



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0002546

(51) D01F 2/06; C12P 1/04
2020.01

(13) **Y**

(21) 2-2020-00474

(22) 07/04/2017

(67) 1-2017-01276

(45) 25/01/2021 394

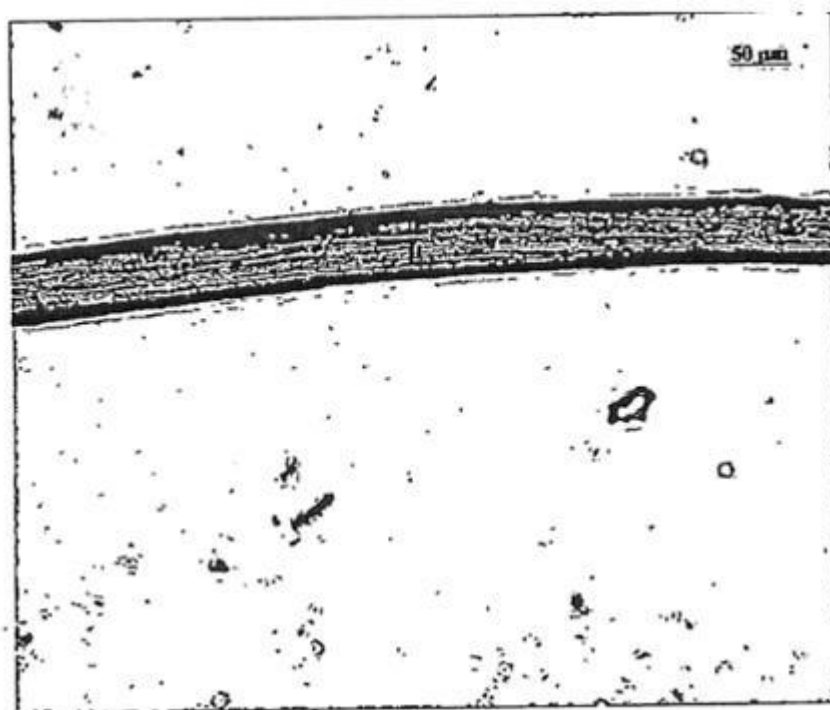
(43) 25/10/2018 367A

(73) **TRUNG TÂM CÔNG NGHỆ SINH HỌC THÀNH PHỐ HỒ CHÍ MINH (VN)**
2374 Quốc Lộ 1, phường Trung Mỹ Tây, quận 12, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Phan Mỹ Hạnh (VN); Lê Thị Thùy Nhi (VN); Trần Chí Hiếu (VN); Bùi Văn Tân (VN); Đạo Nữ Diệu Hồng (VN).

(54) **QUY TRÌNH SẢN XUẤT XƠ SỢI NHÂN TẠO VISCO TỪ XENLULOZA VI SINH**

(57) Giải pháp hữu ích đề xuất quy trình sản xuất xơ sợi từ xenluloza vi sinh do chi *Komagataeibacter* spp. tổng hợp bằng công nghệ visco, sử dụng trong công nghiệp dệt may.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực công nghệ sinh học, cụ thể là đề cập đến quy trình sản xuất xơ sợi nhân tạo visco từ xenluloza vi sinh do chi *Komagataeibacter* spp. tổng hợp, sử dụng trong công nghiệp dệt may.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Xenluloza vi khuẩn được S. Hestrin và M. Schramm nhắc đến lần đầu tiên năm 1954 khi phát hiện chủng *Acetobacter xylinum* (nay được gọi là *Komagataeibacter xylinus*) có khả năng sinh tổng hợp lớp màng xenluloza trong môi trường có glucoza và oxy (S. Hestrin và M. Schramm, 1954). Chi *Komagataeibacter* spp. gồm các loài: *Komagataeibacter xylinus*, *Komagataeibacter hansenii*, *Komagataeibacter europaeus*, *Komagataeibacter oboediens*, *Komagataeibacter intermedius*, *Komagataeibacter swingsii*, *Komagataeibacter rhaeticus*, *Komagataeibacter saccharivorans*, *Komagataeibacter nataicola*, *Komagataeibacter kombuchae* và *Komagataeibacter sucrofermentans*, tất cả các loài trong chi này đều có khả năng tạo màng xenluloza thô khi nuôi cấy tĩnh.

Theo Bielecki (2005), xenluloza vi sinh có những tính chất vô cùng độc đáo như nó có độ tinh khiết rất cao, độ tinh thể hóa cao, mật độ đạt 300-900 kg/m³, độ bền kéo đứt lớn, khả năng hấp thụ, khả năng giữ nước cao, đồng thời có độ co giãn, đàn hồi và độ dẻo tốt. Ngoài ra, xenluloza vi sinh hoàn toàn không độc hại, là một polyme phân hủy sinh học, trở đối với các quá trình trao đổi chất của con người.

Chính vì thế, hiện nay trên thế giới, một loạt ứng dụng của xenluloza vi sinh đã và đang được nghiên cứu, một số sản phẩm đã được bán thương mại trên thị trường như Nata de Coco (Thạch dừa), sản phẩm của công ty Xylos Corp. (Mỹ) - Prima Cel-TM, sản phẩm BiofillTM và BioprocessTM của công ty Fzmb GmbH Đức (P.R. Chawla và cs, 2009), BASYC® (Bacterial Synthesised Cellulose) của Friedrich Schiller University Jena (Đức), Cellulon® của Weyerhaeuser Co. (Tacoma, Washington, Mỹ) và Cetus Co. (Emeryville, California, Mỹ) v.v..

Tuy có nhiều ứng dụng trong nhiều ngành khác nhau nhưng xenluloza vi sinh vẫn chưa được nghiên cứu nhiều trong lĩnh vực dệt may, đặc biệt trong khâu tạo xơ sợi. Các hướng nghiên cứu chủ yếu tập trung sử dụng N-metylmorpholin N-oxit

(NMNO: N-Methylmorpholine N-oxide) để hòa tan xenluloza vi sinh tạo sợi Lyocell, ví dụ như nghiên cứu sử dụng NMNO để hòa tan xenluloza vi sinh tạo sợi (WO 2010031154); sử dụng NMNO hòa tan xenluloza vi sinh cùng chitosan, sau đó phun hỗn hợp thu được bằng phương pháp phun ướt (Lu, X., Tang và cộng sự, 2013) v.v.. Cho đến nay vẫn chưa có sản phẩm thương mại nào từ các nghiên cứu này.

Ngoài Lyocell, một trong những loại xơ sợi nhân tạo phổ biến nhất hiện nay là Rayon. Rayon được tạo ra từ vật liệu có nguồn gốc xenluloza thực vật (như bột gỗ, vải vụn v.v.), qua quá trình xử lý hóa học thành dung dịch đồng nhất có thể phun qua lỗ nhỏ để tạo tơ, tơ này tiếp tục được xử lý hóa học để tạo thành xơ sợi nhân tạo. Xơ sợi Rayon cho cảm nhận và kết cấu của lụa tơ tằm, len, cotton và vải lanh. Loại vải Rayon này rất dễ nhuộm màu, mềm, trơn, lạnh, thoải mái và có khả năng thấm nước cao nhưng không cách nhiệt do vậy rất phù hợp để làm vật liệu may mặc tại các vùng có khí hậu nóng ẩm. Cho đến nay, các sản phẩm từ xơ sợi Rayon đã có mặt khắp nơi trên thế giới.

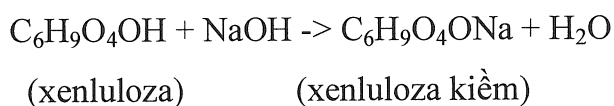
Trong các công nghệ tạo xơ sợi Rayon thì visco Rayon là lâu đời nhất và công nghệ tạo xơ sợi nhân tạo visco là công nghệ nền thúc đẩy ngành công nghiệp dệt may phát triển một loạt các sản phẩm xơ sợi dệt nhân tạo từ xenluloza thực vật. Quy trình sản xuất màng xenluloza từ visco được ba nhà bác học là Charles Frederick Cross, Edward John Bevan và Clayton Beadle khám phá ra từ những năm 1898, tuy nhiên, mãi đến năm 1913 các sản phẩm thương mại từ xơ sợi xenluloza mới được sản xuất tại nhà máy the 'La Cellophane SA factory, Bezons, Pháp khi tiến sĩ Jacques Brandenberger phát triển phim xenluloza mỏng trong suốt (Vijay Kumar Thakur, 2015).

Nguyên liệu dùng chế tạo xơ sợi Rayon theo quy trình visco là xenluloza thực vật, chủ yếu dùng bột gỗ và gần đây có thêm bột tre. Loại gỗ dùng trong chế tạo xơ sợi nhân tạo từ xenluloza tái sinh là những cây gỗ có tuổi đời từ 5 - 75 năm, ví dụ: vân sam, thông (gỗ mềm); bạch dương, cây phong (gỗ cứng). Dạng gỗ mềm được sử dụng nhiều hơn, thành phần xenluloza: hemixenluloza: lignin theo tỷ lệ tương ứng là 41-42%: 28%: 27%; gỗ cần được xử lý trước khi được sử dụng làm nguyên liệu tạo xơ sợi Rayon theo công nghệ visco.

Công nghệ sản xuất xơ sợi nhân tạo visco có thể tóm gọn theo các bước như sau (V.B. Gupta và V.K. Kothari, 1997):

Bước xử lý gỗ loại lignin và hemixenluloza, gỗ được xử lý theo hai phương pháp: sulphit hóa và sulfat hóa. Phương pháp sulphit hóa có giá thành rẻ hơn và tỷ lệ thu hồi cao nên thường được sử dụng. Phương pháp sulphit hóa dùng chủ yếu HSO_3^- và SO_2 bao gồm phản ứng sulfonat hoá để làm mềm lignin, thủy phân để phá vỡ các liên kết giữa lignin và carbohydrat và các liên kết trong phân tử lignin giúp tạo các cấu tử nhỏ, dễ hòa tan trong nước hơn. Theo đó, gỗ sau khi đưa về nhà máy được bóc vỏ, bào nhỏ, nấu, rửa, làm trắng, hoàn thiện. Ở bước nấu (digestion), hơi nước được đưa vào bồn để đẩy khí khỏi các khoang trong gỗ, hóa chất nấu là Na_2SO_3 , NaHSO_3 và SO_2 . Quá trình nấu giúp loại lignin và hemixenluloza, giúp các sợi xenluloza có thể tách nhau ra. Quá trình phân rã hemixenluloza diễn ra ở mức phân tử xenluloza chưa bị phá hủy. Quá trình nấu với muối natri diễn ra theo 2 bước với nhiệt độ và độ pH khác nhau. Khi độ nhớt của bột giấy đạt thì dừng quá trình. Độ nhớt được ước tính dựa trên màu của dung dịch đã nấu. Bước rửa để loại hóa chất dư, hòa tan lignin và hemixenluloza (tuy nhiên chưa thể loại hết). Tiếp theo, bột giấy qua khâu tẩy trắng, thường dùng H_2O_2 hoặc các hợp chất chứa clo và hoàn thiện, ép thành các tấm xenluloza đã khử lignin và hemixenluloza (V. B. Gupta và V. K. Kothari, 1997). Các tấm xenluloza đã khử lignin và hemixenluloza này được sử dụng để làm nguyên liệu chế tạo xơ sợi Rayon theo công nghệ visco.

Bước kiềm hóa: các tấm xenluloza thực vật được xử lý với dung dịch NaOH nồng độ từ 17 - 19% để chuyển từ xenluloza I thành xenluloza kiềm, từ đó giúp tăng khả năng phản ứng với CS_2 ở bước sau, đồng thời loại bỏ những nguyên liệu có mạch ngắn còn lại trong bột gỗ (hemi-, xenluloza mạch ngắn). Cách này giúp CS_2 dễ thâm nhập vào cấu trúc xenluloza và phản ứng với nhóm OH^- dễ hơn. Phản ứng xảy ra như sau:

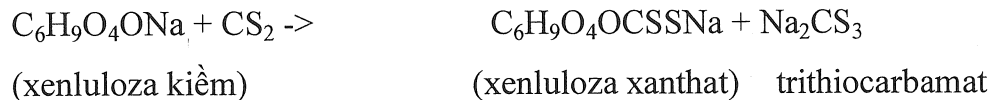


Bước ép: các tấm xenluloza kiềm qua máy ép loại nước, lúc này hemixenluloza cùng với NaOH dư sẽ đi ra ngoài.

Bước xé nhỏ: các tấm xenluloza kiềm đã loại bớt NaOH dư đi qua 2 trục nghiền để xé nhỏ, mục đích làm tăng bề mặt phản ứng của xenluloza kiềm.

Bước ủ: xenluloza kiềm được để trong các bồn thoáng khí từ 1-3 ngày. Các mạch xenluloza kiềm bị cắt ngắn do phản ứng với oxy không khí, làm giảm mức độ polyme hóa, từ đó tạo thành các đoạn ngắn để đạt độ nhớt phù hợp.

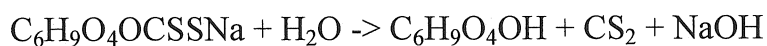
Bước xantat hóa: đây thực chất là quá trình sunfua hóa nhờ thêm CS₂ (lượng CS₂ chiếm khoảng 30-35% trọng lượng xenluloza kiềm) để tạo thành xenluloza xantat (xenluloza natri xanthogenat). Trithiocarbamat (Na₂CS₃) tạo màu vàng đặc trưng cho bột xenluloza xantat theo phản ứng.



Bước hòa tan xantat trong dung dịch NaOH để tạo dung dịch, lúc này các mạch xenluloza bị tách nhau ra bởi nhóm xantat, làm giảm các liên kết hydro giữa các mạch giúp cho xantat hòa tan được trong dung dịch NaOH theo phương trình:

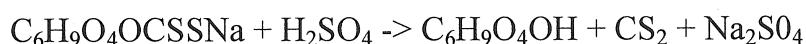


Bước ủ chín: giúp các nhóm xantat phân bố lại. Quá trình thủy phân các nhóm xantat sẽ giải phóng CS₂, CS₂ này hoặc tác dụng với các nhóm -OH khác trong phân tử (ví dụ chuyển từ vị trí C₂ và C₃ sang vị trí bên nhiệt C₆) hoặc bị tách ra như là 1 sản phẩm phụ.



Bước loại khí và lọc: mục đích của bước này để loại bột khí và các mảnh nhỏ không tinh khiết trong dung dịch visco để tránh gây tắc lỗ đầu phun.

Bước phun: dung dịch visco được phun vào bể phun chứa H₂SO₄. Xantat phản ứng với H₂SO₄ trong bể phun để tái tạo lại thành xenluloza và khí CS₂ bay ra. Dung dịch phun thường chứa H₂SO₄, Na₂SO₄, ZnSO₄ và các chất khác. Mức độ tái sinh phụ thuộc vào thành phần của các chất trong bể phun, dẫn tới ảnh hưởng đến chất lượng xơ.



Tơ xenluloza tái sinh thu được sau đó được cuộn, tẩy giặt và tinh chế, xe chập để ra các loại xơ sợi Rayon khác nhau.

Việc sử dụng các cây lâu năm có tuổi đời từ 5 – 75 năm gây lãng phí nguồn tài nguyên rừng, công nghiệp chế tạo bột giấy cũng là một trong những nguyên nhân dẫn đến tình trạng chặt phá rừng, ngoài ra trong quá trình khử lignin và tẩy trắng gỗ sử dụng một lượng lớn hóa chất, các chất này ít được thu hồi, thải ra nguồn nước và

không khí, cũng là tác nhân gây ô nhiễm môi trường. Do vậy, cần có một loại nguyên vật liệu thay thế, có đặc tính vật lý phù hợp để làm nguyên liệu cho ngành công nghiệp chế tạo xơ sợi Rayon, thân thiện với môi trường, có khả năng tái sinh và có thể sản xuất ở quy mô công nghiệp.

Về đặc điểm, cấu trúc xenluloza vi sinh rất giống với cấu trúc xenluloza thực vật, tuy nhiên chúng khác biệt ở số lượng đơn phân D-glucoza trong một chuỗi dẫn đến khác biệt về mức độ polyme hóa. Ví dụ, xenluloza trong sợi bông có mức độ polyme hóa trên thành tế bào bậc một khoảng 2000 - 6000, bậc hai 13000 - 14000 đơn phân; xenluloza trong gỗ từ 8000 - 10000 đơn phân trong khi xenluloza từ vi khuẩn *K. xylinus* 2000 - 6000 đơn phân (Bielecki S. 2005). Khả năng ngậm nước của xenluloza vi sinh cao từ 96-98,2%. Xenluloza vi sinh có chứa đến gần 60% là I α trong khi ở thực vật chỉ tầm 30% (Sugiyama J., 1999). Trong thành phần màng thô sau nuôi cấy nước chiếm 96-97%, còn lại là xenluloza tinh khiết, không chứa lignin hay hemixenluloza. Như vậy, xenluloza vi sinh có tiềm năng thay thế xenluloza thực vật làm nguyên liệu chế tạo xơ sợi Rayon theo nhiều phương pháp khác nhau, trong đó có công nghệ visco. Sử dụng xenluloza vi sinh sẽ tránh được khâu xử lý ban đầu gây ô nhiễm, thay vì chặt cây, có thể nuôi cấy thu sinh khối xenluloza trong nhà máy, ngoài ra có thể đơn giản hóa quy trình tạo dung dịch visco.

Hiện chưa có nghiên cứu chuyên sâu nào sử dụng xenluloza vi sinh tạo xơ sợi theo công nghệ visco mặc dù công nghệ này có tuổi đời từ rất lâu và đang được áp dụng rộng rãi trong lĩnh vực dệt may. Xenluloza vi sinh khác với xenluloza thực vật ở cấu trúc mạng lưới, cách thức phân bố, không chứa lignin và hemixenluloza, mức độ polyme hóa và những đặc điểm lý hóa khác, do vậy có nhu cầu về quy trình riêng tương ứng cho xenluloza vi sinh để có thể áp dụng ở quy mô công nghiệp.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Để giải quyết nhu cầu nêu trên, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình sản xuất xơ sợi nhân tạo visco từ xenluloza vi sinh do chi *Komagataeibacter* spp. tổng hợp, sử dụng trong công nghiệp dệt may, trong đó quy trình này bao gồm các bước như sau:

bước 1: chuẩn bị nguyên liệu xenluloza vi sinh:

nuôi cấy tĩnh các chủng thuộc chi *Komagataeibacter* spp. trong môi trường nước dừa già bao gồm các thành phần với hàm lượng (g/l): sucroza - 20, (NH₄)₂SO₄ - 8, (NH₄)₂HPO₄ - 2, nước dừa - 1 lít hoặc trong môi trường tổng hợp nhân tạo (g/l):

cao nấm men từ 1-3 g, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ từ 1-5 g, K_2HPO_4 từ 1-3 g, Na_2HPO_4 từ 1-5 g, nước đến 1 lít, với lượng đường sucroza bổ sung vào từ 20-30 g/l, tiệt trùng môi trường ở 115°C trong 20 phút, qua hệ thống làm lạnh để hạ nhiệt độ xuống $30-35^\circ\text{C}$, sau đó bổ sung giống với tỷ lệ 1:10; môi trường chứa giống được đổ ra các khay theo thể tích 01 lít/khay, sau đó nuôi cấy ở $28 - 30^\circ\text{C}$ trong vòng 7-9 ngày; màng thô sau nuôi cấy được rửa nước 2-3 lần để làm sạch bên ngoài, sau đó ép loại bớt nước và các thành phần môi trường còn dư, độ ẩm sau ép là 85 - 88%; màng sau ép được hấp khử trùng để tiêu diệt toàn bộ vi sinh vật cũng như phá vỡ cấu trúc tế bào, tạo thuận lợi cho những công đoạn sau; màng sau ép được đóng gói kín để bảo quản bằng màng nylon;

bước 2: xử lý sơ bộ:

màng sau ép thu được ở bước 1 được xay nhuyễn với nước theo tỷ lệ màng:nước là 1:2 (tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút) trong vòng 3-5 phút để tạo dạng hồ xenluloza, sau đó được ép loại nước chuẩn bị cho khâu kiềm hóa, độ ẩm sau ép đạt 65 – 80%;

bước 3: kiềm hóa:

màng đã xay nhuyễn và ép nước ở bước 2 có độ ẩm 65 – 80% được cho vào dung dịch NaOH 20% theo tỷ lệ xenluloza tinh khiết: NaOH 20% là 1:2 để tạo xenluloza kiềm, như vậy tức là cứ khoảng 500 g xenluloza sau ép có độ ẩm 80% (10 g xenluloza tinh khiết) cần cho vào 1 lít NaOH 20%, khuấy 1000 – 1500 vòng/phút trong 30 – 50 phút ở nhiệt độ phòng ($20-25^\circ\text{C}$);

bước 4: loại NaOH dư:

xenluloza kiềm thu được ở bước 3 được ép để loại NaOH dư sao cho tỷ lệ khối lượng xenluloza kiềm trước ép/xenluloza kiềm sau ép là 4:1;

bước 5: đánh toi:

đánh toi, trộn đều xenluloza kiềm thu được ở bước 4 bằng cánh khuấy với tốc độ 90 – 120 vòng/phút ở 28°C trong vòng 3-5 phút hoặc 1-3 giây ở tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút, thu được xenluloza kiềm toi như bông màu trắng;

bước 6: phơi:

phoi xenluloza kiềm thu được ở bước 5 ở nhiệt độ 20-25°C trong thời gian từ 30 phút đến 1 tiếng để đạt độ ẩm 70 – 80%;

bước 7: xantat hóa:

bổ sung CS₂ vào xenluloza kiềm thu được ở bước 6 với tỷ lệ tính theo khối lượng CS₂/xenluloza kiềm là 35%, hỗn hợp được để trong thiết bị đảo trộn kín có cánh khuấy tốc độ 90-120 vòng/phút, thời gian đảo trộn 30 phút – 1,5 tiếng ở nhiệt độ 20-30°C, quá trình này tạo ra xenluloza xantat có màu vàng cam đặc trưng;

bước 8: tạo dung dịch visco:

xenluloza xantat được hòa trong dung dịch NaOH 7% để tạo dung dịch visco có màu vàng cam đặc trưng theo tỷ lệ xenluloza xantat:NaOH 7% là 1:7, như vậy, cứ 50g xenluloza xantat được hòa tan trong 350g dung dịch NaOH 7%, dung dịch visco thu được được khuấy trộn trong thời gian từ 2 đến 6 tiếng, tốc độ cánh khuấy 90-120 vòng/phút ở nhiệt độ 20 - 25°C;

bước 9: làm chín:

dung dịch visco được để yên, ủ trong thùng kín trong thời gian từ 1 đến 3 ngày ở nhiệt độ 20 – 25°C;

bước 10: lọc và loại khí:

dung dịch visco được ép qua màng lọc thô kích thước từ 150 – 200 micron, sau đó qua màng lọc tinh lần 1 (có kích thước lỗ 130 micron) và màng lọc tinh lần 2 (có kích thước lỗ 100 micron), tiếp đó, dung dịch được loại khí bằng cách hút chân không trong 2-3 tiếng đến khi không còn bọt khí li ti trong dung dịch và trên bề mặt, thu được dung dịch đồng nhất, độ nhớt 20 – 30 poise, có màu vàng cam đặc trưng của dung dịch visco;

bước 11: phun tạo sợi:

dung dịch visco được phun với áp lực 20 bar ($20 \cdot 10^5$ Pa) ở 45-50°C qua đầu phun 1-1000 lỗ vào bể phun có chứa dung dịch gồm các thành phần theo công thức sau (g/l): 50 g H₂SO₄ 98%, 120 g Na₂SO₄, 40 g ZnSO₄, 0,5 g PEG (polyethylene glycol), nước cất đến 1 lít;

bước 12: xử lý xơ sợi visco tạo thành:

xơ sợi nhân tạo visco sau phun được rửa bằng nước ấm ở 40 – 50°C, sau đó rửa với dung dịch natrisunfit 1 – 2,5% ở nhiệt độ 50 – 60°C, rửa lại bằng nước ở 40 – 50°C, sau đó rửa tiếp bằng dung dịch axit axetic 1%, tiếp theo rửa kỹ lại bằng nước ở 40 – 50°C, xơ sợi visco sau xử lý không còn màu, mùi của lưu huỳnh và các tạp chất khác, có màu trắng và không mùi như xenluloza ban đầu.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1 A: Thể hiện hình dạng màng xenluloza thô sau nuôi cấy.

Hình 1 B: Thể hiện hình dạng màng xenluloza sau ép loại nước.

Hình 2 A: Thể hiện màng sau nghiền tạo dạng hồ xenluloza.

Hình 2 B: Thể hiện xenluloza nguyên liệu đã ép nước chuẩn bị cho khâu kiềm hóa.

Hình 3: Thể hiện xenluloza kiềm.

Hình 4: Thể hiện xenluloza xantat.

Hình 5: Thể hiện dung dịch visco.

Hình 6A: Thể hiện dung dịch visco sau lọc.

Hình 6B: Thể hiện màng xenluloza tái sinh.

Hình 7A: Thể hiện xơ xenluloza vi sinh.

Hình 7B: Thể hiện sợi xenluloza vi sinh.

Hình 7C: Thể hiện hình chụp kính hiển vi xơ xenluloza tái sinh kích thước 60 micron.

Hình 7D: Thể hiện hình chụp kính hiển vi điện tử quét sợi xenluloza tái sinh.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình sản xuất xơ sợi nhân tạo visco từ xenluloza vi sinh do chi *Komagataeibacter* spp. tổng hợp, sử dụng trong công nghiệp dệt may, trong đó quy trình này bao gồm các bước như sau:

Bước 1: Chuẩn bị nguyên liệu xenluloza vi sinh.

Khác với quy trình chế tạo sợi nhân tạo visco sử dụng các loại xenluloza thực vật làm nguyên liệu (bột gỗ, bột tre), trong quy trình này sử dụng xenluloza vi sinh. Như vậy không cần dùng các loại xenluloza thực vật (bột gỗ) từ các loại cây lâu năm có tuổi đời từ 5 - 75 năm như vân sam, thông, bạch dương, cây phong v.v., mà

cần nuôi cấy các chủng thuộc chi *Komagataeibacter* spp. để thu nhận xenluloza vi sinh.

Xenluloza vi sinh được tạo thành nhờ quá trình nuôi cấy tĩnh các chủng thuộc chi *Komagataeibacter* spp. trong môi trường nước dừa già truyền thống bao gồm các thành phần (g/l): sucroza - 20, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ - 8, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ - 2, nước dừa - 1 lít hoặc trong môi trường tổng hợp nhân tạo (g/l): cao nấm men từ 1-3 g, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ từ 1-5 g, K_2HPO_4 từ 1-3 g, Na_2HPO_4 từ 1-5 g, nước vừa đủ 1 lít, với lượng đường sucroza thêm vào từ 20-30 g/l. Môi trường được tiệt trùng ở 115°C trong 20 phút, qua hệ thống làm lạnh để hạ nhiệt độ xuống $30-35^\circ\text{C}$, sau đó thêm giống với tỷ lệ 1:10. Môi trường chứa giống được đổ ra các khay theo thể tích 01 lít/khay, nuôi cấy ở $28 - 30^\circ\text{C}$ trong vòng 7-9 ngày. Màng xenluloza thô thu được có màu trắng đục hoặc hơi vàng, trong 100g màng xenluloza thô có chứa 96-97% là nước, 2-3% là xenluloza tinh khiết, các thành phần còn lại như protein, lipid và tro chiếm ít hơn 0,2%, không chứa lignin và hemixenluloza (hình 1A).

Màng thô sau nuôi cấy được rửa nước 2-3 lần để làm sạch bên ngoài sau đó ép loại bớt nước và các thành phần môi trường còn dư, độ ẩm sau ép 85 - 88%. Khối lượng sau ép còn 5-7% so với khối lượng trước ép (hình 1B). Màng sau ép được hấp khử trùng để tiêu diệt toàn bộ vi sinh vật cũng như phá vỡ cấu trúc tế bào, tạo thuận lợi cho những công đoạn sau. Trong trường hợp sử dụng luôn thì không cần thực hiện bước này. Màng sau ép được bao gói để bảo quản bằng màng nylon.

Bước 2: Xử lý sơ bộ

Trong xenluloza thực vật có chứa một lượng lớn lignin và hemixenluloza, do vậy gỗ phải được xử lý để loại bỏ hai chất này, tẩy trắng và ép thành các tấm xenluloza thực vật trước khi sử dụng, khi sử dụng ở bước kiềm hóa tiếp theo, các tấm xenluloza được cắt thành các miếng nhỏ kích thước 33 x 45 cm trước khi ngâm vào dung dịch NaOH. Đối với xenluloza vi sinh khâu xử lý này hoàn toàn không cần thiết và có thể loại bỏ, tuy nhiên bước xử lý xenluloza vi sinh được thực hiện như sau:

Màng sau ép được xay nhuyễn với nước theo tỷ lệ màng:nước là 1:2 (tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút) trong vòng 3-5 phút để tạo dạng hồ xenluloza (hình 2A), sau đó được ép loại nước để chuẩn bị cho khâu kiềm hóa (hình 2B). Độ ẩm

sau ép đạt 65 – 80%. Mục đích của bước này để cắt nhỏ mạng lưới xenluloza, giúp NaOH xâm nhập vào mạng lưới ở bước kiềm hóa được dễ dàng hơn.

Bước 3: Kiềm hóa tạo xenluloza kiềm

Trong công nghệ visco sử dụng xenluloza thực vật, các tấm xenluloza đã cắt nhỏ sẽ được ngâm vào dung dịch NaOH nồng độ từ 17 - 19% để chuyển từ xenluloza loại I sang xenluloza kiềm và sắp xếp lại các mạch xenluloza, từ đó giúp CS_2 thâm nhập vào bên trong cấu trúc xenluloza và phản ứng với nhóm $-\text{OH}$ dễ hơn ở bước sau, đồng thời loại bỏ những nguyên liệu có mạch ngắn còn lại trong thớ gỗ (hemixenluloza, xenluloza mạch ngắn). Thông thường, thời gian kiềm hóa từ 2-4 tiếng ở nhiệt độ 18°C hoặc 5 -10 phút ở $45 - 55^\circ\text{C}$. Vì các mạch xenluloza gỗ rất dài (15000 – 20000 đơn phân), bị bó chặt lại với nhau tạo thành các bó sợi, do vậy cần nhiều thời gian để NaOH có thể thâm nhập vào cấu trúc và tách các sợi xenluloza ra.

Xenluloza vi sinh được cấu thành từ mạng lưới sợi nano bền chặt và phân bố không theo trật tự, do vậy dung dịch NaOH không có tác dụng sắp xếp lại các mạch xenluloza mà chỉ tác dụng với các nhóm $-\text{OH}$ để tạo xenluloza kiềm, làm trương nở khối màng đã nghiền tạo điều kiện thuận lợi cho CS_2 thâm nhập. Ngoài ra, dung dịch NaOH còn có tác dụng phá vỡ tế bào vi khuẩn bám trong mạng lưới xenluloza vi sinh, giúp loại bỏ lượng tế bào này ở bước tiếp theo. Việc ngâm quá lâu trong NaOH có thể làm ngắn mạch (giảm độ polyme hóa), đây là hiệu ứng không mong muốn do vậy thời gian xử lý với NaOH đối với xenluloza vi sinh ngắn hơn so với xenluloza thực vật. Ở bước này màng đã xay nhuyễn và ép nước ở bước 2 có độ ẩm 70 – 80% được cho vào dung dịch NaOH 20% theo tỷ lệ giữa xenluloza tinh khiết và NaOH 20% là 1:2 để tạo xenluloza kiềm, như vậy cứ khoảng 500g xenluloza sau ép có độ ẩm 80% (10g xenluloza tinh khiết) cần cho vào 1 lít NaOH 20%, khuấy 1000 – 1500 vòng/phút trong 30 – 50 phút ở nhiệt độ phòng ($20-25^\circ\text{C}$).

Bước 4: Loại NaOH dư

Đối với xenluloza thực vật, quá trình ép giúp loại bớt lượng NaOH dư, tỷ lệ khối lượng giữa xenluloza kiềm sau ép và tấm xenluloza ban đầu được giữ ở mức 2,7-3. Tỷ lệ này quan trọng vì nó ảnh hưởng đến quá trình xé nhỏ tiếp theo, xanthat hóa cũng như bước phun, tỷ lệ sai có thể ảnh hưởng đến chất lượng sản phẩm cuối. Mặc dù

tỷ lệ ép này không thay đổi lượng xenluloza kiềm nhưng nó ảnh hưởng đến lượng xenluloza và nước theo phần trăm.

Đối với xenluloza kiềm từ xenluloza vi sinh, tỷ lệ này được giữ ở mức khối lượng xenluloza kiềm trước ép/ xenluloza kiềm sau ép là 4:1.

Bước 5: Đánh toi

Các tấm xenluloza thực vật có cấu trúc bó sợi bền chặt do vậy cần xé nhỏ để tăng diện tích tiếp xúc bề mặt từ đó tăng khả năng phản ứng, riêng xenluloza vi sinh không cần xé nhỏ vì đã xay nhuyễn ở bước 2.

Xenluloza kiềm thu được ở bước 4 được đánh toi, trộn đều bằng cánh khuấy có tốc độ 90 – 120 vòng/phút ở 28°C trong thời gian 3-5 phút hoặc 1-3 giây ở tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút, thu được xenluloza kiềm toi như bông màu trắng (hình 3).

Bước 6: Phơi

Đối với xenluloza thực vật, mức độ polyme hóa của xenluloza kiềm thu được khoảng 6000 – 14000 đơn phân do vậy bước này có vai trò quan trọng để cắt ngắn mạch xenluloza. Xenluloza kiềm bị cắt mạch nhờ quá trình oxy hóa do tiếp xúc với oxy không khí. Ngoài ra, trong giai đoạn này một lượng NaOH tiếp tục tác dụng với các nhóm –OH để tạo xenluloza kiềm. Do vậy, xenluloza kiềm từ xenluloza thực vật được ủ trong thùng kín bằng inox không rỉ từ 1-3 ngày ở 25°C, thùng này có khả năng quay tròn và cho oxy thâm nhập. Quá trình ủ cũng có thể được tăng tốc bằng cách tăng nhiệt độ và cho thêm chất xúc tác là các muối kim loại nặng như muối mangan và coban.

Đối với xenluloza vi sinh, quá trình cắt ngắn mạch là không cần thiết do các mạch xenluloza vi sinh ngắn sẵn (từ 2000 – 6000 đơn phân), trong quá trình tiếp xúc với NaOH ở các bước trên, một phần xenluloza vi sinh đã bị cắt mạch nên không cần ủ. Càng ủ lâu mạch xenluloza vi sinh càng bị cắt ngắn dẫn đến giảm độ nhớt của dung dịch visco thu được.

Tuy nhiên, để độ ẩm đạt tối ưu cho bước xantat hóa, xenluloza kiềm dạng bông thu được ở bước 5 được phơi khô ở nhiệt độ 20-25°C trong thời gian từ 30 phút đến 1 tiếng để đạt độ ẩm 70 – 80%.

Bước 7: Xantat hóa

Nồng độ CS₂ và nhiệt độ sẽ xác định thời gian hoàn thành quá trình xantat hóa. CS₂ kết hợp với nhóm - ONa để tạo xenluloza xantat. Lượng CS₂ cho vào tính theo khối lượng xenluloza kiềm là 35%, hỗn hợp được để trong thiết bị đảo trộn kín có cánh khuấy tốc độ 90-120 vòng/phút, thời gian đảo trộn từ 30 phút đến 1,5 tiếng ở nhiệt độ 20-30°C. Trong quá trình phản ứng có tạo ra natri trithiocacbonat (Na₂CS₃), chất này tạo màu vàng cam đặc trưng cho xenluloza xantat. Sản phẩm sau bước xantat hóa được gọi là xenluloza xantat (hình 4).

Bước 8: Tạo dung dịch visco

Xenluloza xantat thu được ở bước 7 được hòa trong dung dịch NaOH để tạo dung dịch visco, các mạch xenluloza bị tách nhau ra bởi nhóm xantat, làm giảm các liên kết hydro giữa các mạch giúp cho xenluloza xantat hòa tan được trong dung dịch NaOH. Theo đó, tỷ lệ xenluloza xantat và NaOH 7% là 1:7, như vậy, 50 g xenluloza xantat được hòa tan trong 350g dung dịch NaOH 7%, dung dịch visco thu được được khuấy trộn trong thời gian từ 2 đến 6 tiếng, tốc độ cánh khuấy 90-120 vòng/phút ở nhiệt độ 20 - 25°C. Dung dịch visco đạt nếu độ nhớt khoảng 20-30 poise (hình 5).

Bước 9: Làm chín

Bước làm chín giúp các nhóm CS₂ phân bố lại trong cấu trúc xenluloza xantat. Để thực hiện, dung dịch visco được ủ trong thùng kín trong thời gian từ 1 đến 3 ngày ở nhiệt độ 20 – 25°C.

Bước 10: Lọc và loại khí. Mục đích để loại các bọt khí và khí dư trước khi phun. Các mảnh xenluloza nhỏ chưa phản ứng trong dung dịch visco có thể gây tắc lỗ đầu phun, còn các hạt bọt khí trong dung dịch có thể gây đứt xơ sợi khi phun.

Dung dịch visco được ép qua màng lọc thô kích thước lỗ nằm trong khoảng từ 150 đến 200 micron, sau đó qua màng lọc tinh lần 1 (kích thước lỗ 130 micron) và màng lọc tinh lần 2 (kích thước lỗ 100 micron). Dung dịch thu được sau lọc đồng nhất,

có màu vàng cam đặc trưng của dung dịch visco (hình 6A). Sau đó, dung dịch được loại khí bằng cách hút chân không trong 2-3 tiếng đến khi không còn bọt khí li ti trong dung dịch và trên bề mặt. Để kiểm tra khả năng tái tạo xenluloza, 01 ml dung dịch visco được ép giữa 2 tấm thủy tinh mỏng bằng vật nặng 1 kg trong 05 phút, sau đó nhúng vào dung dịch H_2SO_4 . Nếu không tạo được dạng màng nghĩa là độ nhớt của dung dịch visco không đạt yêu cầu (hình 6B).

Bước 11: Phun.

Xenluloza xantat sau lọc được phun qua đầu lọc đặt trong bể phun có chứa H_2SO_4 để tái tạo lại xenluloza, quá trình này tạo khí CS_2 bay ra. Dung dịch phun thường chứa H_2SO_4 , Na_2SO_4 , $ZnSO_4$ và các chất khác. Mức độ tái sinh phụ thuộc vào thành phần của các chất trong bể phun, dẫn tới ảnh hưởng đến chất lượng xơ. Để phản ứng diễn ra từ từ, tránh hiện tượng tạo bọt khí gây đứt mạch xơ khi phun, dung dịch visco thu được ở bước 10 được phun với áp lực 20 bar ($20 \cdot 10^5 Pa$) ở nhiệt độ $45-50^\circ C$ qua đầu phun 1-1000 lỗ vào bể phun có chứa dung dịch gồm các thành phần theo công thức sau (g/l): 50 g H_2SO_4 , 120 g Na_2SO_4 , 40 g $ZnSO_4$, 0,5 g PEG (polyethylene glycol), nước vừa đủ 1 lít. Tùy thuộc vào số lượng lỗ trên đầu phun mà xơ (hình 7A, 7C) và sợi xenluloza (hình 7B, 7D) thu được có kích thước khác nhau.

Bước 12: Xử lý xơ sợi visco tạo thành, sau khi đã qua các quá trình trên xơ vẫn còn ở trạng thái trương và chứa khoảng 80% dung dịch đông tụ (3,5 – 4,5% axit sunfuric, 12 – 15% sunfat và 2% các tạp chất khác chủ yếu là lưu huỳnh tự do), do đó cần xử lý xơ tiếp tục bằng nước ấm ở nhiệt độ $40 - 50^\circ C$ để loại axit sunfuric và muối, loại bỏ lưu huỳnh bằng dung dịch natrisunfit 1 – 2,5% ở nhiệt độ nằm trong khoảng $50 - 60^\circ C$, rửa bằng axit axetic 1% để loại các muối khó tan, sau mỗi quá trình xử lý trên, cần rửa kỹ bằng nước, nước dùng trong quá trình rửa cần phải sạch, là dạng nước mềm, không chứa các ion kim loại nặng và các hợp chất hữu cơ. Xơ sợi visco sau xử lý không còn màu, mùi của lưu huỳnh và các tạp chất khác, sản phẩm xơ sợi visco sau xử lý có màu trắng và không mùi như xenluloza ban đầu.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: Chuẩn bị nguyên liệu xenluloza vi sinh.

Nuôi cấy chủng *Komagataeibacter nataicola* BC-B0007 trong môi trường tổng hợp nhân tạo có các thành phần với hàm lượng (g/l): cao nấm men từ 1-3 g, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ từ 1-5 g, K_2HPO_4 từ 1-3 g, Na_2HPO_4 từ 1-5 g, nước đến 1 lít, với lượng đường sucroza thêm vào từ 20-30 g/l. Môi trường được tiệt trùng ở 115°C trong 20 phút, qua hệ thống làm lạnh để hạ nhiệt độ xuống $30-35^\circ\text{C}$, sau đó thêm giống với tỷ lệ 1:10. Môi trường chứa giống được đổ ra các khay theo thể tích 01 lít/khay, nuôi cấy ở nhiệt độ $28 - 30^\circ\text{C}$ trong vòng 7-9 ngày.

Màng thô sau nuôi cấy được rửa nước 2-3 lần để làm sạch bên ngoài, sau đó ép loại bớt nước và các thành phần môi trường còn dư, độ ẩm sau ép 85 - 88%. Khối lượng sau ép còn 5-7% so với khối lượng trước ép.

Màng sau ép được xay nhuyễn với nước theo tỷ lệ màng và nước là 1:2 (tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút) trong vòng 3-5 phút để tạo dạng hồ xenluloza, sau đó được ép loại nước chuẩn bị cho khâu kiềm hóa. Độ ẩm sau ép đạt 65 – 80%.

Ví dụ 2: Tạo xenluloza kiềm

Màng sau ép đã xay nhuyễn và ép nước ở ví dụ 1 có độ ẩm 70 – 80% được cho vào dung dịch NaOH 20% theo tỷ lệ xenluloza tinh khiết và NaOH 20% là 1:2 để tạo xenluloza kiềm, như vậy khoảng 500 g xenluloza sau ép có độ ẩm 80% (10 g xenluloza tinh khiết) cần cho vào 1 lít NaOH 20%, khuấy 1000 – 1500 vòng/phút trong thời gian 30 – 50 phút ở nhiệt độ phòng ($20-25^\circ\text{C}$).

Sau đó, chúng được ép nước sao cho tỷ lệ khối lượng xenluloza kiềm trước ép/sau ép là 4:1.

Xenluloza kiềm sau ép được đánh tơi, trộn đều bằng cánh khuấy có tốc độ 90 – 120 vòng/phút ở 28°C trong vòng 3-5 phút hoặc 1-3 giây ở tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút.

Xenluloza kiềm ở dạng bông trắng được phơi khô ở nhiệt độ $20-25^\circ\text{C}$ trong thời gian từ 30 phút đến 1 tiếng để đạt độ ẩm 70 – 80%, sau bước này xenluloza kiềm tơi như bông, màu trắng.

Ví dụ 3: Tạo dung dịch visco

Xenluloza kiềm tơi như bông trong ví dụ 2 được bổ sung lượng CS_2 với tỷ lệ tính theo khối lượng CS_2 /xenluloza kiềm là 35%, hỗn hợp được để trong thiết bị đảo

trộn kín có cánh khuấy tốc độ 90-120 vòng/phút, thời gian đảo trộn từ 30 phút đến 1,5 tiếng ở 20-30°C, quá trình này tạo ra xenluloza xantat có màu vàng cam đặc trưng.

Xenluloza xantat được hòa trong dung dịch NaOH để tạo dung dịch visco có màu vàng cam đặc trưng theo tỷ lệ xenluloza xantat:NaOH 7% là 1:7, như vậy, 50 g xenluloza xantat được hòa tan trong 350 g dung dịch NaOH 7%, dung dịch visco thu được được khuấy trộn trong thời gian từ 2 đến 6 tiếng, tốc độ cánh khuấy 90-120 vòng/phút ở nhiệt độ 20 - 25°C.

Dung dịch visco được ủ trong thùng kín trong vòng 1-3 ngày ở nhiệt độ 20 – 25°C. Lọc dung dịch bằng cách ép dung dịch visco qua màng lọc thô kích thước lỗ nằm trong khoảng từ 150 đến 200 micron, sau đó qua màng lọc tinh lần 1 (có kích thước lỗ 130 micron) và màng lọc tinh lần 2 (có kích thước lỗ 100 micron). Sau đó, dung dịch được loại khí bằng cách hút chân không trong thời gian 2-3 tiếng đến khi không còn bọt khí li ti trong dung dịch và trên bề mặt. Dung dịch thu được đồng nhất, không còn bọt khí, độ nhớt 20-30 poise, có màu vàng cam đặc trưng của dung dịch visco.

Ví dụ 4: Phun và xử lý xơ sợi nhân tạo visco từ xenluloza vi sinh. Dung dịch visco được phun với áp lực 20 bar ($20 \cdot 10^5$ Pa) ở 45-50°C qua đầu phun 1-1000 lỗ vào bể phun có chứa dung dịch có các thành phần theo công thức sau (g/l): 50 g H_2SO_4 98%, 120 g Na_2SO_4 , 40 g $ZnSO_4$, 0,5 g PEG (polyethylene glycol), nước cất vừa đủ 1 lít.

Xơ sợi nhân tạo visco sau phun được rửa bằng nước ấm ở nhiệt độ 40 – 50°C, sau đó rửa với dung dịch natrisunfit 1 – 2,5% ở nhiệt độ 50 – 60°C, rửa lại bằng nước ở 40 – 50°C, sau đó rửa tiếp bằng dung dịch axit axetic 1%, tiếp theo rửa kỹ lại bằng nước ở 40 – 50°C, xơ sợi visco sau xử lý không còn màu, mùi của lưu huỳnh và các tạp chất khác, có màu trắng và không mùi như xenluloza ban đầu;

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích đề xuất sử dụng nguồn nguyên liệu xenluloza vi sinh để thay thế xenluloza thực vật trong quy trình tạo xơ sợi nhân tạo visco. Xenluloza vi sinh là loại vật liệu thân thiện với môi trường, có thể sản xuất hàng loạt ở quy mô lớn, giá thành rẻ, không phụ thuộc vào tự nhiên. Nguồn xenluloza thực vật chủ yếu là các cây

lâu năm. Do đó, sử dụng xenluloza vi sinh để thay thế xenluloza thực vật sẽ thay đổi bản chất của quy trình tạo xơ sợi nhân tạo visco, hạn chế bớt phần nào tình trạng chặt phá rừng, bảo vệ bầu khí quyển xanh của trái đất.

Ngoài ra, việc sử dụng xenluloza vi sinh giúp loại bỏ hoàn toàn các công đoạn xử lý khi sử dụng xenluloza thực vật như các khâu xử lý lignin và hemixenluloza bằng phương pháp sulphit hóa và sulfat hóa. Đây là những khâu gây ô nhiễm do trong quá trình khử lignin và tẩy trắng gỗ sử dụng một lượng lớn hóa chất, các chất này ít được thu hồi, thải ra nguồn nước và không khí, là tác nhân gây ô nhiễm môi trường.

Hơn nữa, sử dụng xenluloza vi sinh làm thay đổi cơ bản quy trình tạo xơ sợi nhân tạo visco vốn được áp dụng cho xenluloza thực vật, giúp cắt giảm nhiều khâu trong quy trình đồng thời rút ngắn thời gian và đơn giản hóa thiết bị, công nghệ. Theo đó, toàn bộ quy trình chế tạo dung dịch visco từ xenluloza thực vật kéo dài từ 1-2 tuần, thì nay có thể rút ngắn chỉ còn 1-3 ngày, các bước tiến hành hầu hết ở điều kiện nhiệt độ phòng, không yêu cầu thiết bị, máy móc phức tạp, không tạo ra các phụ phẩm như lignin, vỏ cây v.v..

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất xơ sợi nhân tạo visco từ xenluloza vi sinh do chi *Komagataeibacter* spp. tổng hợp dùng trong công nghiệp dệt may, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

bước 1: chuẩn bị nguyên liệu xenluloza vi sinh:

nuôi cấy tĩnh các chủng thuộc chi *Komagataeibacter* spp. trong môi trường nước dừa già bao gồm các thành phần với hàm lượng (g/l): sucroza - 20, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ - 8, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ - 2, nước dừa - 1 lít hoặc trong môi trường tổng hợp nhân tạo (g/l): cao nấm men từ 1-3 g, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ từ 1-5 g, K_2HPO_4 từ 1-3 g, Na_2HPO_4 từ 1-5 g, nước vừa đủ 1 lít, với lượng đường sucroza bổ sung vào từ 20-30 g/l, tiến hành tiệt trùng môi trường ở 115°C trong 20 phút, sau đó làm lạnh để hạ nhiệt độ xuống $30-35^\circ\text{C}$, sau đó bổ sung giống với tỷ lệ 1:10; môi trường chứa giống được đổ ra các khay theo thể tích 01 lít/khay, sau đó nuôi cấy ở $28 - 30^\circ\text{C}$ trong thời gian từ 7 đến 9 ngày; sau đó tiến hành rửa màng thô thu được sau nuôi cấy bằng nước từ 2 đến 3 lần để làm sạch bên ngoài, sau đó ép loại bớt nước và các thành phần môi trường còn dư, độ ẩm sau ép nằm trong khoảng từ 85 đến 88%; sau đó tiến hành hấp khử trùng màng sau ép để tiêu diệt toàn bộ vi sinh vật cũng như phá vỡ cấu trúc tế bào, tạo thuận lợi cho các bước tiếp theo; sau đó đóng gói để bảo quản màng sau ép bằng màng nylon;

bước 2: xử lý sơ bộ:

xay nhuyễn màng sau ép thu được ở bước 1 với nước theo tỷ lệ màng và nước là 1:2 (tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút) trong thời gian từ 3 đến 5 phút để tạo dạng hồ xenluloza, sau đó được ép loại nước chuẩn bị cho khâu kiềm hóa, độ ẩm sau ép đạt 65 – 80%;

bước 3: kiềm hóa:

cho màng đã xay nhuyễn và ép nước thu được ở bước 2 có độ ẩm 65 – 80% vào dung dịch NaOH 20% theo tỷ lệ xenluloza tinh khiết và NaOH 20% là 1:2 để tạo xenluloza kiềm, sau đó khuấy ở tốc độ 1000 – 1500 vòng/phút trong thời gian nằm trong khoảng từ 30 đến 50 phút ở nhiệt độ phòng ($20-25^\circ\text{C}$);

bước 4: loại NaOH dư:

tiến hành ép xenluloza kiềm thu được ở bước 3 để loại NaOH dư sao cho tỷ lệ khối lượng xenluloza kiềm trước ép/xenluloza kiềm sau ép là 4:1;

bước 5: đánh toi:

đánh toi, trộn đều xenluloza kiềm thu được ở bước 4 bằng cánh khuấy với tốc độ 90 – 120 vòng/phút ở 28°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 3 đến 5 phút hoặc 1-3 giây ở tốc độ cánh khuấy 10000 – 15000 vòng/phút, thu được xenluloza kiềm toi như bông màu trắng;

bước 6: phơi:

phơi xenluloza kiềm thu được ở bước 5 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 25°C trong thời gian từ 30 phút đến 1 tiếng để đạt độ ẩm 70 – 80%;

bước 7: xantat hóa:

bổ sung CS₂ vào xenluloza kiềm thu được ở bước 6 với tỷ lệ tính theo khối lượng CS₂/xenluloza kiềm là 35%, sau đó trộn hỗn hợp này trong thiết bị đảo trộn kín có cánh khuấy với tốc độ 90-120 vòng/phút, trong thời gian nằm trong khoảng từ 30 phút đến 1,5 tiếng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 30°C, thu được xenluloza xantat có màu vàng cam đặc trưng;

bước 8: tạo dung dịch visco:

cho xenluloza xantat thu được ở bước 7 vào trong dung dịch NaOH 7% để tạo dung dịch visco có màu vàng cam đặc trưng theo tỷ lệ xenluloza xantat và NaOH 7% là 1:7, sau đó tiến hành khuấy trộn dung dịch visco thu được trong thời gian từ 2 đến 6 tiếng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 25°C, với tốc độ cánh khuấy 90-120 vòng/phút;

bước 9: làm chín:

ủ dung dịch visco thu được ở bước 8 trong thùng kín trong thời gian từ 1 đến 3 ngày, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 25°C;

bước 10: lọc và loại khí:

tiến hành lọc dung dịch visco thu được ở bước 9 qua màng lọc thô kích thước từ 150 đến 200 micron, sau đó lọc qua màng lọc tinh lần 1 (có kích thước lỗ 130 micron)

và màng lọc tinh lần 2 (có kích thước lỗ 100 micron), tiếp đó, dung dịch được loại khí bằng cách hút chân không trong thời gian từ 2 đến 3 tiếng đến khi không còn bọt khí li ti trong dung dịch và trên bề mặt, thu được dung dịch đồng nhất, có độ nhớt 20 – 30 poise, có màu vàng cam đặc trưng của dung dịch visco;

bước 11: phun tạo sợi:

tiến hành phun dung dịch visco thu được ở bước 10 với áp lực 20 bar ($20 \cdot 10^5$ Pa) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 45 đến 50°C qua đầu phun (1-1000 lỗ) vào bể phun có chứa dung dịch gồm các thành phần theo công thức sau (g/l): 50 g H_2SO_4 98%, 120 g Na_2SO_4 , 40 g $ZnSO_4$, 0,5 g PEG (polyethylene glycol), nước cất vừa đủ 1 lít, thu được xơ sợi visco;

bước 12: xử lý xơ sợi visco:

tiến hành rửa xơ sợi nhân tạo visco thu được ở bước 11 bằng nước ấm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 50°C, sau đó rửa với dung dịch natrisunfit có nồng độ 1 – 2,5% ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 60°C, rửa lại bằng nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 50°C, sau đó rửa tiếp bằng dung dịch axit axetic 1%, tiếp theo rửa kỹ lại bằng nước ở nhiệt độ từ 40 đến 50°C, thu được xơ sợi visco sau xử lý không còn màu mùi của lưu huỳnh và các tạp chất khác, có màu trắng và không mùi giống như xenluloza ban đầu.

Hình 1A



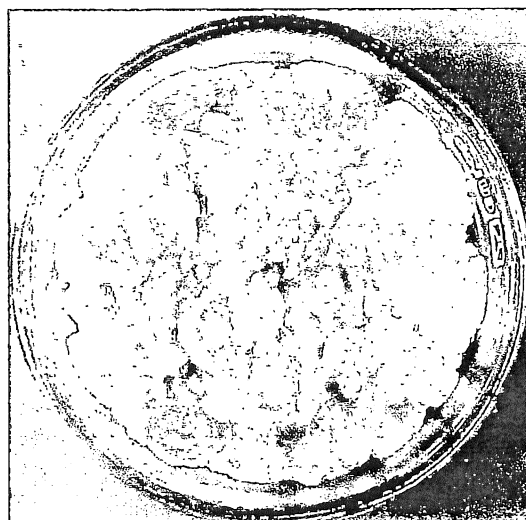
Hình 1B



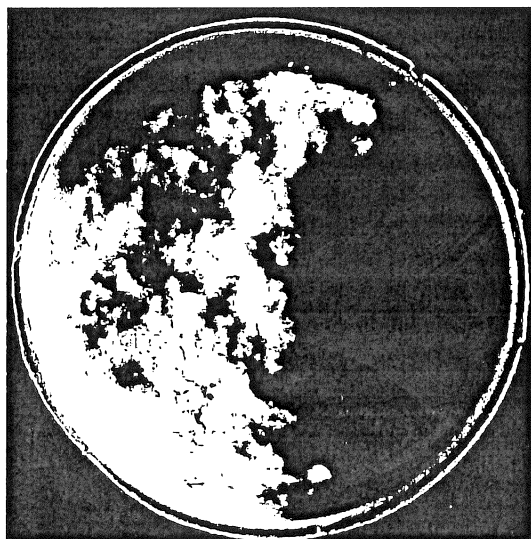
Hình 2A



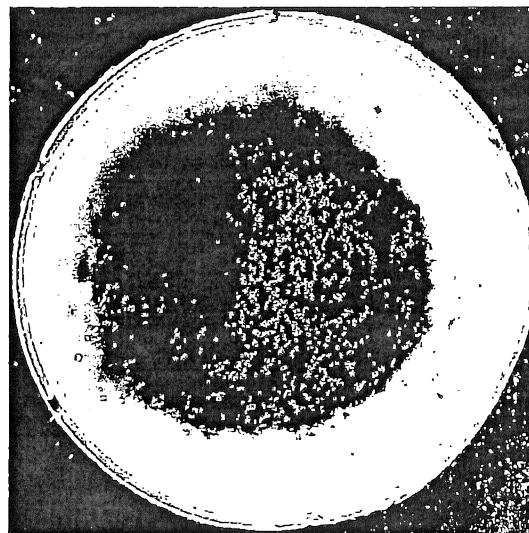
Hình 2B



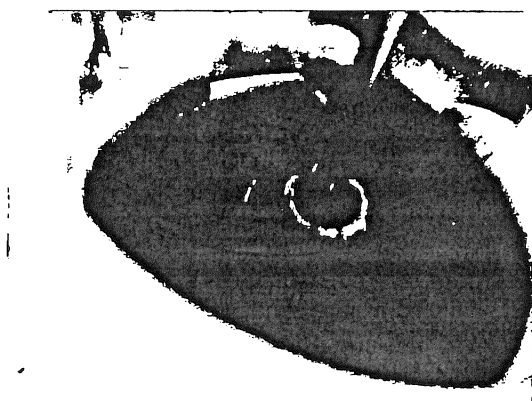
Hình 3



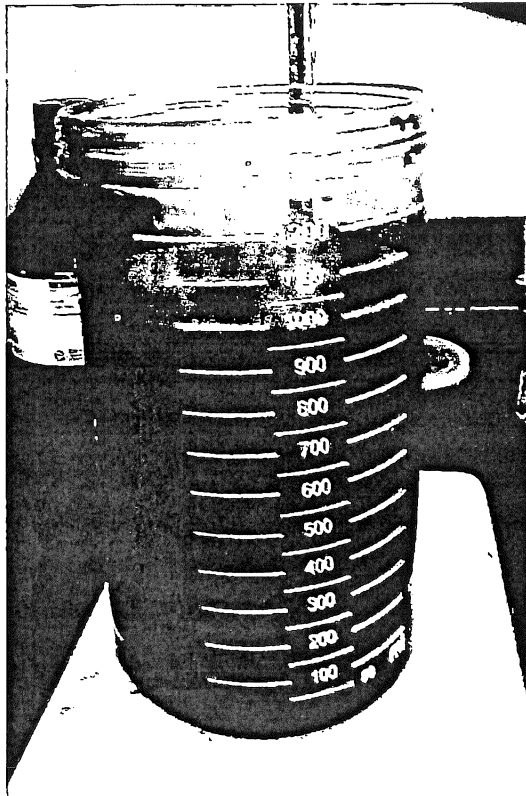
Hình 4



Hình 5



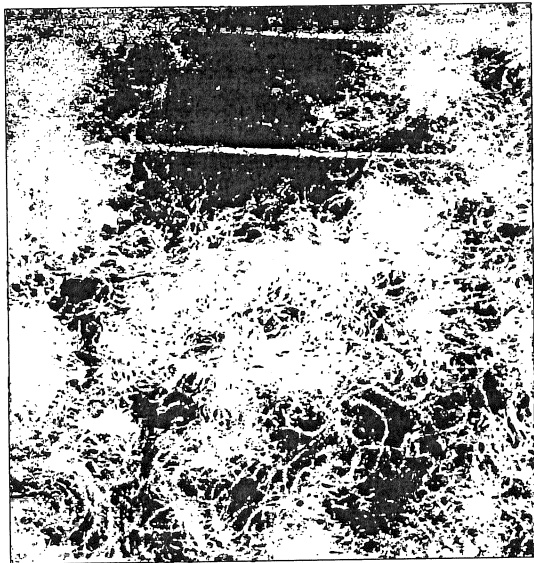
Hình 6 A



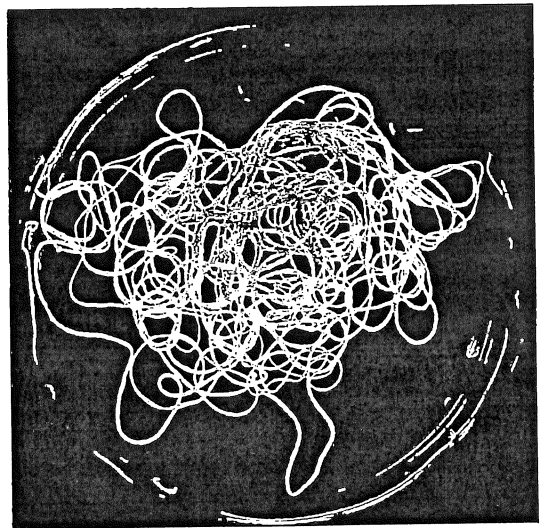
Hình 6 B



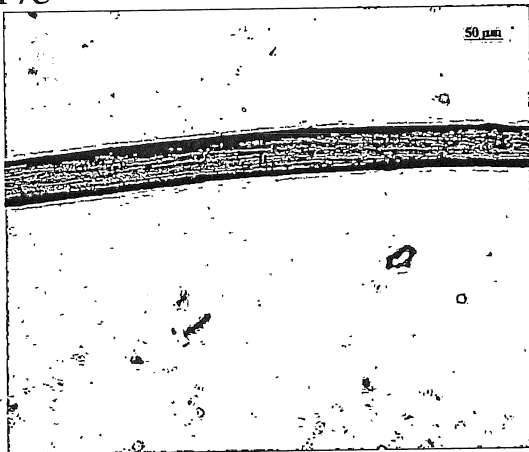
Hình 7A



Hình 7B



Hình 7C



Hình 7D

