

(19)
(12)

(KR)
(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁷
D01F 2/02

(45)
(11)
(24)

2002 12 26
10 - 0365867
2002 12 10

(21) 10 - 2000 - 0056462
(22) 2000 09 26

(65) 2002 - 0024689
(43) 2002 04 01

(73) 2 39 - 1

(72) 60 103 601
1 177 - 14
7 634 - 114
1 657 - 32

(74)
:

(54) N - - N -

NMMO
가
NMMO
NMMO , NMMO
NMMO
NMMO

, NMMO , , , , , , , , , ,

1 N - - N - (NMMO) (가 10 /)

2 NMMO (13.3 %) (95)

3 .

4 .

5 NMMO I () .

6 NMMO II () .

7 가 .

- N - (NMMO)
가 .

N -

NMMO 18 % (NMMO)
18 % (NMMO)

NMMO .

, 22 % NMMO (4,142,913 , 4,144,080 ,
4,196,282 4,246,221).
가 , NMMO
가 .

356,419 40 % NMMO , 가
WO 94/06530 가

85 95 NMMO (15 %)
가 4,211,574 가
NMMO 가

(4,416,698). NMMO 가 , 가

NMMO (78) 50 60
5,584,919 가 , NMMO

PCT/KR97/00104
90 100 NMMO (78) 75 , 75
20 60 μm 가
120 가 가 9
14 (L/D 36 48) 0.04 0.08

가 NMMO , NMMO 가
가 NMMO

NMMO 가 NMMO
NMMO

NMMO , 50 % NMMO NMMO NM
MO , NMMO NMMO 가

[1]

(%)	(5 /)						(10 /)							
	Tm()			Tc()			Tm()			Tc()				
22	42						46							
18	42	60		5			45	63		5				
15	39	77		21			41	78		7				
13.3	78						25							
12	78	-	95	105	30	-	72	-	85	102	-	33	73	-
11	76	89	97	113	31	-	82	-	87	103	125	30	77	85
8	75	90	97	130	30	79	97	78	90	103	135	30	78	99
6	75	90	95	141	27	80	113	77	92	103	148	27	79	118
3	74	90	99	156	-	80	127	77	93	104	177	-	80	139
0	[74]	-	103	180	-	80	140	[75]	-	105	183	-	81	143
Tm: (0 가) Tc: (20 []): thermogram														

1 BASF 50 % NMMO 100 °C , NMMO
 .(NMMO Karl - Fischer ,
 DSC 7(Perkin - Elmer Co.) (Perkin - Elmer part 3
 19 - 0218) 25 35 mg 2 200 가).

1 , NMMO (NMMO)(13.3 %)
 15 22 % NMMO 가 5
 10 가 가 DSC 가
 0 12 % NMMO 가 5
 10 가 가 NMMO . NMMO
 NMMO NMMO 가 , 78
 NMMO NMMO 13.3 11 % NMMO 13.3 %
 10 가 NMMO . 1 1 . 1
 0 (T_m) 가 . L NMMO (T_{c1} T_{c3}) NMMO 가
 . 13.3 22 % C₁, C₂ C₃ NMMO
 . 13.3 % NMMO
 가 가 0 20 C₃ 10 80 , 10 2
 0 C₃ . 8 % NMMO C₁ 80 , C₂ 20
 80 C₃ 33 . 13.3 3 % NMMO
 가 1 80 가 가 .
 85 143 (1 C₁) 1 가 , C₁ 가 10
 NMMO 73 81 (1 C₂) 2 가 , 27 33 (C₃
) 3 가 .

NMMO 가 가
 MMO DSC NMMO 2 13.3 % N
 95 10 200 DSC
 가 가 29 20

[2]

(/)	86.7 % NMMO	92 % NMMO		
	Tc()	Tc()		
10	29	30	78	99
20	26	28	78	95
30	24	25		83
40	22	23		78
50	22	22		75
60	20	22		
70	20	21		
80	20	20		
90	20	20		
100	20	19		
200	20	17		
Tc : (86.7 % NMMO : 95 20) (92 % NMMO : 135 20)				

2 13.3 % 8 % NMMO
 가 10 200 , NMMO 29 20 .
 가 10 NMMO 1 (20) 9
 가 . 가 95 (2) 80 (1)
 , 8 % NMMO 135 가
 10 200 가 가 NMMO 10
 30 , 78 99 가 가
 , 60 78 99 가 가
 가 22 가 8 %
 NMMO 가 60
 22 NMMO .
 NMMO 가
 MO NMMO . 3 95 13.3 % NM
 (78) 20 200 , 가 20
 () 가 20
 30 , 35 , 37.5 , 38.5 , 40 45 , 2 , 10 , 15 , 27 , 38
 38 가 200 12 , 48 ,
 55 , 217 , 1800 1800 가 200 45 , 50
 65 1800 DSC

[3]

()	()	
	(20 /)	(200 /)
30	2	12
35	10	48
37.5	15	55
38.5	27	217
40	38	1800
45	38	"
50	"	"
65	"	"
· NMMO (13.3%M 78) · : 95		

3 NMMO 가 65 가 (A+)

. NMMO (A), 50 가 65 (B) 가 (C) . (A)

B), 50 가 (B) 가 (A+B)

가 (B) 가 NMMO 가

가 (C) NMMO 가

가 C 가

50 % NMMO 8 18 %

NMMO NMMO

8 14 % NMMO 8 18 % NMMO 가

NMMO 가

가

NMMO NMMO

4 , NMMO (5)

NMMO (60 mm, L/D 20) 1 가

7 (D) 45 mm, L/D 7, P/D 1.5) (P) 가

1 [1 NMMO 가 , 4

2 3 3 4

5 (A+B), (B) 65

50 45

L/D 35 48

가 , 10 , L/D , 10 35

15 25

NMMO 8 18 % , 8 14 %

NMMO , 50 % NMMO NMMO 가 65

50

NMMO 가 가 NMMO

5 NMMO 가 , 6 NMMO

가

NMMO

13 % NMMO 가 (1 1) , NMM

60 T_{c1} T_{c2} (1) 50

25 가

NMMO

13 % NMMO 20 30

가 , NMMO 50 NMMO

NMMO , 65 50

NMMO 20 (13 % NMMO) ,

60 (13 % NMMO)

1

NMMO 가 가 1 가
 . NMMO 50 , 가
 40 .
 (ring sieve)가 (knife - edged)
 0.8 ,
 50 μm 0.08 ,
 16 μm 0.05 .
 1000 μm 1000 μm NMMO 가
 0.05 , 가 가
 , 가 7 가
 가 0.05 0.5
 1 0.5 , NMMO 0.1 0.4 .
 , 가
 가 가

1.
 II I . NMMO 가
 X - X - MAC Science
 MX18 X - ray Diffractometer 45 kV, 250 mA CuK
 (=1.5405) 1 ° scanning

2. (DPw)
 (Ubbelohode Viscometer No. 1, Fisher Corporation) ASTM D539 - 51T 0.5 M
 (Cuene,) 25 ± 0.01 0.1 0.6 g/dl
 [IV] (1) (C) (sp)
 (DPw) (2) - (Mark - Houwink) [IV]
 [: M. Marx, Makromol. Chem., 16, 157(1955); J. Brandrup, E.H. Immergut, Polymer Handb
 ook, 3rd ed., Vol. 144, Wiley - Interscience, New York, 1989].

$$[IV] = \lim_{C \rightarrow 0} [\eta_{sp} / C]$$

$$[IV] = 0.98 \times 10^{-2} DP_w^{0.9}$$

3.

6.17 ml 30 % NMMO 10 g 1
 60 NMMO 가
 (Hewlett Packard Model HP8453) 450 nm
 (AOOD) , 450 nm 1 % NMMO . 50
 % NMMO (BASF Co.) AOOD 0.0006 .

4.

가 (120 mm, L/D 30) 60 ,
 90 , 100 , 100
 70 150 (Nikon p
 olarizing microscope, Type 104) 가 .

:

3 가 NMMO
 P900) (Nikon polarizing microscope, Type 104) . (Mettler Toledo F
 가 NMMO
 NMMO NMMO
 [4,196,282, H. Chanzy, et. al., J. Appl. Polym. Sci.: Appl. Polym. Symp., 37, 239(1983)
] NMMO .

, NMMO (NMMO
) . NMMO
 3 . A , B 가
 가 , C 가 가 I 가
 II 가
 . X .

30	13, 17	20	% NMMO	(20 25)	가	20	(Sai - Lyo, Sappi, DPw 1050)
			NMMO			13 %	NMMO
		15	NMMO	가		17 20	% NMMO
	2						
30	<	1		30	NMMO	30 가	가
	<	1					
	3						
	8, 10.5, 13, 17	19	% NMMO		가	20	
	40				NMMO		
	NMMO					NMMO	20
	4						
40	<	3		NMMO	40		
가		<	3		NMMO	35 가	
	5						
	8, 10.5, 13, 17	19	% NMMO		가	200	
	40				NMMO		
	NMMO					NMMO	
300			가				
	6						
40	<	5		NMMO	40		<
	5						
	7						
	8, 10.5, 13, 17, 19	21	% NMMO		가	200	
	50				NMMO		
			<	6	NMMO	1800	
	8						
50	<	7		NMMO	50		
		<	7	가			1800

9

10.5, 13, 17, 19 21 % NMMO 가 20
 65 . NMMO .
 10.5, 13 17 % NMMO 19
 % NMMO 21 %
 NMMO .

10

10.5, 13, 17, 19 21 % NMMO 가 20
 65 . NMMO .
 < 9 65 95 가 . 1
 0.5, 13, 17, 19 % NMMO 95
 . 21 % NMMO .

11

10.5, 13, 17, 19 21 % NMMO 가 95
 . 10.5, 13, 17 % NMMO <
 10 . 19 2
 1 % NMMO .

12

8, 13, 19, 20, 21 % NMMO 가 20
 65 . NMMO .
 < 9 65 150 가 .
 8, 13, 19 % NMMO 20 21 %
 NMMO 150 가 .

: 가

0.8 ,

μm 0.08 , , 16 μm 0.05 . 50

(D) 45 mm, L/D 7, P/D 1.5)
 (4 7).

(P) 가 [(60 mm, L/D 20) 1
 8 18 %

NMMO
 1

64 70
 (4 6) . 가
 . 3 , 64 70 NMMO

가 가 가

NMMO

1

1 64 70 NMMO
0.05(Sappi,) 0.08(V - 60,)
(7)

NMMO

5 12 %

NMMO

64

가

.64

가

95

70
가

2

< 1 0.05(Sappi) 0.08(V - 60) 가
0.1 < 1 <

3

< 2 0.05(Sappi) 0.08(V - 60)
0.2가 < 1 < 1

4

< 2 0.05(Sappi) 0.08(V - 60)
0.27 < 1 .64 NMM
O Sappi 95 가 70 N
MMO V - 60 < 1 95 가 < 70

5

< 2 0.05(Sappi) 0.3
0.08(V - 60) 0.45 < 1
.64 NMMO . 7

0 NMMO 95 가

가 64 가 70 NMMO 가 95 가 70 0.3 Sappi NMMO 가 64 NMMO

1

95 (25.4 mm) NMMO 64 (13.3%) 734 kg (0.1 mm) (60 mm)가 5 1140 m³ 15 NMMO 50 (5).

Pitch (DPw) 1050, 16 μm, 0.05 (Sappi) (P) 가 [(D) 45 mm, L/D 7, P/D 1.5) 100 kg (60 mm, L/D 20) 0.3 1 (4 7). 5 (4) NMMO (120 mm, L/D 30) 40 .5 가 60 , 90 , 1 00 , 100 70 DPw 980 NMM AOOD 0.0008

2

< 1 가 40 < 1 DPw 40 < 1 NMMO AOOD < 1

3

< 1 15 2100 m³
40 NMMO < 1
DPw NMMO AOOD 1 < 1 , ,

4
< 1 15 450m³ NMMO
65 < 1 가
< 1 DPw 950 , NMMO AOOD 0.0010 .

5
< 1 64 (0.1 mm) NMMO
, 6 , 64 NMMO (0.06 mm)
, 가 30 ° (hollow) . 15
1140m³ 8 % NMMO 135 <
734 kg 65 < 1 ,
; 1 DPw 930 < 1 NMMO AOOD 0.0011 .

가 NMMO NMMO

NMMO

(57)

1.

NMMO ,

NMMO
NMMO .

2.

1 , NMMO .

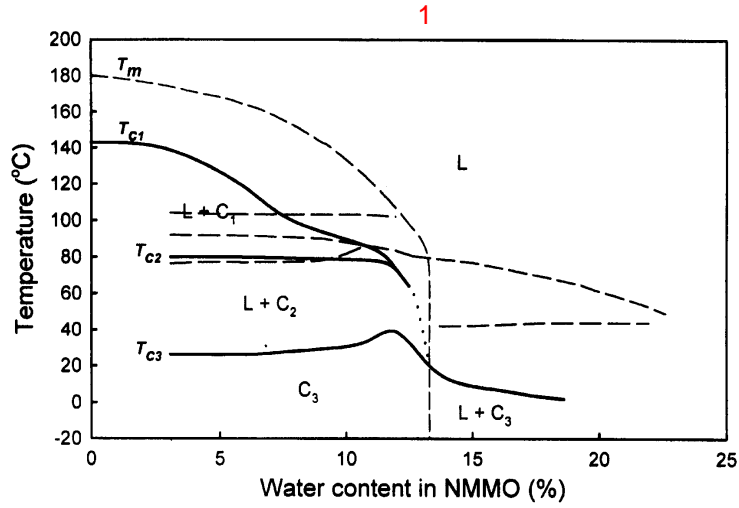
3.				
1	,	NMMO	8 18	%
4.				
1	,	NMMO	8 14	%
5.				
1	,	NMMO	65	
6.				
1	,	NMMO	50	
7.				
1	,	NMMO	20	/
8.				
1	,	NMMO	60	/
9.				
1	,	NMMO		50
10.				
1	,	NMMO		40
11.				
1	,	1000 μ m		
12.				
1	,		0.1 0.5	

13.

1 ,

NMMO

65



T_m : 용융 온도 T_{c1} , T_{c2} , T_{c3} : 결정화 온도

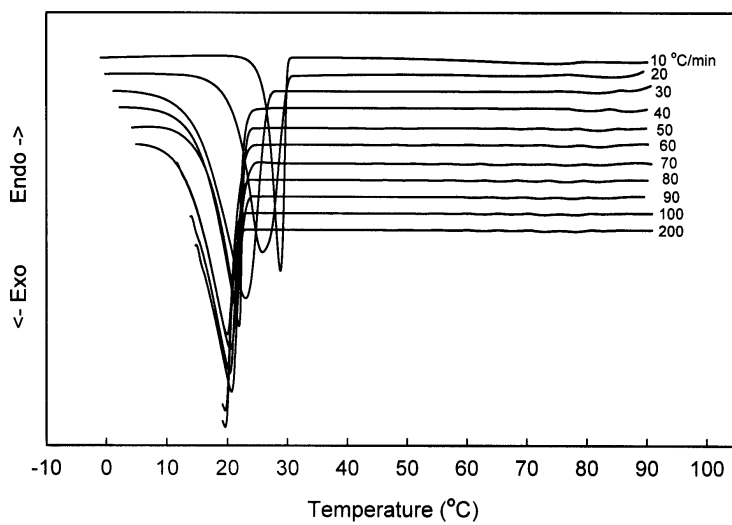
L : 액상 NMMO 수화물

C_1 : 80 °C 이상에서 결정으로 존재하는 NMMO 수화물

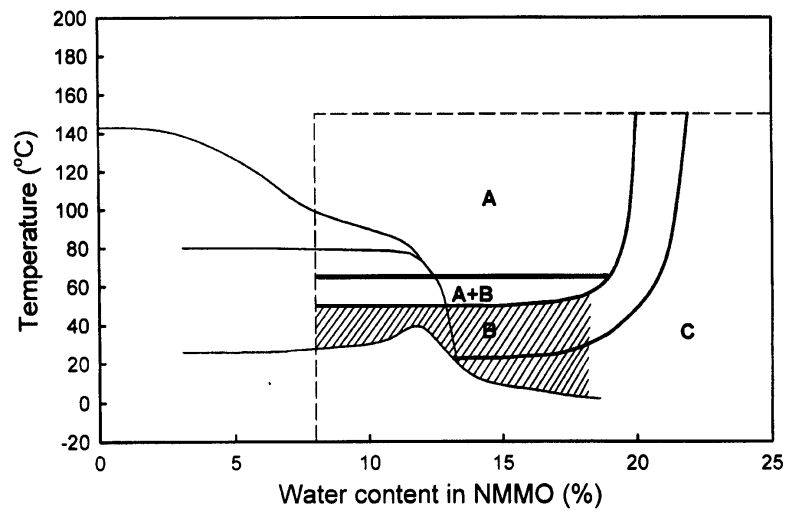
C_2 : 20~80 °C 에서 결정으로 존재하는 NMMO 수화물

C_3 : 33 °C 이하에서 결정으로 존재하는 NMMO 수화물

2



3



A : 셀룰로오스의 용해 영역

B : 셀룰로오스의 비가역적 팽윤 영역

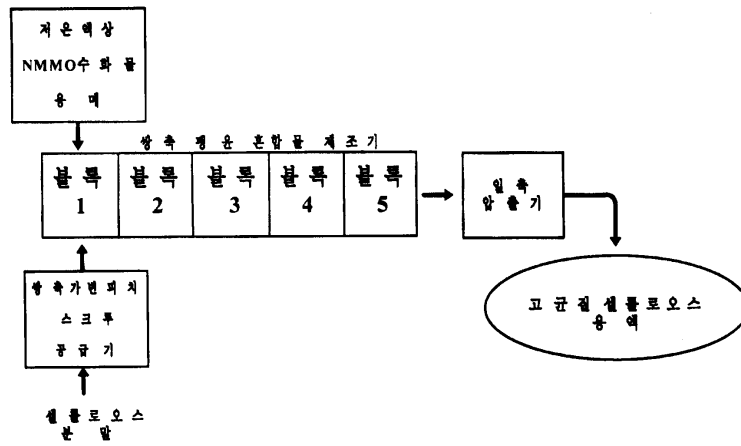
C : 셀룰로오스의 가역적 팽윤 영역

점선 : 기초실험에 의한 구분선

가는 실선 : NMMO 수화물의 결정화 온도 곡선

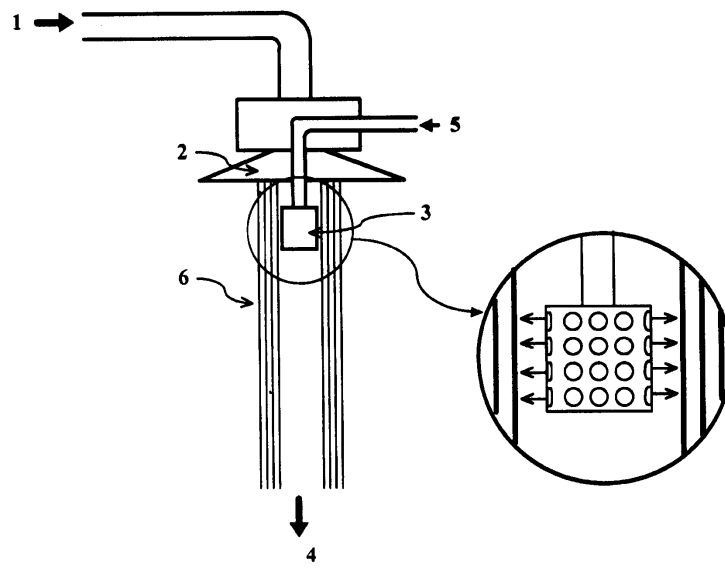
(분당 10 °C의 냉각에 의한 결정화 온도)

4



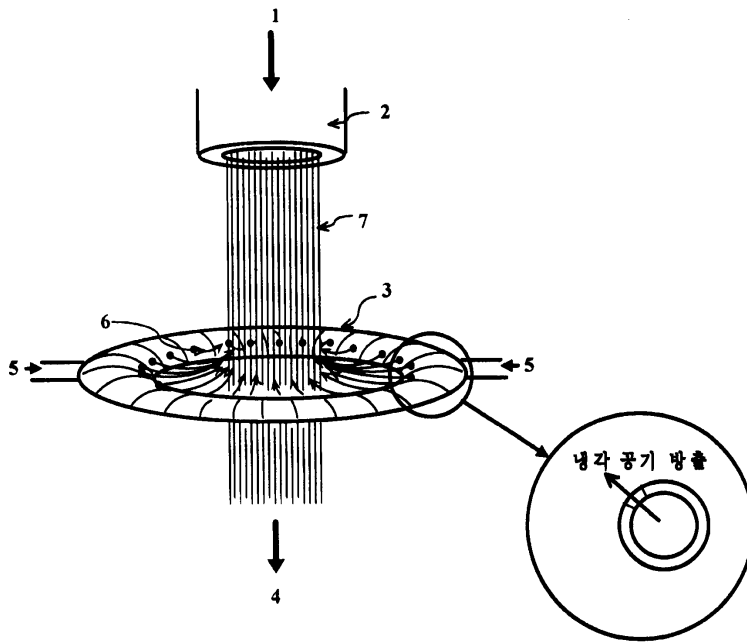
- 블록 1 : 펄프 분말 및 용융점 이하로 급냉된 액상 NMMO 수화물 용매 공급 구간
- 블록 2-3 : 셀룰로오스 팽윤 혼합물을 생성하는 혼합 및 혼련 구간
- 블록 4 : 이송 및 균질화 구간
- 블록 5 : 소포 및 계량 구간

5



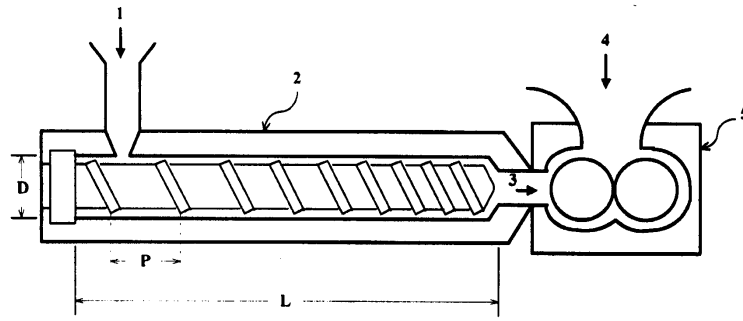
- 1. 용융된 NMMO 주입 2. NMMO 분사 노즐 3. 냉각공기 분사 노즐
- 4. 용융점 이하로 과냉각된 액상 NMMO 배출 5. 냉각공기 주입
- 6. 분사된 액상 NMMO

6



- 1. 용융된 NMMO 주입 2. NMMO 분사 노즐 3. 냉각공기 원형 분사 노즐
- 4. 용융점 이하로 과냉각된 액상 NMMO 배출 5. 냉각 공기 주입
- 6. 냉각 공기 배출 7. 분사된 액상 NMMO

7



1. 펄프 분말 주입
2. 쌍축 가변 피치 스크루 공급기
3. 압축된 분말 이송
4. 용융점 이하로 과냉각된 액상 NMMO 분사 주입
5. 쌍축 융합 분말 제조기의 블럭 1