

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VÀ ĐÁNH GIÁ CHẤT LƯỢNG NITROXENLULO TỪ BỘT GỖ VIỆT NAM

Đến toà soạn 29 - 7 - 2015

Phan Đức Nhân, Đoàn Minh Khai

Bộ môn TPTN/Học viện Kỹ thuật Quân sự

Chu Văn Tuấn

Nhà máy Z/Tổng cục Công nghiệp Quốc phòng

SUMMARY

PRODUCTION AND QUALITY ASSESSMENT OF NITROCELLULOSE FROM VIETNAMESE REFINED WOOD PULP

This paper investigated the large-scale production and quality assessments of two types of nitrocellulose (NC), namely NC-1 and NC-2, from Vietnamese refined wood pulp. The results demonstrate that both the obtained NC-1 and NC-2 possessed high qualities that meet the technical requirements for NC used as a main material for the propellant production. In addition, procedures and operating parameters applied for NC production using Vietnamese wood pulp varied slightly; however, they still remained in the ranges recommended for NC production with imported wood pulp.

1. MỞ ĐẦU

Như đã biết, các loại thuốc phóng được sử dụng rất phổ biến trong lĩnh vực quân sự do khi cháy tỏa nhiệt mạnh và tạo nhiều khí sinh công đẩy đầu đạn bay đến mục tiêu. Các nitroxenlulo (NC) với hàm lượng nito trên 11,75% là thành phần chính của tất cả các loại thuốc phóng, chiếm đến 70% đối với thuốc phóng balistit và đến 98% đối với thuốc phóng piroxilin.

Hiện nay để chế tạo bốn loại NC (NC-1, NC-2, NC-3, NC-NB) có các chỉ tiêu kỹ thuật khác nhau cho sản xuất thuốc phóng

chúng ta đang phải áp dụng các chế độ công nghệ nitro hóa và ổn định khác nhau, cũng như sử dụng hai loại nguyên liệu xenlulo bông và gỗ đã tinh chế nhập ngoại, cụ thể: sử dụng bột gỗ Canada hoặc Mỹ để chế tạo NC-1 và NC-2 (các chỉ tiêu kỹ thuật được đưa trong bảng 7); sử dụng bông Trung Quốc hoặc Pakistan để chế tạo NC-3 và NC-NB [7].

Việc từng bước và tiến tới thay thế hoàn toàn nguyên liệu nhập ngoại bằng nguồn nguyên liệu sẵn có trong nước, đặc biệt trong lĩnh vực quốc phòng, là một yêu cầu

cấp thiết trong tình hình mới, trên cơ sở đó nhóm nghiên cứu của Bộ môn TPTN/Học viện KTQS đã tiến hành nghiên cứu và đánh giá khả năng sử dụng nguyên liệu bột gỗ Việt Nam nhằm thay thế bột gỗ nhập ngoại trong chế tạo NC [1-4]. Tuy nhiên, các nghiên cứu trên mới chỉ được tiến hành trong quy mô PTN, do đó để có thể áp dụng kết quả vào thực tiễn cần phải tiến hành nghiên cứu tinh chế bột gỗ Việt Nam và chế tạo NC ở quy mô sản xuất. Việc nghiên cứu tinh chế bột gỗ Việt Nam bằng phương pháp xút ở quy mô sản xuất đã được tiến hành tại nhà máy Z và đã thu được bột gỗ tinh chế của Việt Nam thỏa mãn đầy đủ các

yêu cầu kỹ thuật đưa vào chế tạo NC như bảng 1. Tiếp theo, để có thể đánh giá khả năng sử dụng bột gỗ tinh chế của Việt Nam cần phải tiến hành nghiên cứu chế tạo và đánh giá chất lượng NC-1 và NC-2 thu được ở quy mô sản xuất.

2. ĐỐI TƯỢNG NGHIÊN CỨU, HÓA CHẤT ĐÃ SỬ DỤNG

Đối tượng nghiên cứu là bột gỗ tinh chế của Việt Nam có các chỉ tiêu chất lượng như trong bảng 1 và quá trình chế tạo NC-1, NC-2 từ bột gỗ Việt Nam ở quy mô sản xuất trên dây chuyền công nghệ và thiết bị của nhà máy Z.

Bảng 1. Chất lượng bột gỗ Việt Nam, bột gỗ Canada và các yêu cầu kỹ thuật đối với bột gỗ [5]

TT	Tên chỉ tiêu	Đơn vị tính	Bột gỗ tinh chế của Việt Nam	Bột gỗ Canada	Yêu cầu kỹ thuật đối với bột gỗ
1	Hàm lượng α -xenlulo	%	96,08	97,31	≥ 92
2	Độ nhớt	cP	28,09	30,34	≥ 20
3	Hàm lượng tro	%	0,20	0,26	$\leq 0,5$
4	Độ hút nước	g/15 g bột gỗ	137	139	≥ 100

Trong quá trình nghiên cứu chúng tôi đã sử dụng các hóa chất sau:

- Hỗn hợp melanzơ do nhà máy Z cung cấp chứa 89,35% HNO_3 - 9,14% H_2SO_4 - 1,51% H_2O .
- Natri hidroxit (TQ): tinh thể màu trắng đồng nhất, độ tinh khiết $\geq 96\%$.
- Axit sunfuric công nghiệp (TQ): nồng độ $\geq 96\%$.

- Các hóa chất phụ trợ khác dùng để xác định chất lượng NC thu được.

3. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU, TRANG THIẾT BỊ ĐÃ SỬ DỤNG

Việc nghiên cứu chế tạo NC-1 và NC-2 ở quy mô sản xuất khá phức tạp và rất tốn kém, do đó chúng tôi đã sử dụng các phương pháp nghiên cứu sau:

- Sử dụng các kết quả nghiên cứu điều chế NC-1 và NC-2 từ bột gỗ Việt Nam trong

PTN để định hướng chế độ công nghệ chế tạo NC-1 và NC-2 ở quy mô sản xuất.

- Đánh giá khả năng phản ứng với hỗn hợp axit nitro hóa của bột gỗ Việt Nam và bột gỗ Canada, cũng như dựa trên chế độ công nghệ chế tạo NC-1 và NC-2 sử dụng bột gỗ Canada hiện đang áp dụng tại nhà máy Z để đưa ra vùng chế độ công nghệ chế tạo NC-1 và NC-2 phù hợp nhất.

- Nghiên cứu chế tạo NC-1 và NC-2 bằng cách nitro hóa bột gỗ tinh chế của Việt Nam trong hỗn hợp axit nitric-sulfuric trên thiết bị nitro hóa liên tục năng suất 500 kg NC/giờ, sau đó tiến hành ổn định sản phẩm bằng cách nấu NC thu được trong môi trường axit và kiềm loãng.

Đánh giá chất lượng bột gỗ tinh chế của Việt Nam, xác định chỉ tiêu kỹ thuật của NC-1 và NC-2 thu được bằng cách gửi mẫu đi phân tích tại Phòng KCS/Nhà máy Z/Tổng cục CNQP, cụ thể:

- Xác định chất lượng bột gỗ tinh chế của Việt Nam theo [5]:

- + Xác định hàm lượng α -xenlulo của bột gỗ theo phương pháp khối lượng bằng cách hòa tan mẫu trong dung dịch NaOH 17,5%, sau đó xác định khối lượng cặn không tan (α -xenlulo).

- + Xác định độ nhớt của bột gỗ trong dung dịch đồng-amoniác trên nhớt kế Brockfield (Đức).

- + Xác định độ hút nước của 10 g bột gỗ trên thiết bị đo chuyên dụng.

- + Chụp ảnh SEM mẫu bột gỗ để so sánh kích thước sợi bột gỗ Việt Nam và bột gỗ Canada.

- Xác định các chỉ tiêu kỹ thuật của NC theo [6,8]:

- + Xác định hàm lượng nitơ của NC bằng cách đo nhiệt lượng cháy trên thiết bị Parr 6200 (Mỹ).

- + Xác định độ an định hóa học của NC theo phương pháp Berman-Junk ở 132⁰C trong 2 giờ trên thiết bị Berman-Junk (Séc).

- + Xác định độ nhớt của dung dịch NC trong axeton trên nhớt kế Engler (Pháp).

- + Xác định độ nghiền của NC theo phương pháp thể tích trên thiết bị chuyên dụng.

- + Xác định độ tan trong cồn-ete, độ tan trong cồn của NC theo phương pháp khối lượng bằng cách hòa tan mẫu NC trong dung môi tương ứng, sau đó xác định khối lượng cặn còn lại.

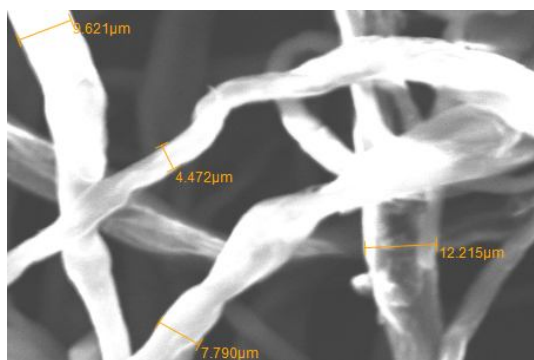
4. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN

4.1. Nghiên cứu đánh giá so sánh chất lượng bột gỗ Việt Nam và bột gỗ Canada

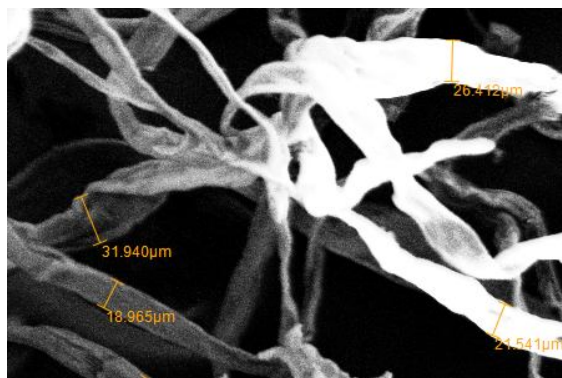
Để so sánh chất lượng bột gỗ tinh chế của Việt Nam và bột gỗ Canada, chúng tôi đã tiến hành đánh giá theo ba nhóm chỉ tiêu sau:

- Theo các yêu cầu kỹ thuật đối với bột gỗ dùng để chế tạo NC: các kết quả phân tích trong bảng 1 cho thấy, bột gỗ Việt Nam thỏa mãn tốt các yêu cầu đặt ra và có chất lượng gần như tương đương với bột gỗ Canada.

- Theo số liệu về kích thước sợi bột gỗ: kết quả chụp ảnh SEM mẫu bột gỗ tinh chế của Việt Nam và bột gỗ Canada (hình 1).



(a)

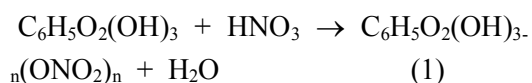


(b)

Hình 1. Hình dạng và kích thước sợi bột gỗ Việt Nam (a) và bột gỗ Canada (b).

Từ hình 1 thấy rằng, sợi bột gỗ Việt Nam nhỏ hơn khoảng 2,5 lần so với sợi bột gỗ Canada: kết quả thu được rất phù hợp với số liệu đã công bố trong các tài liệu do bột gỗ tinh chế của Việt Nam được chế tạo từ gỗ lá rộng, còn bột gỗ Canada được chế tạo từ gỗ lá kim. Kích thước sợi bột gỗ có ảnh hưởng đáng kể đến quá trình nitro hóa và ổn định NC và theo chỉ tiêu này thì chất lượng bột gỗ Việt Nam với tư cách là nguyên liệu dùng để chế tạo NC sẽ kém hơn bột gỗ Canada.

- Theo khả năng phản ứng với hỗn hợp axit nitro hóa: Nitro hóa một mắt xích xenlulo xảy ra theo phản ứng (1), khả năng phản ứng nitro hóa được thể hiện qua mức độ este hóa n.



Hàm lượng nitơ của NC liên hệ với mức độ este hóa n theo công thức (2):

$$n = \frac{3,6N}{31,11 - N} \quad (2)$$

Để đánh giá chỉ tiêu này, chúng tôi tiến hành nitro hóa bột gỗ Việt Nam và bột gỗ Canada trong phòng thí nghiệm ở cùng một chế độ công nghệ định hướng chế tạo NC-1 (hỗn hợp axit nitro hóa 22,27% HNO_3 - 66,55% H_2SO_4 - 11,18% H_2O ; nhiệt độ 25°C ; thời gian 45 phút; modun 70) và định hướng chế tạo NC-2 (hỗn hợp axit nitro hóa 19,25% HNO_3 - 63,43% H_2SO_4 - 17,32% H_2O ; nhiệt độ 30°C ; thời gian 45 phút; modun 70); các mẫu NC được tách axit thải, rửa sạch bằng nước, đem đi nấu ổn định axit và kiềm, sau đó sấy khô và xác định hàm lượng nitơ (mức độ este hóa); kết quả được trình bày trong bảng 2.

Bảng 2. Khả năng tham gia vào phản ứng nitro hóa của bột gỗ Việt Nam và bột gỗ Canada

TT	Tên nguyên liệu	Khí nitro hóa theo chế độ NC-1		Khí nitro hóa theo chế độ NC-2	
		Đặc trưng của NC thu được			
		Hàm lượng nitơ, %	Mức độ este hóa (n)	Hàm lượng nitơ, %	Mức độ este hóa (n)
1	Bột gỗ Việt Nam	12,95	2,57	11,86	2,22
2	Bột gỗ Canada	13,16	2,64	11,93	2,24

Từ số liệu trong bảng 2 ta thấy: bột gỗ Việt Nam có khả năng phản ứng nitro hóa kém hơn một chút so với bột gỗ Canada và sự khác biệt này càng lớn khi tăng mức độ este hóa (hàm lượng nitơ); điều này sẽ được tính đến khi lựa chọn các chế độ công nghệ chế tạo NC-1 và NC-2 từ bột gỗ Việt Nam ở quy mô sản xuất.

4.2. Kết quả nghiên cứu chế tạo NC-1 và NC-2 từ bột gỗ Việt Nam

Việc nghiên cứu chế tạo NC ở quy mô sản xuất khá phức tạp, tốn nhiều thời gian và tiền nên không thể khảo sát ảnh hưởng của tất cả các yếu tố. Quá trình chế tạo NC-1 và NC-2 gồm hai giai đoạn chính sau: 1) nitro hóa bột gỗ nhằm thu được NC thỏa mãn

yêu cầu về hàm lượng nitơ (chỉ tiêu 1, bảng 3); 2) ổn định NC (nấu ổn định trong môi trường axit và kiềm loãng, nghiền và rửa) nhằm thu được sản phẩm thỏa mãn các yêu cầu kỹ thuật khác (chỉ tiêu 2-8, bảng 3).

Các chỉ tiêu 1, 4 và 7 có vai trò rất quan trọng, quyết định đến chất lượng và phạm vi sử dụng NC thành phẩm. Thực tế sản xuất cho thấy, chỉ khi chỉ tiêu 1 đạt yêu cầu mới tiến hành giai đoạn hai (ổn định), còn nếu chỉ tiêu 4 và 7 đạt yêu cầu thì các chỉ tiêu còn lại cũng sẽ đạt yêu cầu hoặc có thể dễ dàng điều chỉnh được. Do đó, trong phần sau chúng tôi chỉ khảo sát có định hướng ảnh hưởng của một số yếu tố công nghệ đến các chỉ tiêu 1, 4 và 7 của NC.

Bảng 3. Các chỉ tiêu kỹ thuật đối với NC-1 và NC-2 [6]

TT	Tên chỉ tiêu kỹ thuật	Đơn vị tính	Yêu cầu đối với NC-1	Yêu cầu đối với NC-2
1	Hàm lượng nitơ	%	$\geq 13,09$	$11,89 \div 12,52$
2	Độ tan trong cồn	%	$\leq 4,0$	$\leq 7,0$
3	Độ tan trong cồn-ete	%	$\leq 15,0$	$\geq 95,0$
4	Độ nhớt	E ⁰	$6,0 \div 16,0$	$\geq 1,9$
5	Hàm lượng tro	%	$\leq 0,5$	$\leq 0,5$
6	Độ kiềm	%	$\leq 0,2$	$\leq 0,2$
7	Độ an định hóa học ở 132 ⁰ C	ml NO/g	$\leq 3,0$	$\leq 2,5$
8	Độ nghiền	ml	≤ 90	≤ 90

4.2.1. Kết quả nghiên cứu quá trình nitro hóa chế tạo NC-1 và NC-2 từ bột gỗ Việt Nam

Đề định hướng nghiên cứu quá trình nitro hóa chế tạo NC-1 và NC-2 từ bột gỗ Việt Nam ở quy mô sản xuất, chúng tôi đã dựa vào các chế độ công nghệ chế tạo NC-1 và NC-2 từ bột gỗ Canada hiện đang áp dụng tại nhà máy Z và kết quả đánh giá khả năng phản ứng nitro hóa của bột gỗ Việt Nam và

bột gỗ Canada; khi khảo sát ảnh hưởng của quá trình nitro hóa đến hàm lượng nitơ của NC thu được chúng tôi giữ nguyên các chế độ công nghệ, chỉ thay đổi thành phần hỗn hợp axit nitro hóa.

Như đã nêu trong phần 4.1, bột gỗ Việt Nam có kích thước sợi nhỏ hơn và có khả năng phản ứng nitro hóa kém hơn so với bột gỗ Canada, do đó chúng tôi định hướng lựa chọn các hỗn hợp axit có hoạt tính nitro

hóa cao hơn, nghĩa là sử dụng hỗn hợp axit nitro hóa giàu axit nitric và nghèo nước [8]. Chế độ công nghệ nitro hóa hiện đang áp dụng tại nhà máy Z [7] khi chế tạo NC-1: nhiệt độ 25⁰C, thời gian 45 phút, modun 60, hàm lượng H₂O 6,5 ÷ 14,0%, hàm lượng

HNO₃ 19,0 ÷ 26,0%; còn khi chế tạo NC-2: nhiệt độ 30⁰C, thời gian 45 phút, modun 60, hàm lượng H₂O 15,5 ÷ 17,5%, hàm lượng HNO₃ 18,0 ÷ 22,0%. Kết quả khảo sát được đưa ra trong bảng 4 và 5.

Bảng 4. Ảnh hưởng của thành phần hỗn hợp axit nitro hóa đến hàm lượng nitơ của NC-1

TT	Tên nguyên liệu	Hàm lượng nitơ (%) của NC khi sử dụng các hỗn hợp axit nitro hóa		
		22,27% HNO ₃ - 66,55% H ₂ SO ₄ - 11,18% H ₂ O	23,54% HNO ₃ - 66,87% H ₂ SO ₄ - 9,59% H ₂ O	25,69% HNO ₃ - 65,76% H ₂ SO ₄ - 8,55% H ₂ O
1	Bột gỗ Việt Nam	13,01	13,09	13,15
2	Bột gỗ Canada	13,25	---	---

Bảng 5. Ảnh hưởng của thành phần hỗn hợp axit nitro hóa đến hàm lượng nitơ của NC-2

TT	Tên nguyên liệu	Hàm lượng nitơ (%) của NC khi sử dụng các hỗn hợp axit nitro hóa		
		19,25% HNO ₃ - 63,43% H ₂ SO ₄ - 17,32% H ₂ O	19,85% HNO ₃ - 63,88% H ₂ SO ₄ - 16,27% H ₂ O	20,45% HNO ₃ - 63,70% H ₂ SO ₄ - 15,85% H ₂ O
1	Bột gỗ Việt Nam	11,91	12,47	12,51
2	Bột gỗ Canada	11,99	---	---

Từ các kết quả thu được trong bảng 2, 4 và 5 thấy rằng:

- Nitro hóa bột gỗ trên thiết bị quy mô sản xuất cho phép thu được NC có hàm lượng nitơ cao hơn so với khi tiến hành trong phòng thí nghiệm do chế độ khuấy trộn hỗn hợp phản ứng tốt hơn và phản ứng nitro hóa xảy ra dưới một áp lực thủy tĩnh nhất định. Cả hai yếu tố trên đều tăng tốc quá trình khuếch tán tác nhân phản ứng vào trong rãnh sợi xenlulo. Khi sử dụng các hỗn hợp axit có hoạt tính nitro hóa cao (hỗn hợp axit nitro hóa giàu axit nitric và nghèo nước) sẽ thu được NC có hàm lượng nitơ cao hơn.

- Khả năng phản ứng nitro hóa của bột gỗ Việt Nam kém hơn bột gỗ Canada vẫn được biểu hiện khi nitro hóa ở quy mô sản xuất và sự khác biệt trên càng lớn khi chế tạo NC hàm lượng nitơ cao.

- So với trường hợp sử dụng bột gỗ Canada: khi chế tạo NC-2 từ bột gỗ Việt Nam cho phép giữ nguyên các chế độ công nghệ nitro hóa hiện nay, còn khi chế tạo NC-1 cần phải sử dụng các hỗn hợp axit nitro hóa hoạt tính hơn.

Như vậy, khi sử dụng bột gỗ Việt Nam có thể dễ dàng chế tạo được NC-2 với hàm lượng nitơ nằm trong vùng yêu cầu (11,89

÷ 12,52%), còn để chế tạo NC-1 thỏa mãn tốt yêu cầu hàm lượng nitơ cần phải sử dụng các hỗn hợp axit nitro hóa nghèo nước (< 8,0% H₂O) và giàu nitric (> 25,0% HNO₃).

4.2.2. Kết quả nghiên cứu quá trình ổn định NC-1 và NC-2 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam

Sau khi nitro hóa xong, tách axit thải và rửa sạch bằng nước thì trong sợi NC vẫn tồn tại một lượng khá lớn các axit tự do và các tạp chất sunfoeste kém bền [8]. Axit tự do và các tạp chất này đều ảnh hưởng xấu đến độ an định hóa học của NC và phải được loại bỏ gần như hoàn toàn; các NC chưa được nấu ổn định sẽ tự phân hủy nhiệt khá nhanh ngay cả ở điều kiện nhiệt độ thường, bị biến đổi màu (bị nhuộm vàng) và có thể dẫn đến tự bùng cháy. Bản thân NC khá bền trong môi trường axit loãng, còn các tạp chất lại dễ bị phân hủy và hòa tan, do đó người ta tiến hành nấu ổn định NC trong môi trường axit loãng nhằm thu được sản phẩm thỏa mãn yêu cầu độ an định hóa học (chỉ tiêu 7).

Sau khi nấu ổn định axit xong, NC được đưa đi nấu ổn định trong môi trường kiềm loãng để trung hòa các axit tách ra từ NC khi nấu ổn định axit: axit tự do và các axit mới tạo thành do sự phân hủy NC; ngoài ra khi nấu ổn định kiềm còn xảy ra quá trình khử mạch dẫn đến làm giảm mạnh độ nhớt của NC. Quá trình khử mạch NC trong môi trường kiềm xảy ra mạnh hơn trong môi trường axit [8] và thường được dùng để điều chỉnh độ nhớt (chỉ tiêu 4) của NC đến

giá trị yêu cầu; sau khi nấu ổn định axit và kiềm thì độ an định hóa học của NC tăng, còn độ nhớt bị giảm.

Để định hướng nghiên cứu quá trình ổn định NC-1 và NC-2 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam ở quy mô sản xuất, chúng tôi đã dựa vào các chế độ công nghệ ổn định NC-1 và NC-2 chế tạo từ bột gỗ Canada hiện đang áp dụng tại nhà máy Z và kết quả xác định hàm lượng nitơ của NC sau nitro hóa.

Chế độ công nghệ ổn định hiện đang áp dụng tại nhà máy Z [7] đối với NC-1: ổn định axit (nhiệt độ 90 ÷ 100°C; nồng độ dung dịch axit 0,2 ÷ 0,7%; thời gian 35 ÷ 40 giờ) và ổn định kiềm (nhiệt độ 90 ÷ 100°C; nồng độ dung dịch kiềm 0,01 ÷ 0,05%; thời gian 15 ÷ 20 giờ) và đối với NC-2: ổn định axit (nhiệt độ 90 ÷ 100°C; nồng độ dung dịch axit 0,2 ÷ 0,7%; thời gian 15 ÷ 20 giờ) và ổn định kiềm (nhiệt độ 90 ÷ 100°C; nồng độ dung dịch kiềm 0,01 ÷ 0,05%; thời gian 10 ÷ 15 giờ). Thời gian nấu ổn định axit và ổn định kiềm phụ thuộc vào hàm lượng nitơ của NC thu được sau nitro hóa và các yêu cầu chất lượng đối với NC thành phẩm. Khi khảo sát, để đảm bảo yêu cầu về độ an định hóa học, chúng tôi giữ nguyên thời gian nấu ổn định axit và các chế độ công nghệ khác, chỉ thay đổi thời gian nấu ổn định kiềm. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian nấu ổn định kiềm đến độ nhớt và độ an định hóa học của NC-1 (13,15%N) và NC-2 (12,47%N) chế tạo từ bột gỗ Việt Nam được đưa ra trong bảng 6 và bảng 7.

Bảng 6. Ảnh hưởng của thời gian nấu ổn định axit và kiềm đến độ nhớt và độ an định của NC-1

Loại NC	Độ nhớt (E^0) và độ an định hóa học (ml NO/g) của NC-1 khi		
	nấu ổn định axit 40 giờ, nấu ổn định kiềm 10 giờ	nấu ổn định axit 40 giờ, nấu ổn định kiềm 15 giờ	nấu ổn định axit 40 giờ, nấu ổn định kiềm 18 giờ
NC-1 (13,15%N) chế tạo từ bột gỗ Việt Nam	12,27 E^0 ; 2,35 ml NO/g	9,86 E^0 ; 2,14 ml NO/g	8,14 E^0; 2,00 ml NO/g

Từ các kết quả thu được trong bảng 6 thấy rằng:

- Cả ba mẫu NC-1 thu được sau nấu ổn định đều đáp ứng yêu cầu đặt ra, nhưng trên thực tế thường sử dụng NC-1 có độ nhớt

trong khoảng $6 \div 10 E^0$ nên chế độ ổn định thứ ba là phù hợp nhất.

- Chế độ công nghệ ổn định NC-1 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam có sự khác biệt, nhưng vẫn nằm trong vùng các chế độ công nghệ ổn định NC-1 chế tạo từ bột gỗ Canada.

Bảng 7. Ảnh hưởng của thời gian nấu ổn định axit và kiềm đến độ nhớt và độ an định của NC-2

Loại NC	Độ nhớt (E^0) và độ an định hóa học (ml NO/g) của NC-2 khi		
	nấu ổn định axit 18 giờ, nấu ổn định kiềm 8 giờ	nấu ổn định axit 18 giờ, nấu ổn định kiềm 12 giờ	nấu ổn định axit 18 giờ, nấu ổn định kiềm 15 giờ
NC-2 (12,47%N) chế tạo từ bột gỗ Việt Nam	8,09 E^0 ; 2,29 ml NO/g	6,14 E^0 ; 2,12 ml NO/g	4,80 E^0; 1,90 ml NO/g

Từ các kết quả thu được trong bảng 7 thấy rằng:

- Tương tự như NC-1, khi giữ nguyên các chế độ công nghệ khác, chỉ thay đổi thời gian nấu ổn định kiềm cũng thu được NC-2 thỏa mãn yêu cầu đặt ra. Tuy nhiên, trên thực tế thường sử dụng NC-2 có độ an định hóa học $\leq 2,0$ ml NO/g nên chế độ ổn định thứ ba là phù hợp nhất.

- Chế độ công nghệ ổn định NC-2 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam có sự khác biệt, nhưng vẫn nằm trong vùng các chế độ công nghệ ổn định NC-2 chế tạo từ bột gỗ Canada.

Quá trình nấu ổn định kiềm ảnh hưởng mạnh đến độ nhớt và ít ảnh hưởng đến độ an định hóa học của NC, kết luận này rất phù hợp với số liệu đưa ra trong tài liệu [8]. Hai loại NC-1 và NC-2 sau khi nấu ổn định axit và ổn định kiềm theo chế độ thứ ba được đưa đi nghiên cứu trong môi trường nước, rửa trong môi trường kiềm loãng nóng, sau đó rửa sạch NC bằng nước, khử tro (cát, mạt sắt) theo [7] và xác định tất cả các chỉ tiêu kỹ thuật theo [6,8] tại Phòng KCS/Nhà máy Z. Kết quả cụ thể đưa ra trong bảng 8.

Bảng 8. Chất lượng NC-1 và NC-2 thành phẩm chế tạo từ bột gỗ Việt Nam

TT	Tên chỉ tiêu kỹ thuật	Đơn vị tính	Chất lượng NC-1 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam	Chất lượng NC-2 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam
1	Hàm lượng nitơ	%	13,15	12,47
2	Độ tan trong cồn	%	2,18	3,10
3	Độ tan trong cồn-ete	%	6,70	98,70
4	Độ nhớt	E ⁰	8,14	4,80
5	Hàm lượng tro	%	0,26	0,14
6	Độ kiềm	%	0,03	0,03
7	Độ an định hóa học ở 132 ⁰ C	ml NO/g	2,00	1,90
8	Độ nghiền	ml	120	105

Từ các số liệu trong bảng 3 và 8 thấy rằng, hai loại NC-1 và NC-2 thành phẩm chế tạo từ bột gỗ Việt Nam đều có chất lượng tốt, thỏa mãn các yêu cầu kỹ thuật đối với NC dùng để sản xuất thuốc phóng (trừ yêu cầu độ nghiền). Độ nghiền là một chỉ tiêu phụ, được xác định theo phương pháp thể tích bằng cách khuấy mạnh 10 g NC trong 250 ml nước cất trong ống đong, sau đó để tự lắng 30 phút và đo thể tích NC chiếm chỗ. Phương pháp này đơn giản, nhưng tồn tại nhiều nhược điểm và không hoàn toàn phản ánh đúng độ nghiền thực [8]. Hiện nay các nước như Nga, Triều Tiên đã bỏ phương pháp này và chuyển sang xác định độ nghiền bằng cách sàng NC trong môi trường nước.

5. KẾT LUẬN

Từ các kết quả nghiên cứu và đánh giá chất lượng NC-1, NC-2 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam ở quy mô sản xuất, có thể rút ra một số kết luận sau:

- Đã tiến hành đánh giá tổng thể chất lượng bột gỗ Việt Nam: bột gỗ Việt Nam được chế tạo từ gỗ lá rộng nên có kích thước sợi nhỏ hơn, có khả năng phản ứng nitro hóa

kém hơn, nhưng có các chỉ tiêu kỹ thuật khác gần tương đương với bột gỗ Canada.

- Đã khảo sát ảnh hưởng của thành phần hỗn hợp axit nitro hóa đến hàm lượng nitơ của NC: khi nitro hóa chế tạo NC-1, NC-2 từ bột gỗ Việt Nam bằng cách giữ nguyên các chế độ công nghệ hiện nay, chỉ sử dụng các hỗn hợp axit nitro hóa hoạt tính hơn, đặc biệt khi chế tạo NC-1 so với trường hợp sử dụng bột gỗ Canada.

- Đã khảo sát ảnh hưởng của thời gian nấu ổn định kiềm đến độ nhớt và độ an định hóa học của NC: khi ổn định NC-1 và NC-2 chế tạo từ bột gỗ Việt Nam cũng giữ nguyên các chế độ công nghệ hiện nay, chỉ thay đổi thời gian nấu ổn định kiềm.

- Đã xác định chế độ công nghệ phù hợp và chế tạo được NC-1 và NC-2 thành phẩm từ bột gỗ Việt Nam ở quy mô sản xuất. Cả hai sản phẩm đều có chất lượng tốt, đáp ứng các yêu cầu kỹ thuật đối với NC dùng để sản xuất thuốc phóng.

- Các chế độ công nghệ nitro hóa và ổn định NC chế tạo từ bột gỗ Việt Nam có sự khác biệt, nhưng vẫn nằm trong vùng các

chế độ công nghệ chế tạo NC từ bột gỗ Canada.

Việc nghiên cứu chế tạo thành công NC-1 và NC-2 thành phẩm ở quy mô sản xuất dựa trên các chế độ công nghệ hiện đang áp dụng tại nhà máy Z đã mở ra khả năng sử dụng bột gỗ Việt Nam thay thế bột gỗ nhập ngoại, đảm bảo chủ động được nguyên liệu sản xuất thuốc phóng trong mọi tình huống.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Phan Đức Nhân, Đoàn Minh Khai, Nguyễn Minh Tuấn (2012). *Nghiên cứu tinh chế bột gỗ dùng để sản xuất giấy làm nguyên liệu sản xuất thuốc phóng* / Tạp chí Khoa học và Kỹ thuật, số 148, trang 190-196.
2. Phan Đức Nhân, Đoàn Minh Khai, Nguyễn Minh Tuấn, Nguyễn Văn Tuấn (2012). *Nghiên cứu điều chế nitroxenlulo từ bột gỗ tinh chế của Việt Nam* / Tạp chí Khoa học và Kỹ thuật, số 149, trang 63-69.
3. Phan Đức Nhân, Đoàn Minh Khai, Nguyễn Minh Tuấn (2013). *Nghiên cứu quá trình ổn định axit NC số 2 điều chế từ bột gỗ tinh chế của Việt Nam* / Tạp chí Phân tích Hóa, Lý và Sinh học, S.3, T.18, trang 54-61.
4. Phan Đức Nhân, Đoàn Minh Khai, Nguyễn Minh Tuấn (2013). *Nghiên cứu quá trình ổn định kiềm NC số 2 chế tạo từ bột gỗ tinh chế của Việt Nam* / Tạp chí Khoa học và Kỹ thuật, số 155, trang 195-201.
5. *Yêu cầu kỹ thuật bột gỗ và phương pháp thử* / Nhà máy Z / Tổng cục CNQP (2004).
6. *Yêu cầu kỹ thuật nitroxenlulo và phương pháp thử* / Nhà máy Z / Tổng cục CNQP (2004).
7. *Quy trình công nghệ chế tạo nitroxenlulo* / Nhà máy Z / Tổng cục CNQP (2004).
8. Гиндич В.И., Забелин Л.В., Марченко Г.Н (1984). *Производство нитратов целлюлоз. Технология и оборудование* / ЦНИИНТИ.