279]

[0280]

본 발명에 따른 압출 공정의 바람직한 작동 조건은 하기 표에서 구체에 L¹ 내지 L²⁰으로 정리되어 있다(각각의 경우 압출기 입구에서 알룰로오스 조성물의 온도는 압출기 출구에서 제품 알룰로오스 조성물의 온도보다, 바람직하게는 10℃ 이하 만큼 낮음; 압출기 내 감압: 150 내지 200mbar):

	L ¹	L ²	L ³	L ⁴	L ⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	80-85	85-90
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	70-75	75-80	80-85	85-90	90-95
	L ⁶	L ⁷	L ⁸	L ⁹	L ¹⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	90-95	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	95-100	75-80	80-85	85-90	90-95
	L ¹¹	L ¹²	L ¹³	L ¹⁴	L ¹⁵
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	85-90	65-70	70-75	75-80	80-85
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	95-100	80-85	85-90	90-95	95-100
	L ¹⁶	L ¹⁷	L ¹⁸	L ¹⁹	L ²⁰
압출기로 공급된 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	65-70	70-75	75-80	65-70	70-75
압출기로부터 얻은 제품 알룰로오스 조성물의 알룰폼오스 함량 [중량%]	85-90	90-95	95-100	90-95	95-100

[0281]

[0282]

바람직하게는, 압출된 공급원료 스트랜드, 즉 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 압출기를 떠나 짧은 과일형 입자로 분해되거나 마찬가지로 적합한 절단 장치의 도움으로 절단될 수 있다. 이러한 방식으로 얻어진 과일 입자는 바람직하게는 균질한 입자 크기, 즉 좁은 입자 크기 분포를 갖는다.

[0283]

본 발명에 따른 방법의 임의 단계 (f)에서, 제품 알룰로오스 조성물은 고형화, 바람직하게는 침전 및/또는 결정화된다. 이 작업은 몇 시간 또는 며칠이 걸릴 수 있다.

[0284]

바람직하게는, 단계 (f)는 제품 알룰로오스 조성물을 실온(23℃)으로 냉각시키는 것을 포함한다.

[0285]

제품 알룰로오스 조성물이 2개의 상, 즉 고체상 및 액체상(알룰로오스 현탁액)의 형태로 존재하는 경우, 단계 (f)는 체질 및/또는 여과에 의한 2개의 상 분리를 포함할 수 있다. 액상은 이후 공정, 바람직하게는 단계 (a)로 바람직하게 재순환된다.

- [0286] 본 발명에 따른 방법의 임의 단계 (g)에서, 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 분쇄 및/또는 후건조된다.
- [0287] 바람직한 구체예에서, 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 압출된 과립은 둥글고, 즉 구형화된다. 이는 특히 최종 제품에서 원하지 않는 먼지 입자의 형성을 줄인다.
- [0288] 과립을 둥글게 만드는 데 사용되는 바람직한 장치는 기본적으로 벽에 대한 원심력의 결과로 압출물이 압착되는 수평 회전 디스크를 갖는 구형화기이다. 압출물은 압출 공정에 의해 미리 제공된 마이크로노치에서 파손되어 원통형 입자가 형성된다. 구형화기의 기계적 하중의 결과로 초기 원통형 입자는 다소 둥글게 된다.
- [0289] 압출 조건에 따라, 압출 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 여전히 비교적 높은 함수량을 가질 수 있으며, 이는 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 15중량%, 예를 들어 15 내지 50중량%, 특히 20 내지 45 중량% 범위내 일 수 있다.
- [0290] 바람직한 구체예에서, 압출된 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각 제품 알룰로오스 조성물의 총 중량을 기준으로, 최대 10중량%, 바람직하게는 최대 8.0중량%, 보다 바람직하게는 최대 6.0 중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 5.0 중량%의 함수량을 갖는다.
- [0291] 바람직한 구체예에서, 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 바람직하게는 압출 후 건조 단계를 거친다. 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 잔류 함수량이 30중량% 이하, 바람직하게는 0.1 내지 15중량% 범위, 특히 0.5 내지 10중량% 범위, 보다 더 구체적으로 1.0 내지 5.0중량% 범위가 되는 방식으로 후건조되는 것이 바람직하다. 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 잔류 함수량이 최대 0.5중량%가 되는 방식으로 후건조되는 것이 바람직하다.
- [0292] 압출-후 건조 단계는 바람직하게는 가열된 가스, 바람직하게는 공기 또는 질소 스트림이 아래로부터 제품 층을 통과하는 유동상 건조기와 같은 통상적인 건조 장비에 의해 수행될 수 있다. 가스의 양은 바람직하게는 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 입자가 유동화되고 소용돌이치도록 조정된다. 가스/입자 열전이의 결과로 수분이 증발한다. 바람직하게는, 과립의 온도가 너무 많이 증가하지 않는 것, 즉 바람직하게는 80℃ 이하, 보다 바람직하게는 70℃ 이하가 보장된다. 바람직하게는, 압출 후 건조 동안 과립의 온도는 10 내지 40℃ 범위에 있다. 압출 후 건조 단계는 컨베이어 벨트에 의해 수행될 수 있다.
- [0293] 압출 후 건조는 연속적으로 또는 불연속적으로 일어날 수 있다.
- [0294] 압출 후 건조공정 후에, 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 과립은 또한 체에 의해 분별될 수도 있다. 거친 재료와 미분은 분쇄하여 과립 덩어리를 으깨기 위해 믹서로 돌려보낼 수 있다.
- [0295] 바람직한 구체예에서, 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 원하는 평균 입자 크기 및 입자 크기 분포를 조정하기 위해 분쇄 단계를 거친다.
- [0296] 분쇄는 볼 밀, 붕해기, 분쇄기, 스크린 밀, 해머 밀, 말뚝 크러셔, 핀 밀, 디스크 밀, 에어 제트 밀 등과 같은 통상적인 밀링 장비에 의해 수행될 수 있다.
- [0297] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각 경우에 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 적어도 0.05중량%의 잔류 함수량을 갖고; 바람직하게는 적어도 0.10 중량%, 바람직하게는 적어도 0.15 중량%, 바람직하게는 적어도 0.20 중량%, 바람직하게는 적어도 0.25 중량%, 바람직하게는 적어도 0.30 중량%, 바람직하게는 적어도 0.35 중량%, 바람직하게는 적어도 0.40중량%, 바람직하게는 적어도 0.45중량%, 바람직하게는 적어도 0.50 중량%의 잔류 함수량을 갖는다.
- [0298] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 최대 4.5중량%의 잔류 함수량을 갖고; 바람직하게는 최대 4.4 중량%, 바람직하게는 최대 4.3 중량%, 바람직하게는 최대 4.2 중량%, 바람직하게는 최대 4.1 중량%, 바람직하게는 최대 4.0 중량%, 바람직하게는 최대 3.9 중량%, 바람직하게는 최대 3.8 중량%, 바람직하게는 최대 3.7 중량%, 바람직하게는 최대 3.6 중량%, 바람직하게는 최대 3.5 중량%, 바람직하게는 최대 3.4 중량%, 바람직하게는 최대 최대 3.3 중량%, 바람직하게는 최대 3.2 중량%, 바람직하게는 최대 3.1 중량%, 바람직하게는 최대 3.0 중량%, 바람직하게는 최대 2.9 중량%, 바람직하게는 최대 2.8 중량% , 바람직하게는 최대 2.7중량%, 바람직하게는 최대 2.6중량%, 바람직하게는 최대 2.5중량%의 잔류 함수량을 갖는다.

- [0299] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 최대 2.5중량%의 잔류 함수량을 갖고; 바람직하게는 최대 2.4 중량%, 바람직하게는 최대 2.3 중량%, 바람직하게는 최대 2.2 중량%, 바람직하게는 최대 2.1 중량%, 바람직하게는 최대 2.0 중량%, 바람직하게는 최대 1.9 중량%, 바람직하게는 최대 1.8 중량%, 바람직하게는 최대 1.7 중량%, 바람직하게는 최대 1.6 중량%, 바람직하게는 최대 1.5 중량%, 바람직하게는 최대 1.4 중량%, 바람직하게는 최대 1.3 중량%, 바람직하게는 최대 1.2 중량%, 바람직하게는 최대 1.1 중량%, 바람직하게는 최대 1.0 중량%, 바람직하게는 최대 0.9 중량%, 바람직하게는 최대 0.8 중량%, 바람직하게는 최대 0.7중량%, 바람직하게는 최대 0.6중량%, 바람직하게는 최대 0.5중량%의 잔류 함수량을 갖는다.
- [0300] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 적어도 0.1 중량%의 잔류 함수량을 갖고; 바람직하게는 적어도 0.2 중량%, 보다 바람직하게는 적어도 0.3 중량%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 0.4 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 0.5 중량%, 보다 더 바람직하게는 적어도 0.75 중량% , 가장 바람직하게는 적어도 1.0중량%, 특히 적어도 1.5중량%의 잔류 함수량을 갖는다.
- [0301] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 최대 3.5중량%의 잔류 함수량을 갖고; 바람직하게는 최대 3.0중량%, 보다 바람직하게는 최대 2.5중량%, 더욱 더 바람직하게는 최대 2.0중량%, 보다 더 바람직하게는 최대 1.5중량%, 훨씬 더 바람직하게는 최대 1.0중량% , 가장 바람직하게는 최대 0.75중량%, 특히 최대 0.5중량%의 잔류 함수량을 갖는다.
- [0302] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 대하여, 2.0 ± 1.5 중량% 범위 내의 잔류 함수량을 갖고; 바람직하게는 1.5 ± 1.0 중량%, 더욱 바람직하게는 1.0 ± 0.75 중량%, 더욱 더 바람직하게는 0.75 ± 0.5 중량%, 보다 더 바람직하게는 0.5 ± 0.4 중량%, 더욱 더 바람직하게는 0.5 ± 0.3 중량%, 가장 바람직하게는 최대 0.5 ± 0.2 중량%, 특히 0.5 ± 0.1 중량%의 범위 내의 잔류 함수량을 갖는다.
- [0303] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 70중량%의 알룰로오스 함량을 갖고; 바람직하게는 적어도 71 중량%, 바람직하게는 적어도 72 중량%, 바람직하게는 적어도 73 중량%, 바람직하게는 적어도 74 중량%, 바람직하게는 적어도 75 중량%, 바람직하게는 적어도 76 중량%, 바람직하게는 적어도 77 중량%, 바람직하게는 적어도 78 중량%, 바람직하게는 적어도 79 중량%, 바람직하게는 적어도 80 중량%, 바람직하게는 적어도 81 중량%, 바람직하게는 적어도 적어도 82 중량%, 바람직하게는 적어도 83 중량%, 바람직하게는 적어도 84 중량%, 바람직하게는 적어도 85 중량%, 바람직하게는 적어도 86 중량%, 바람직하게는 적어도 87 중량% -, 바람직하게는 적어도 88 중량%, 바람직하게는 적어도 89 중량%, 바람직하게는 적어도 90 중량%, 바람직하게는 적어도 91 중량%, 바람직하게는 적어도 92 중량%, 바람직하게는 적어도 93 중량%, 바람직하게는 적어도 94 중량%, 바람직하게는 적어도 95 중량%, 바람직하게는 적어도 96 중량%, 바람직하게는 적어도 97 중량%, 바람직하게는 적어도 98 중량% , 바람직하게는 적어도 99중량%의 알룰로오스 함량을 갖는다.
- [0304] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 최대 99.5중량%의 알룰로오스 함량을 갖고; 바람직하게는 최대 99.0 중량%, 바람직하게는 최대 98.5 중량%, 바람직하게는 최대 98.0 중량%, 바람직하게는 최대 97.5 중량%, 바람직하게는 최대 97.0 중량%, 바람직하게는 최대 96.5 중량%, 바람직하게는 최대 96.0중량%, 바람직하게는 최대 95.5중량%, 바람직하게는 최대 95.0중량%의 알룰로오스 함량을 갖는다.
- [0305] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 0.05중량%의 과당 함량을 갖고; 바람직하게는 적어도 0.10 중량%, 바람직하게는 적어도 0.15 중량%, 바람직하게는 적어도 0.20 중량%, 바람직하게는 적어도 0.25 중량%, 바람직하게는 적어도 0.30 중량%, 바람직하게는 적어도 0.35 중량%, 바람직하게는 적어도 0.40중량%, 바람직하게는 적어도 0.45중량%, 바람직하게는 적어도 0.50중량%의 과당 함량을 갖는다.
- [0306] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조

성물은, 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여, 최대 10중량%의 과당 함량을 갖고; 바람직하게는 최대 9.0 중량%, 바람직하게는 최대 8.0 중량%, 바람직하게는 최대 7.0 중량%, 바람직하게는 최대 6.0 중량%, 바람직하게는 최대 5.0 중량%, 바람직하게는 최대 4.0 중량%, 바람직하게는 최대 3.0중량%, 바람직하게는 최대 2.0중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%의 과당 함량을 갖는다.

[0307] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 적어도 1%의 결정도를 갖고; 바람직하게는 적어도 2%, 바람직하게는 적어도 3%, 바람직하게는 적어도 4%, 바람직하게는 적어도 5%, 바람직하게는 적어도 6%, 바람직하게는 적어도 7%, 바람직하게는 적어도 8%, 바람직하게는 적어도 9%, 바람직하게는 최소 10%의 결정도를 갖는다.

[0308] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 최대 90%의 결정도를 갖고; 바람직하게는 최대 80%, 바람직하게는 최대 70%, 바람직하게는 최대 60%, 바람직하게는 최대 50%, 바람직하게는 최대 40%, 바람직하게는 최대 30%, 바람직하게는 최대 20%, 바람직하게는 최대 15%, 바람직하게는 최대 10%, 바람직하게는 최대 7.5%, 바람직하게는 최대 5%, 바람직하게는 최대 2.5%, 바람직하게는 최대 1%의 결정도를 갖는다.

[0309] 결정화도를 결정하는 방법은 당업자에게 공지되어 있고, 비정질 샘플을 한 극단으로, 단결정을 다른 극단으로 사용하여 결정화도가 공지 샘플에 대해 결정된 검량선과 비교한, 예를 들어 XRPD(X-선 분말 회절) 측정값을 포함한다.

[0310] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 본질적으로 무정형이다.

[0311] 고체 물질의 비정질 상태를 측정하는 방법은 당업자에게 알려져 있으며, 시차 주사 열량계(DSC) 및 x-선 분말 회절(XRPD)을 포함한다.

[0312] 바람직한 구체예에서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 순수한 결정성 알룰로오스와 달리 적어도 2개, 바람직하게는 적어도 3개, 더 바람직하게는 모두의 혼합물을 포함한다. 서로 독립적으로 α -피라노오스, β -피라노오스, α -과당, β -과당 및 개방 케토 형태로 부터 선택된 알룰로오스의 아노머 형태. 이들 아노머 형태의 알룰로오스를 확인하고 고체 물질에서 이들의 상대적 함량을 정량화하기 위한 분석 방법은 당업자에게 공지되어 있고 고체 상태 핵 자기 공명(NMR) 분광법을 포함하지만 이에 제한되지 않는다. 다른 방법으로는 바람직하게는 저온에서 DMSO-d6 와 같은 비양성자성 용매 중의 용액의 NMR 분광법, 또는 편광측정 또는 원편광 이색성이 포함된다.

[0313] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우에 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, α -과당 형태의 알룰로오스 함량을 적어도 2.0 중량%; 바람직하게는 적어도 4.0 중량%, 바람직하게는 적어도 6.0 중량%, 바람직하게는 적어도 8.0 중량%, 바람직하게는 적어도 10 중량%, 바람직하게는 적어도 12 중량%, 바람직하게는 적어도 14 중량%, 바람직하게는 적어도 16 중량%, 바람직하게는 적어도 18 중량%, 바람직하게는 적어도 20 중량%, 바람직하게는 적어도 22 중량%, 바람직하게는 적어도 24 중량%, 바람직하게는 적어도 26 중량%, 바람직하게는 적어도 28 중량%, 바람직하게는 적어도 30 중량%, 바람직하게는 적어도 32 중량%, 바람직하게는 적어도 34 중량%, 바람직하게는 적어도 36 중량%, 바람직하게는 적어도 38중량% 갖는다.

[0314] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은, 각각의 경우에 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, α -과당 형태의 알룰로오스 함량을 최대 95중량%; 바람직하게는 최대 90중량%, 바람직하게는 최대 85중량%, 바람직하게는 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 75중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 바람직하게는 최대 65중량%, 바람직하게는 최대 60중량%, 바람직하게는 최대 55중량%, 바람직하게는 최대 50중량%, 바람직하게는 최대 45중량%, 바람직하게는 최대 40중량% 갖는다.

[0315] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, β -과당 형태의 알룰로오스 함량을 적어도 1.0 중량%; 바람직하게는 적어도 2.0중량%, 바람직하게는 적어도 3.0 중량%, 바람직하게는 적어도 4.0 중량%, 바람직하게는 적어도 5.0 중량%, 바람직하게는 적어도 6.0 중량%, 바람직하게는 적어도 7.0 중량% , 바람직하게는 적어도 8.0 중량%, 바람직하게는 적어도 9.0 중량%, 바람직하게는 적어도 10 중량%, 바람직하게는 적어도 11 중량%, 바람직하게는 적어도 12 중량%, 바람직하게는

적어도 13중량% 이상, 바람직하게는 14중량% 이상 갖는다.

- [0316] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, β -과당 형태의 알룰로오스 함량을 최대 95중량%; 바람직하게는 최대 90중량%, 바람직하게는 최대 85중량%, 바람직하게는 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 75중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 바람직하게는 최대 65중량% .-, 바람직하게는 최대 60중량%, 바람직하게는 최대 55중량%, 바람직하게는 최대 50중량%, 바람직하게는 최대 45중량%, 바람직하게는 최대 40중량%, 바람직하게는 최대 35중량%, 바람직하게는 최대 30중량%, 바람직하게는 최대 25중량%, 바람직하게는 최대 20중량%, 바람직하게는 최대 15중량%를 갖는다.
- [0317] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여 α -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량을 적어도 2.0 중량%; 바람직하게는 적어도 4.0 중량%, 바람직하게는 적어도 6.0 중량%, 바람직하게는 적어도 8.0 중량%, 바람직하게는 적어도 10 중량%, 바람직하게는 적어도 12 중량%, 바람직하게는 적어도 14 중량%, 바람직하게는 적어도 16 중량%, 바람직하게는 적어도 18 중량%, 바람직하게는 적어도 20 중량%, 바람직하게는 적어도 22 중량%을 갖는다.
- [0318] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여 α -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량을 최대 95중량%; 바람직하게는 최대 90중량%, 바람직하게는 최대 85중량%, 바람직하게는 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 75중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 바람직하게는 최대 65중량%, 바람직하게는 최대 60중량%, 바람직하게는 최대 55중량%, 바람직하게는 최대 50중량%, 바람직하게는 최대 45중량%, 바람직하게는 최대 40중량%, 바람직하게는 최대 35중량%, 바람직하게는 최대 30중량%, 바람직하게는 최대 25중량%을 갖는다.
- [0319] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, β -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량을 적어도 2.0 중량%; 바람직하게는 적어도 4.0 중량%, 바람직하게는 적어도 6.0 중량%, 바람직하게는 적어도 8.0 중량%, 바람직하게는 적어도 10 중량%, 바람직하게는 적어도 12 중량%, 바람직하게는 적어도 14 중량%, 바람직하게는 적어도 16 중량%, 바람직하게는 적어도 18 중량%, 바람직하게는 적어도 20 중량%, 바람직하게는 적어도 22 중량%, 바람직하게는 적어도 24 중량%를 갖는다.
- [0320] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, β -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량을 최대 99중량%; 바람직하게는 최대 95중량%, 바람직하게는 최대 90중량%, 바람직하게는 최대 85중량%, 바람직하게는 최대 80중량%, 바람직하게는 최대 75중량%, 바람직하게는 최대 70중량%, 바람직하게는 최대 65중량%, 바람직하게는 최대 60중량%, 바람직하게는 최대 55중량%, 바람직하게는 최대 50중량%, 바람직하게는 최대 45중량%, 바람직하게는 최대 40중량%, 바람직하게는 최대 35중량%, 바람직하게는 최대 30중량%, 바람직하게는 최대 25중량% 갖는다.
- [0321] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 적어도 0.01 중량%의 개방 케토 형태의 알룰로오스 함량을 갖고; 바람직하게는 적어도 0.05중량%, 바람직하게는 적어도 0.10중량%, 바람직하게는 적어도 0.15중량% 갖는다.
- [0322] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 각각의 경우 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 최대 5.0중량%의 개방 케토 형태의 알룰로오스 함량을 갖고; 바람직하게는 최대 4.5 중량%, 바람직하게는 최대 4.0 중량%, 바람직하게는 최대 3.5 중량%, 바람직하게는 최대 3.0 중량%, 바람직하게는 최대 2.5 중량%, 바람직하게는 최대 2.0 중량%, 바람직하게는 최대 1.5중량%, 바람직하게는 최대 1.0중량%, 바람직하게는 최대 0.5중량%을 갖는다.
- [0323] 바람직하게는, 본 발명에 따른 방법의 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 미립자 물질, 바람직하게는 분말이다. 분말은 바람직하게는 그의 평균 입자 크기 및 입자 크기 분포를 특징으로 한다.

- [0324] 분말의 평균 입자 크기 및 입자 크기 분포를 결정하기 위한 적합한 방법은 당업자에게 공지되어 있다. 적합한 방법은 체 분석(그라데이션), 레이저 회절 및 동적 사진 분석을 포함하지만 이에 제한되지 않는다.
- [0325] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 입자 크기, 형상 및 분포를 기술하는 데 유용한 평균 입자 크기 및 모든 다른 매개변수는 광학적 방법, 바람직하게는 ISO 13322-2에 따른 동적 사진 분석에 의하여 측정된다. 이와 관련하여, 평균 입자 크기는 바람직하게는 Mv (각각 "평균 직경" 및 " $Mv3(x)$ "이라고도 함) 값에 해당한다. ISO 13322-2:2006은 입자의 이미지 캡처 및 이미지 분석 뿐만 아니라 액체 또는 기체 및 컨베이어에서 움직이는 입자의 위치를 제어하는 방법을 기술한다. 이러한 방법은 입자 크기와 분포를 측정하는 데 사용되며, 입자는 액체 또는 기체 매질 또는 컨베이어에 적절하게 분산된다. 적합한 장치는 입자 크기 분석기 Camsizer® XT(Retsch Technology GmbH, Haan, Germany; X-Jet Module, 분산용 30kPa)이다.
- [0326] 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 최대 900 μm , 바람직하게는 최대 850 μm , 바람직하게는 최대 800 μm , 바람직하게는 최대 750 μm , 바람직하게는 최대 700 μm , 바람직하게는 최대 650 μm 이다. 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 600 μm 내지 900 μm 범위 내이다. 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기(통계값)는 최대 900 μm 이고 분말은 본질적으로 입자 크기(개별 값)가 900 μm (입자 크기 등급 \leq 900 μm)를 초과하는 입자를 포함하지 않는다.
- [0327] 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 최대 600 μm , 바람직하게는 최대 550 μm , 바람직하게는 최대 500 μm , 바람직하게는 최대 450 μm , 바람직하게는 최대 400 μm , 바람직하게는 최대 350 μm 이다. 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 300 μm 내지 600 μm 범위 내이다. 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻어진 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기(통계치)는 최대 600 μm 이고 분말은 본질적으로 입자 크기(개별 값)가 600 μm (입자 크기 등급 \leq 600 μm)를 초과하는 입자를 포함하지 않는다.
- [0328] 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 최대 300 μm , 바람직하게는 최대 275 μm , 바람직하게는 최대 250 μm , 바람직하게는 최대 225 μm 이다. 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 200 μm 내지 300 μm 범위 내이다. 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기(통계치)는 최대 300 μm 이고, 분말은 본질적으로 입자 크기(개별 값)가 300 μm (입자 크기 등급 \leq 300 μm)를 초과하는 입자를 포함하지 않는다.
- [0329] 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 최대 200 μm , 바람직하게는 최대 175 μm , 바람직하게는 최대 150 μm , 바람직하게는 최대 125 μm 이다. 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 10 μm 내지 200 μm 범위 내이다. 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻어진 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기(통계치)는 최대 200 μm 이고 분말은 본질적으로 입자 크기(개별 값)가 200 μm (입자 크기 등급 \leq 200 μm)를 초과하는 입자를 포함하지 않는다.
- [0330] 감각적 관점에서 D50 값이 약 10 μm (매우 미세한)인 분말은 소비자가 분말로 인식하지 않는다. D50 값이 약 20 μm (미세)인 분말은 매력적인 시각적 외관을 갖는다. D50 값이 약 30 μm (거친)인 분말은 광택이 있다. D50 값이 약 40 μm (매우 거친)인 분말은 흐름 특성이 좋고 먼지가 없으며 광택이 있다.
- [0331] 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음의 평균 입자 크기를 갖는 분말이다:
- [0332] - 최대 900 μm , 바람직하게는 최대 800 μm , 바람직하게는 최대 700 μm , 바람직하게는 최대 600 μm , 바람직하게는 최대 500 μm 이하, 바람직하게는 최대 400 μm , 바람직하게는 최대 300 μm , 바람직하게는 최대 200 μm , 바람직하게는 최대 100 μm , 바람직하게는 최대 90 μm , 바람직하게는 최대 80 μm , 바람직하게는 최대 70 μm , 바람직하게는 최대 60 μm , 바람직하게는 최대 50 μm , 바람직하게는 최대 40 μm , 바람직하게는 최대 30 μm , 바람직하게는 최대 20 μm , 바람직하게는 최대 10 μm ; 및/또는
- [0333] - 적어도 10 μm , 바람직하게는 적어도 20 μm , 바람직하게는 적어도 30 μm , 바람직하게는 적어도 40 μm , 바람직하게

800 μm ($\pm 50\%$), 900 μm ($\pm 50\%$), 1000 μm ($\pm 50\%$), 1100 μm ($\pm 50\%$), 1200 μm ($\pm 50\%$) 또는 1300 μm ($\pm 50\%$)의 범위내.

- [0343] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 D90 값을 특징으로 하는 다음의 입자 크기 분포를 갖는 분말이다:
- [0344] - 900 μm 이하, 바람직하게는 800 μm 이하, 바람직하게는 700 μm 이하, 바람직하게는 600 μm 이하, 바람직하게는 500 μm 이하, 바람직하게는 400 μm 이하, 바람직하게는 300 μm 이하, 바람직하게는 200 μm 이하, 바람직하게는 최대 100 μm , 바람직하게는 최대 90 μm , 바람직하게는 최대 80 μm , 바람직하게는 최대 70 μm , 바람직하게는 최대 60 μm , 바람직하게는 최대 50 μm , 바람직하게는 최대 40 μm , 바람직하게는 최대 30 μm , 바람직하게는 최대 20 μm , 바람직하게는 최대 10 μm ; 및/또는
- [0345] - 적어도 10 μm , 바람직하게는 적어도 20 μm , 바람직하게는 적어도 30 μm , 바람직하게는 적어도 40 μm , 바람직하게는 적어도 50 μm , 바람직하게는 적어도 60 μm , 바람직하게는 적어도 70 μm , 바람직하게는 적어도 80 μm , 바람직하게는 적어도 90 μm , 바람직하게는 적어도 100 μm , 바람직하게는 적어도 200 μm , 바람직하게는 적어도 300 μm , 바람직하게는 적어도 400 μm , 바람직하게는 적어도 500 μm , 바람직하게는 적어도 600 μm , 바람직하게는 적어도 700 μm , 바람직하게는 적어도 800 μm , 바람직하게는 적어도 900 μm ; 및/또는
- [0346] - 10 μm ($\pm 50\%$), 20 μm ($\pm 50\%$), 30 μm ($\pm 50\%$), 40 μm ($\pm 50\%$), 50 μm ($\pm 50\%$), 60 μm ($\pm 50\%$), 70 μm ($\pm 50\%$), 80 μm ($\pm 50\%$), 90 μm ($\pm 50\%$), 100 μm ($\pm 50\%$), 150 μm ($\pm 50\%$), 200 μm ($\pm 50\%$), 250 μm ($\pm 50\%$), 300 μm ($\pm 50\%$), 350 μm ($\pm 50\%$), 400 μm ($\pm 50\%$), 450 μm ($\pm 50\%$), 500 μm ($\pm 50\%$), 600 μm ($\pm 50\%$), 700 μm ($\pm 50\%$), 800 μm ($\pm 50\%$) 또는 900 μm ($\pm 50\%$)의 범위내.
- [0347] 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 또 다른 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기는 300 μm 내지 1.5mm 범위 내이다. 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 얻어진 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 특히 바람직한 구체예에서, 분말의 평균 입자 크기(통계치)는 300 μm 내지 1.5 mm 이고, 분말은 300 μm 미만 및 1.5 mm 초과(입자 크기 등급 300 $\mu\text{m} \leq x \leq 1.5 \text{ mm}$)의 입자 크기(개별 값)를 갖는 입자를 본질적으로 포함하지 않는다.
- [0348] 300 μm 내지 1.5 mm 범위 내의 평균 입자 크기를 갖는 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 이러한 바람직한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 특히 바람직한 구체예를 하기에 기재한다.
- [0349] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음의 평균 입자 크기를 갖는 분말이다:
- [0350] - 1500 μm 이하, 바람직하게는 1400 μm 이하, 바람직하게는 1300 μm 이하, 바람직하게는 1200 μm 이하, 바람직하게는 1100 μm 이하, 바람직하게는 1000 μm 이하, 바람직하게는 900 μm 이하, 바람직하게는 800 μm 이하, 바람직하게는 700 μm 이하, 바람직하게는 600 μm 이하, 바람직하게는 500 μm 이하, 바람직하게는 400 μm 이하, 바람직하게는 300 μm 이하; 및/또는
- [0351] - 적어도 300 μm , 바람직하게는 적어도 400 μm , 바람직하게는 적어도 500 μm , 바람직하게는 적어도 600 μm , 바람직하게는 적어도 700 μm , 바람직하게는 적어도 800 μm , 바람직하게는 적어도 900 μm , 바람직하게는 적어도 1000 μm , 바람직하게는 적어도 1100 μm , 바람직하게는 적어도 1200 μm , 바람직하게는 적어도 1300 μm , 바람직하게는 적어도 1400 μm , 바람직하게는 적어도 1500 μm ; 및/또는
- [0352] - 300 μm ($\pm 50\%$), 350 μm ($\pm 50\%$), 400 μm ($\pm 50\%$), 450 μm ($\pm 50\%$), 500 μm ($\pm 50\%$), 600 μm ($\pm 50\%$), 700 μm ($\pm 50\%$), 800 μm ($\pm 50\%$), 900 μm ($\pm 50\%$), 1000 μm ($\pm 50\%$), 1100 μm ($\pm 50\%$), 1200 μm ($\pm 50\%$), 1300 μm ($\pm 50\%$), 1400 μm ($\pm 50\%$) 또는 1500 μm ($\pm 50\%$)의 범위내.
- [0353] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 D10 값을 특징으로 하는 다음의 입자 크기 분포를 갖는 분말이다.
- [0354] - 3000 μm 이하, 바람직하게는 2500 μm 이하, 바람직하게는 2400 μm 이하, 바람직하게는 2300 μm 이하, 바람직하게는 2200 μm 이하, 바람직하게는 2100 μm 이하, 바람직하게는 2000 μm 이하, 바람직하게는 1900 μm 이하, 바람직하게는 최대 1800 μm , 바람직하게는 최대 1700 μm , 바람직하게는 최대 1600 μm , 바람직하게는 최대 1500 μm , 바람직하게는 최대 1400 μm , 바람직하게는 최대 1300 μm , 바람직하게는 최대 1200 μm , 바람직하게는 최대 1100 μm , 바람직하게는 최대 1000 μm , 바람직하게는 최대 900 μm , 바람직하게는 최대 800 μm , 바람직하게는 최대 700 μm , 바람직하게는 최대 600 μm , 바람직하게는 최대 500 μm , 바람직하게는 최대 400 μm , 바람직하게는 최대

300 μm, 바람직하게는 최대 200 μm, 바람직하게는 최대 100 μm; 및/또는

- [0355] - 적어도 100 μm, 바람직하게는 적어도 200 μm, 바람직하게는 적어도 300 μm, 바람직하게는 적어도 400 μm, 바람직하게는 적어도 500 μm, 바람직하게는 적어도 600 μm, 바람직하게는 적어도 700 μm, 바람직하게는 적어도 800 μm, 바람직하게는 적어도 900 μm, 바람직하게는 적어도 1000 μm, 바람직하게는 적어도 1100 μm, 바람직하게는 적어도 1200 μm, 바람직하게는 적어도 1300 μm, 바람직하게는 적어도 1400 μm, 바람직하게는 적어도 1500 μm, 바람직하게는 적어도 1600 μm, 바람직하게는 적어도 1700 μm, 바람직하게는 1800 μm 이상, 바람직하게는 1900 μm 이상, 바람직하게는 2000 μm 이상, 바람직하게는 2100 μm 이상, 바람직하게는 2200 μm 이상, 바람직하게는 2300 μm 이상, 바람직하게는 2400 μm 이상, 바람직하게는 2500 μm 이상, 바람직하게는 적어도 3000 μm; 및/또는
- [0356] - 100 μm(±50%), 150 μm(±50%), 200 μm(±50%), 250 μm(±50%), 300 μm(±50%), 350 μm(±50%), 400 μm(±50%), 450 μm(±50%), 500 μm(±50%), 600 μm(±50%), 700 μm(±50%), 800 μm(±50%), 900 μm(±50%), 1000 μm(±50%), 1100 μm(±50%), 1200 μm(±50%), 1300 μm(±50%), 1400 μm(±50%), 1500 μm(±50%), 1600 μm(±50%), 1700 μm(±50%), 1800 μm(±50%), 1900 μm(±50%), 2000 μm(±50%), 2100 μm(±50%), 2200 μm(±50%), 2300 μm(±50%), 2400 μm(±50%), 2500 μm(±50%) 또는 3000 μm(±50%)의 범위내.
- [0357] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 D50 값을 특징으로 하는 다음의 입자 크기 분포를 갖는 분말이다:
- [0358] - 1800 μm 이하, 바람직하게는 1700 μm 이하, 바람직하게는 1600 μm 이하, 바람직하게는 1500 μm 이하, 바람직하게는 1400 μm 이하, 바람직하게는 1300 μm 이하, 바람직하게는 1200 μm 이하, 바람직하게는 1100 μm 이하, 바람직하게는 최대 1000 μm, 바람직하게는 최대 900 μm, 바람직하게는 최대 800 μm, 바람직하게는 최대 700 μm, 바람직하게는 최대 600 μm, 바람직하게는 최대 500 μm, 바람직하게는 최대 400 μm, 바람직하게는 최대 300 μm, 바람직하게는 최대 200 μm; 및/또는
- [0359] - 적어도 200 μm, 바람직하게는 적어도 300 μm, 바람직하게는 적어도 400 μm, 바람직하게는 적어도 500 μm, 바람직하게는 적어도 600 μm, 바람직하게는 적어도 700 μm, 바람직하게는 적어도 800 μm, 바람직하게는 적어도 900 μm, 바람직하게는 적어도 1000 μm, 바람직하게는 적어도 1100 μm, 바람직하게는 적어도 1200 μm, 바람직하게는 적어도 1300 μm, 바람직하게는 적어도 1400 μm, 바람직하게는 적어도 1500 μm, 바람직하게는 적어도 1600 μm, 바람직하게는 적어도 1700 μm, 바람직하게는 적어도 1800 μm; 및/또는
- [0360] - 200 μm(±50%), 250 μm(±50%), 300 μm(±50%), 350 μm(±50%), 400 μm(±50%), 450 μm(±50%), 500 μm(±50%), 600 μm(±50%), 700 μm(±50%), 800 μm(±50%), 900 μm(±50%), 1000 μm(±50%), 1100 μm(±50%), 1200 μm(±50%), 1300 μm(±50%), 1400 μm(±50%), 1500 μm(±50%), 1600 μm(±50%), 1700 μm(±50%) 또는 1800 μm(±50%)의 범위내.
- [0361] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 D90 값을 특징으로 하는 다음 입자 크기 분포를 갖는 분말이다:
- [0362] - 1500 μm 이하, 바람직하게는 1400 μm 이하, 바람직하게는 1300 μm 이하, 바람직하게는 1200 μm 이하, 바람직하게는 1100 μm 이하, 바람직하게는 1000 μm 이하, 바람직하게는 900 μm 이하, 바람직하게는 800 μm 이하, 바람직하게는 700 μm 이하, 바람직하게는 600 μm 이하, 바람직하게는 500 μm 이하, 바람직하게는 400 μm 이하, 바람직하게는 300 μm 이하; 및/또는
- [0363] - 적어도 300 μm, 바람직하게는 적어도 400 μm, 바람직하게는 적어도 500 μm, 바람직하게는 적어도 600 μm, 바람직하게는 적어도 700 μm, 바람직하게는 적어도 800 μm, 바람직하게는 적어도 900 μm, 바람직하게는 적어도 1000 μm, 바람직하게는 적어도 1100 μm, 바람직하게는 적어도 1200 μm, 바람직하게는 적어도 1300 μm, 바람직하게는 적어도 1400 μm, 바람직하게는 적어도 1500 μm; 및/또는
- [0364] - 300 μm(±50%), 350 μm(±50%), 400 μm(±50%), 450 μm(±50%), 500 μm(±50%), 600 μm(±50%), 700 μm(±50%), 800 μm(±50%), 900 μm(±50%), 1000 μm(±50%), 1100 μm(±50%), 1200 μm(±50%), 1300 μm(±50%), 1400 μm(±50%) 또는 1500 μm(±50%)의 범위내.
- [0365] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 최대 10, 바람직하게는 최대 9, 바람직하게는 최대 8, 바람직하게는 최대 7, 바람직하게는 최대 6, 바람직하게는 최대 5, 바람직하게는 최대 4, 바람직하게는 최대 3.5, 바람직하게는 최대 3, 바람직하게는 최대 2.5, 바람직하게는 최대 2, 바람직하게는 최대 1.5의 스펬 값(D90-D10)/D50을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는

다.

- [0366] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 적어도 1.5, 바람직하게는 적어도 2, 바람직하게는 적어도 2.5, 바람직하게는 적어도 3, 바람직하게는 적어도 3.5, 바람직하게는 적어도 4, 바람직하게는 적어도 5, 바람직하게는 적어도 6, 바람직하게는 적어도 7, 바람직하게는 적어도 8, 바람직하게는 적어도 9, 바람직하게는 적어도 10의 스펀 값(D90-D10)/D50을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는다.
- [0367] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 최대 10, 바람직하게는 최대 9, 바람직하게는 최대 8, 바람직하게는 최대 7, 바람직하게는 최대 6, 바람직하게는 최대 5, 바람직하게는 최대 4, 바람직하게는 최대 3.5, 바람직하게는 최대 3, 바람직하게는 최대 2.5, 바람직하게는 최대 2, 바람직하게는 최대 1.5의 상대 호흡 D90/D10을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는다.
- [0368] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 1.5 이상, 바람직하게는 2 이상, 바람직하게는 적어도 2.5, 바람직하게는 적어도 3, 바람직하게는 적어도 3.5, 바람직하게는 적어도 4, 바람직하게는 적어도 5, 바람직하게는 적어도 6, 바람직하게는 적어도 7, 바람직하게는 적어도 8, 바람직하게는 적어도 9, 바람직하게는 적어도 10의 상대 호흡 D90/D10을 특징으로 하는 입자 크기 분포를 갖는다.
- [0369] 분말의 입자 크기 분포는 체 분석으로 분석할 수 있다.
- [0370] 바람직하게는, 분말의 82.5% 이상이 400 μ m의 메쉬 크기를 통과한다. 보다 바람직하게는 분말의 83% 이상, 바람직하게는 84% 이상, 바람직하게는 85% 이상, 바람직하게는 86% 이상, 바람직하게는 87% 이상, 바람직하게는 88% 이상이 400 μ m의 메쉬 크기를 통과한다.
- [0371] 바람직하게는 분말의 46% 이상이 315 μ m의 메쉬 크기를 통과한다. 보다 바람직하게는 분말의 적어도 47%, 바람직하게는 적어도 50%, 바람직하게는 적어도 52%, 바람직하게는 적어도 54%, 바람직하게는 적어도 56%, 바람직하게는 적어도 58%는 315 μ m의 메쉬 크기를 통과한다.
- [0372] 바람직하게는, 분말의 적어도 15.5%는 250 μ m의 메쉬 크기를 통과한다. 보다 바람직하게는 분말의 적어도 16%, 바람직하게는 적어도 19%, 바람직하게는 적어도 22%, 바람직하게는 적어도 25%, 바람직하게는 적어도 28%, 바람직하게는 적어도 31%는 250 μ m의 메쉬 크기를 통과한다.
- [0373] 바람직하게는, 분말의 3.5% 이상이 200 μ m의 메쉬 크기를 통과한다. 보다 바람직하게는 분말의 적어도 4%, 바람직하게는 적어도 6%, 바람직하게는 적어도 8%, 바람직하게는 적어도 10%, 바람직하게는 적어도 12%, 바람직하게는 적어도 13%는 200 μ m의 메쉬 크기를 통과한다.
- [0374] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 최대 900kg/m³, 바람직하게는 최대 850 kg/m³, 바람직하게는 최대 800 kg/m³, 더욱 바람직하게는 최대 750 kg/m³, 바람직하게는 최대 700 kg/m³, 바람직하게는 최대 675 kg/m³, 바람직하게는 최대 650 kg/m³의 Powtec 500 벌크 밀도 분석 장치에 의해 바람직하게 측정된 벌크 밀도를 갖는다.
- [0375] 바람직한 구체예에서, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 300 \pm 100kg/m³, 또는 350 \pm 100kg/m³, 또는 400 \pm 100kg/m³, 또는 450 \pm 100kg/m³, 또는 500 \pm 100kg/m³, 또는 550 \pm 100kg/m³, 또는 600 \pm 100kg/m³ 또는 650 \pm 100kg/m³ 또는 700 \pm 100kg/m³ 또는 750 \pm 100kg/m³ 범위내의 Powtec 500 벌크 밀도 분석 장치에 의해 바람직하게 측정된 벌크 밀도를 갖는다.
- [0376] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 유리 유동 분말이다.
- [0377] 바람직하게는, 단계 (e), (f) 또는 (g)에서 수득한 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 본질적으로 건조 분말이다.
- [0378] 본 발명의 또 다른 측면은 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 관한 것으로, 상기 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물은 다음을 포함한다:
- [0379] (i) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 0.05중량% 및/

또는 바람직하게는 최대 5.0중량%, 더 바람직하게는 최대 2.5중량%의 잔류 함수량; 및/또는

- [0380] (ii) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 70 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 99.5 중량%, 더 바람직하게는 95 내지 96 중량%의 알룰로오스 함량; 및/또는
- [0381] (iii) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 총 중량에 대하여 적어도 0.05 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 10 중량%의 과당 함량; 및/또는
- [0382] (iv) 적어도 1% 및/또는 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물 최대 90%의 결정도; 및/또는
- [0383] (v) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여 적어도 2.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 95 중량%의 α -과당 형태의 알룰로오스 함량 ; 및/또는
- [0384] (vi) 제품 알룰로오스 조성물, 또는 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 적어도 1.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 95 중량%의 β -과당 형태의 알룰로오스 함량 ; 및/또는
- [0385] (vii) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 적어도 2.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 95 중량%의 α -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량; 및/또는
- [0386] (viii) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 적어도 2.0 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 99 중량% 이하의 β -피라노오스 형태의 알룰로오스 함량 ; 및/또는
- [0387] (ix) 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물에 함유된 알룰로오스의 총 함량에 대하여, 적어도 0.01 중량% 및/또는 바람직하게는 최대 5.0중량%의 오픈 케토 형태의 알룰로오스 함량; 및/또는
- [0388] (x) 최대 900 μ m 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μ m의 평균 입자 크기; 및/또는
- [0389] (xi) 최대 1800 μ m 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μ m의 D10 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포; 및/또는
- [0390] (xii) 최대 1300 μ m 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μ m의 D50 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포; 및/또는
- [0391] (xiii) 최대 900 μ m 및/또는 바람직하게는 적어도 10 μ m의 D90 값을 특징으로 하는 입자 크기 분포.

[0392] 상기 기재된 바와 같은 본 발명에 따른 방법의 단계 (e), 단계 (f) 또는 단계 (g)에 의해 수득되는 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 바람직한 특성은 유사하게 또한 본 발명에 따른 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물의 바람직한 특성이며, 상기 공정에 의해 얻어지지 않는 경우에도, 즉 본 발명에 따른 방법의 단계 (e), 단계 (f) 또는 단계 (g)에 의해 얻어지지 않는 경우에도 마찬가지로 이고, 이하 반복되지 않는다.

[0393] 바람직하게는, 실온에서 순수한 물 74.30g에 본 발명에 따른 제품 알룰로오스 조성물, 바람직하게는 고체 알룰로오스 조성물 26.05g을 용해시키는 데는, 각각의 경우 회전 각도[α]가 더 이상 근본적으로 변하지 않을 때까지, 즉 알룰로오스의 아노머 형태가 평형을 이룰 때까지 최대 50분; 바람직하게는 최대 45분, 바람직하게는 최대 40분, 바람직하게는 최대 35분, 바람직하게는 최대 30분, 바람직하게는 최대 25분, 바람직하게는 최대 20분, 바람직하게는 최대 15분, 바람직하게는 최대 10분, 바람직하게는 최대 5분이 소요된다.

[0394] 바람직하게는, 본 발명에 따른 알룰로오스 조성물은 상기 기재된 본 발명에 따른 방법에 의해 수득가능하다.

[0395] 하기 실시예는 본 발명을 추가로 설명하지만 본 발명의 범위를 제한하는 것으로 해석되어서는 안 된다.

[0396] 실시예 1 - 변광회전:

[0397] 결정질 알룰로오스를 물에 용해시켰다(DS 26 중량%). 그 후 신속하게 샘플을 선광계에 넣고 일정한 간격(1분 간격, 23° C)으로 회전 각도를 판독하였다. 이로부터 시간 경과에 따른 회전 각도를 표시하였다(도 1 참조). 물 74.30g과 결정성 알룰로오스 26.05g을 혼합하였다. 알룰로오스가 완전히 용해될 때까지 혼합물을 교반 막대로 짧게 교반하였다. 그런 다음 샘플을 선광계에 넣고 동일한 샘플의 회전 각도를 일정한 간격으로 측정하였다. 알룰로오스 첨가와 첫 번째 측정값(0분) 사이에는 약 5분이 있었다.

[0398] 도 1로부터, 새로 준비한 알룰로오스는 회전각이 일정하게 유지될 때까지, 즉 용액의 키랄 중(α -피라노오스, β -피라노오스, α -과당, β -과당, 개방형 케토 형태)은 서로 평형을 이룰때 까지 1시간 이상을 필요로 한다는 것을 명확히 알 수 있다.

[0399] 본 발명에 따라 얻은 고체 알룰로오스의 변광회전을 고결정성 알룰로오스의 변광회전과 비교하였다. 이를 위해, 약 DS 26 중량%의 건조 물질 함량의 용액을 각각 100 내지 200 μ m(체 분획) 범위 내의 입자 크기를 갖는 분말형 조성물로부터 제조하였다.

[0400] 입자 크기가 100-200 μ m인 분말상 결정질 알룰로오스(비교) 15.61g을 500mL 비이커에서 탈염수 47.6g에 23 $^{\circ}$ C에서 용해시켰다. 회전 각도는 편광계로 시간 경과에 따라 측정되었다.

[0401] 입자 크기 100-200 μ m의 압출된 알룰로오스(본 발명) 13.00g을 500mL 비이커에서 탈염수 37.07g에 23 $^{\circ}$ C에서 용해시켰다. 회전 각도는 편광계로 시간 경과에 따라 측정되었다.

[0402] 결과는 다음 표에 정리되어 있다.

시간 [분]	회전 각도 [$^{\circ}$]		시간 [분]	회전 각도 [$^{\circ}$]	
	비교	본 발명		비교	
0	-33.4	-27.10	17	-1.47	-1.14
0.5	-31.1	-24.80	17.5	-1.23	-0.94
1	-29	-23.08	18	-1	-0.74
1.5	-27	-21.50	18.5	-0.8	-0.56
2	-25.1	-20.07	19	-0.6	-0.39
2.5	-23.35	-18.70	19.5	-0.41	-0.23
3	-21.7	-17.39	20	-0.24	-0.08
3.5	-20.13	-16.20	20.5	-0.08	0.06
4	-18.71	-15.05	21	0.07	0.20
4.5	-17.36	-13.95	21.5	0.22	0.32
5	-16.1	-13.00	22	0.35	0.44
5.5	-14.91	-	22.5	0.47	0.55
6	-13.8	-11.80	23	0.59	0.65
6.5	-12.78	-10.38	23.5	0.7	0.75
7	-11.81	-9.60	24	0.8	0.85
7.5	-10.9	-8.88	24.5	0.9	0.94
8	-10.05	-8.20	25	0.99	1.02
8.5	-9.25	-7.57	25.5	1.07	1.09
9	-8.51	-6.97	26	1.15	1.17
9.5	-7.81	-6.42	26.5	1.22	1.23
10	-7.18	-5.89	27	1.29	1.30
10.5	-6.57	-5.39	27.5	1.36	1.36
11	-6	-4.93	28	1.42	1.41
11.5	-5.47	-4.50	28.5	1.48	1.47
12	-4.98	-4.09	29	1.53	1.52
12.5	-4.51	-3.70	29.5	1.58	1.56
13	-4.08	-3.34	30	1.63	1.61
13.5	-3.67	-3.00	35	1.96	1.94
14	-3.29	-	40	2.13	2.11
14.5	-2.93	-2.39	45	2.22	2.21
15	-2.6	-2.10	50	2.26	2.26
15.5	-2.29	-	55	2.29	2.29
16	-2	-1.60	60	2.30	2.31
16.5	-1.72	-1.36			

[0403]

[0404] 더 나은 비교를 위해 각 측정 값에 대해 특정 회전 각도[($^{\circ}$ *ml) / (dm*g)]를 계산하였다. 결과는 그림 2에 시각화되어 있다.

[0405] 도 2에 도시된 바와 같이, 압출된 알룰로오스의 용해 직후 특정 회전각은 결정성 알룰로오스의 회전각보다 높다. 이는 압출된 알룰로오스의 호변이성질체 평형이 결정성 알룰로오스의 평형과 다르다는 것을 나타낸다.

[0406] 실시예 2 - 예비 테스트:

[0407] 열역학적 평형을 초과하는 것은 예컨대,

[0408] - 천연 모결정,

[0409] - 외부 핵 생성 사이트,

[0410] - 강한 전단 흐름에 의해 엔트로피 감소 질서의 생성

[0411] 에 의해 다양한 조치로 줄여질 수 있다.

[0412] 증발 조건에서 작동하는 압출기는 증발과 전단을 결합하는 최적의 장치인 것 같다. 그러나 승온에서 알룰로오스 시럽으로부터 미립자 알룰로오스 상이 형성될 수 있는 실험 조건을 찾을 필요가 있다.

[0413] 따라서 다양한 조건에서 수종의 다양한 탄수화물의 과포화 및 과냉각을 추정하기 위해 예비 테스트를 수행하였

다.

[0414] 예비 테스트 결과는 아래 표에 요약되어 있다.

	이소말투로오스	과당 / 포도당 혼합물	자당	알룰로오스	알룰로오스
분자량	342 g/mol	180 g/mol	342 g/mol	180 g/mol	180 g/mol
녹는점	120°C	102°C (과당) 146°C (포도당)	186°C	96°C	96°C
질량 분율	90%	90%	80%	70%*	80%*
온도	58°C	56°C	149°C	150°C	190°C
과포화	35%	1% (과당) 16% (포도당)	-14%	-27%	-19%
과냉각	62 K	46 K (과당) 90 K (포도당)	37 K	-54 K	-94 K

[0415]

[0416] * 증류 전

[0417] 위 표의 데이터는 주어진 조건에서 과포화 및 과냉각의 상당한 차이를 보여준다. 이소말투로오스는 고도로 과포화되고 과냉각된 반면, 과당과 포도당의 혼합물은 덜 과포화되었지만 유사하게 과냉각되었다. 자당의 용액은 포화 상태이지만 동시에 융점이 높기 때문에 과냉각 상태이다. 자당에 비해 알룰로오스는 녹는점이 훨씬 낮다. 따라서 알룰로오스는 녹는점보다 상당히 높으며 물과의 혼합물은 상당히 불포화 상태이다. 상기 표의 데이터로부터 알룰로오스는 주어진 실험 조건 하에서 알룰로오스가 미립상을 형성할 수 없다는 결론을 내릴 수 있는데, 그 이유는 용액이 과포화되지도 과냉각되지도 않기 때문이다.

[0418] 놀랍게도 증발과 전단의 조합이 미립자 알룰로오스의 생산에 특히 적합하다는 것이 밝혀졌다. 안정적인 온도 제어와 전단력의 작용이 중요한 역할을 한다. 그러나 실험 결과에 따르면 용액의 과포화 외에도 용융물의 과냉각도 중요한 역할을 한다.

[0419] 실시예 3:

[0420] 다음 장치가 사용되었다.

- [0421] - RFM 81 - 멀티스케일 자동 굴절계(Bellingham Stanley)
- [0422] - IR 온도계 Testo 830-T1
- [0423] - 나선형 교반기가 있는 밀폐 용기 W-3197(Waldner Holding GmbH & Co. KG)
- [0424] - 진공 펌프 LF 80/2C-11(Sterling SIHI GmbH)
- [0425] - 순환 히터 PT 60(DIL e.V.)
- [0426] - 다용도 시스템 AR 403(ERWEKA)이 장착된 실험실 혼련기 LK5

[0427] 다음 재료가 사용되었다.

- [0428] - 순도 95.69%의 알룰로오스 시럽;
- [0429] - 평균 입자 크기가 12 μ m이고 순도가 100%인 모결정;
- [0430] - 평균 입자 크기가 36 μ m이고 순도가 99.2%인 종결정;
- [0431] - 평균 입자 크기가 190 μ m이고 순도가 약 99%인 모결정. 평균 Brix 값은 RFM 81 - 멀티스케일 자동 굴절계(Bellingham Stanley)를 사용하여 결정되었다. 각각의 경우 20°C에서 10~20회의 개별 측정을 수행하였다. 건조 고체 함량은 순도 95%의 알룰로오스 시럽에 적합한 방정식1을 사용하여 계산되었다:

[0432]
$$ds [\%] = \frac{Brix [\%]-1.15}{0.9251}$$
 방정식 1

[0433] 95.6%의 건조 물질 함량(ds)을 갖는 배치 2의 알룰로오스 시럽에 대해 칼-피셔 분석에 의해 물 함량이 92.8% (메탄올/디클로로메탄(1:1))로 결정되었다.

[0434] 72.4%의 건조 물질 함량(ds)을 갖는 알룰로오스 시럽의 3개 배치(각각 25 내지 35L)를 물 증발에 의해 단계적으로 농축시켰다. 농축 알룰로오스 시럽의 원하는 건조 물질 함량에 도달하면, 농축 알룰로오스 시럽의 일부(2 내지 2.5kg)를 실험실용 반죽기로 옮기고, 여기서 알룰로오스 시럽을 특정 시간 동안 반죽하였다. 반죽 후 상온에

서 알룰로오스 시럽의 일부를 베이킹 페이퍼에 펴 바르고 알룰로오스 시럽의 결정화를 조사하였다. 알룰로오스 시럽의 ds, 반죽 시간, 온도 및 알룰로오스 시럽 반죽 동안 모결정의 선택적인 첨가와 같은 매개변수를 변화시키고 알룰로오스 시럽의 결정화에 대한 영향을 조사하였다.

- [0435] 각각 혼련 테스트 완료 후, 이전 테스트에서 발생할 수 있는 추가 결정화 핵으로 인한 오염을 방지하기 위해 혼련기의 공정 챔버를 완전히 청소하였다.
- [0436] 밀폐된 용기에서 알룰로오스 시럽의 농축을 수행하였다. 알룰로오스 시럽을 먼저 최대 65° C까지 가열한 다음 진공 펌프를 시작하고 0.85~0.95bar의 진공을 설정하였다. Brix 값을 결정하기 위해 물의 증발을 15분 또는 30분마다 중단하였다. Brix 측정 기간 동안 가열을 중단하였다. 진공 펌프가 작동하는 동안 소량의 신선한 공기가 신선한 공기 공급 장치를 통해 유입되어 충분한 증기 흐름을 동반하였다.
- [0437] 알룰로오스 시럽의 반죽은 실험실 혼련기에서 40rpm의 속도로 수행되었다. 모결정(알룰로오스 시럽의 양에 대해 10중량%)의 선택적인 첨가를 60초에 걸쳐 수행하였다. 모결정이 알룰로오스 시럽에 고르게 분포되고 혼련 축 주위에 축적되는 것을 방지하였다.
- [0438] 72.4중량%의 건조 물질 함량(ds)을 갖는 알룰로오스 시럽의 제1 배치(배치 1)를 약 75중량%, 80중량%, 85중량%, 90중량% 및 95중량%의 건조 물질 함량(ds)으로 단계적으로 농축시켰다. 각각 약 80 중량%, 85 중량%, 90 중량% 및 95 중량%의 건조 물질 함량(ds)에서 알룰로오스 시럽의 일부를 혼련기로 옮기고 결정화를 조사하였다. 각각 약 85 중량% 및 95 중량%의 건조물질 함량(ds)의 알룰로오스 시럽에 모결정을 첨가하였다.
- [0439] 알룰로오스 시럽의 제2 배치(배치 2) 및 알룰로오스 시럽의 제3 배치(배치 3)를 약 95중량%의 건조 물질 함량(ds)으로 단계적으로 농축하였다. 건조 물질 함량(ds)이 약 95중량%인 농축 알룰로오스 시럽의 일부를 혼련기로 옮기고 각 경우에 알룰로오스 시럽의 결정화를 조사하였다.
- [0440] 알룰로오스 시럽 배치 1 내지 3을 농축하기 위한 조건 및 결과 Brix 값 및 계산된 ds 값은 아래 표에 정리되어 있다

	Brix [%]			ds [중량%]		온도 [°C]			교반 속도 [rpm]	압력 [bar]	시간 [분]
	평균	SD	번호	평균	SD	밀폐된 용기		알룰로오스 시럽 종료			
						시작	종료				
	68.2	0.2	10	72.4	0.2	-	-	-	-	-	-
배치 1	71.1	0.7	15	75.6	0.7	65: 75 ¹	56	50	40	0.85-0.95	30
	75.2	0.6	15	80.0	0.6	90	65	56	40	0.85-0.95	30
	81.5	0.4	15	86.8	0.5	90	65	56	40	0.85-0.95	30
	86.4	0.8	15	92.5	0.8	90	65	60	40	0.85-0.95	15
	90.8	0.04	10	96.9	0.04	90	65	58	40	0.85-0.95	15
배치 2	75.0	1.3	20	79.8	1.4	90	65	56	40	0.85-0.95	2x30
	78.8	0.8	20	83.9	0.9	90	65	57	40	0.85-0.95	30+15
	81.5	1.1	20	86.9	1.2	90	65	59	40	0.85-0.95	2x30
	89.5	3.5	15	94.4	3.8	90	65	66	40	0.85-0.95	10
	90.3	0.3	15	96.4	0.3	-	-	56	40	-	-
89.6	0.2	15	95.6	0.2	56	55±2	55	40	0.1-0.5 ²	-	
배치 3	78.6	1.2	15	83.7	1.3	90	65	57	40	-0.8-0.9	30
	82.7	0.5	15	88.2	0.6	90	65	58	40	-0.8-0.9	30
	83.7	0.6	15	89.3	0.7	90	65	63	40	-0.8-0.9	30
	83.2	0.90	10	88.7	1.0	90	65	63	40	-0.8-0.9	27
	91.2	0.05	10	97.4	0.1	90	65	66	40	-0.8-0.9	6
	90.4	0.25	10	96.5	0.3	56	-	-	40	-	-

[0441]

[0442] ¹10분 후; ²제거된 증기 없음

[0443] 알룰로오스 시럽의 반죽 조건 및 결정화 결과는 아래 표에 정리되어 있다.

	ds	알룰로오스 시럽				혼련기		모결정		결정화		
		평균	m	T [°C]		T	시간	크기	m	측시	24 h	76 h
		[%]	[g]	시작	종료	[°C]	[분]	[μm]	[g]			
배치 1	1-1	80.0	2460	53	>50	60	10	-	-	없음	-	-
	1-2a	86.8	1945	54	>50	60	10	-	-	없음	-	-
	1-2b	86.8	1945	54	54	60	20	190	195	없음	부분적	-
	1-3	92.5	1961	57-58	>50	60	10	-	-	없음	없음	-
	1-4a	96.9	1999	58	>50	60	10	-	-	없음	부분적	-
	1-4b	96.9	1999	58	>50	60	20	190	197	있음	있음	
	1-4c	96.9	1999	58	43-43.5	-	50	190	197	있음	있음	
배치 2	2-1	96.4	2685	56	55±1	60	10	-	-	없음	-	있음
	2-2	95.6	2554	54	55±1	60	10	190	256	있음		
	2-3	95.6	2581	53	55±1	60	10	36	258	있음		
	2-4a	95.6	2490	53	41-42	40	10	190	249	있음		
	2-4b	95.6	2490	53	41-42	40	40	190	249	있음		
	2-5	95.6	2580	55	40	-	10	190	258	있음		
	2-6	95.6	2481	52	40	-	10	190	248	있음		
2-7	95.6	2559	53	38-39	-	10	36	259	있음			
배치 3	3-1a	96.5	2810	55	49	40	10	190	280	있음		
	3-1b	96.5	2810	55	49	40	20	190	280	있음		
	3-1c	96.5	2810	55	49	40	30	190	280	있음		
	3-2a	96.5	3320	52	50	40	10	190	330	있음		
	3-2b	96.5	3320	52	50	40	20	190	330	있음		
	3-2c	96.5	3320	52	50	40	30	190	330	있음		
	3-3a	96.5	3445	53	53	40	10	190	344	있음		
3-3b	96.5	3445	53	53	40	20	190	344	있음			
3-3c	96.5	3445	53	53	40	30	190	344	있음			

[0444]

[0445]

약 95중량% 미만의 건조 물질 함량(ds)을 갖는 알룰로오스 시럽의 결정화는 모결정을 첨가하지 않으면 관찰될 수 없었다. 약 85중량%의 건조 물질 함량(ds)을 갖는 알룰로오스 시럽의 부분 결정화는 모결정의 첨가 후 및 혼련 후 실온에서 24시간 이상의 결정화 시간 동안 관찰될 수 있었다. 알룰로오스 시럽은 완전히 결정화되지 않았으며, 이는 잔류 함수량이 여전히 너무 높았음을 나타낸다.

[0446]

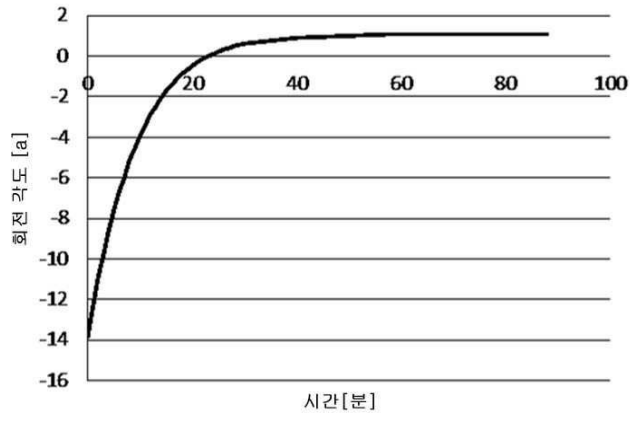
혼련 후 실온에서 24시간 초과인 결정화 시간 후에 모결정을 첨가하지 않고 약 95중량%의 건조 물질 함량(ds)을 갖는 알룰로오스 시럽에 대해 부분 결정화가 또한 관찰될 수 있었다. 알룰로오스 시럽은 완전히 결정화되지는 않았지만 끈적끈적하고 형성 가능한 상태를 유지하였다. 적어도 76시간의 결정화 시간 후에 알룰로오스 시럽의 완전한 결정화가 관찰되었다.

[0447]

약 95중량%의 건조 물질 함량(ds)을 갖는 알룰로오스 시럽은 반죽하는 동안 모결정이 첨가될 때 이미 결정화되었다. 알룰로오스 시럽은 반죽 후 실온에서 10 내지 20분 후에 완전히 결정화되었다. 반죽 시간이 길수록 반죽 후 결정화 타이머가 단축된다. 모결정의 결정 크기의 변화는 알룰로오스 시럽의 결정화에 영향을 미치지 않았다.

도면

도면1



도면2

