



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

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

(11)



1-0027870

(51)⁷ D01F 2/08; C01B 31/04

(13) B

(21) 1-2017-02252

(22) 11/11/2015

(86) PCT/CN2015/094290 11/11/2015

(87) WO2016/078523 26/05/2016

(30) 201410670057.2 20/11/2014 CN

(45) 25/04/2021 397

(43) 25/10/2017 355A

(73) JINAN SHENGQUAN GROUP SHARE HOLDING CO., LTD. (CN)

Shengquan Industrial Park, Zhangqiu, Ji'nan, Shandong 250204 (CN)

(72) TANG, Yilin (CN); JIANG, Chengzhen (CN); ZHANG, Jinzhu (CN); GAO, Shaofeng (CN); XU, Ripeng (CN).

(74) Công ty cổ phần Tư vấn S&B (S&B CONSULTANT., CORP.)

(54) PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO SỢI VISCOZA CHỨA GRAPHEN

(57) Sáng chế đề cập đến sợi viscoza chứa graphen và phương pháp chế tạo sợi này, trong đó graphen là graphen không bị oxy hóa có không quá 10 lớp. Phương pháp chế tạo theo sáng chế bao gồm bước bổ sung graphen vào viscoza trước khi trước khi quay. Sợi viscoza thu được theo sáng chế có đặc tính hồng ngoại xa và khả năng kháng khuẩn đáng kể.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến sợi viscoza và phương pháp chế tạo sợi này, cụ thể hơn sáng chế đề cập đến sợi viscoza chứa graphen và phương pháp chế tạo sợi này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Sợi viscoza chủ yếu được chế tạo bằng các xenluloza tự nhiên như bông, lõi ngô, gỗ và một lượng nhỏ tre, v.v., làm nguyên liệu thô, trải qua một loạt các công đoạn như hầm nhừ, tẩy trắng, v.v., để tạo thành bột giấy hòa tan với độ tinh khiết xenluloza rất cao, sau đó trải qua các bộ phận xử lý liên quan đến ngâm tẩm, ép, nghiền, lão hóa, hoà tan vào xanthat, hòa tan, trộn, lọc, loại bóng khí, lọc, quay, sau xử lý, sấy, đóng gói và các hoạt động tương tự. Hiện nay, sợi viscoza được sử dụng chủ yếu làm sợi may mặc.

CN 103046151 A đề cập đến sợi xenluloza tái tạo kết hợp graphen, được chế tạo bằng cách trộn dung dịch graphen bị oxy hoá và dung dịch xenluloza tái tạo, tạo khuôn hỗn hợp thông qua quá trình quay sợi ướt và sau đó giảm hỗn hợp. Sợi viscoza thu được bằng phương pháp này được cải thiện một chút về độ bền và độ bền khô của nó có thể lên đến 2,62 cN/dtex và độ bền ướt của nó đạt đến 1,54 cN/dtex. Hơn nữa, nội dung bộc lộ trong tài liệu này cho thấy hiệu quả của graphen khi tăng cường độ bền của sợi.

CN 103556275 A đề cập đến sợi viscoza than tre hồng ngoại xa và phương pháp chế tạo chúng. Để phát triển sợi viscoza than tre hồng ngoại xa chưa xuất hiện đối với công nghệ hiện tại và nhắm đến vấn đề khả năng cuộn kém của sợi viscoza tre hồng ngoại, sáng chế cung cấp sợi viscoza tre hồng ngoại và phương pháp chế tạo sợi này, đặc trưng ở chỗ trong sợi, lượng bột gôm hồng ngoại xa là 1% đến 10% theo trọng lượng, lượng than tre là 0,1% đến 10% theo trọng lượng, trong khi độ phát xạ hồng ngoại xa hơn 80%, tỷ lệ hấp thụ amoni không dưới 50%, độ thấm thấu không dưới 500 mm/s và độ bền màu khi rửa ở mức 4 đến 5. Theo sáng chế, sợi viscoza thân tre hồng ngoại xa không chỉ có hiệu ứng cách nhiệt, nhưng cũng phát xạ hồng ngoại có chức năng chăm sóc sức khỏe trong việc kích hoạt mô tế bào và thúc đẩy tuần hoàn máu.

Hơn nữa, nội dung bộc lộ trong tài liệu này cho thấy hiệu ứng hồng ngoại xa thu đã đạt được bằng cách sử dụng bột gôm.

CN 104151515 A đề cập đến loại nhựa furan biến đổi graphen, được điều chế bằng cách phản ứng với formaldehyt, rượu furfuryl và graphen. Sáng chế này đề cập đến phương pháp điều chế nhựa furan biến đổi graphen. Nhựa furan biến đổi graphen theo sáng chế có độ bền liên kết cao và sự kết nối giữa các nguyên tử cacbon bên trong graphen rất linh hoạt, do đó nhựa furan biến đổi graphen theo sáng chế có độ bền cao.

CN 103966844 A đề cập đến phương pháp chế tạo sợi composit dẫn điện graphen. Phương pháp này chuẩn bị đơn giản, hợp lý trong quy trình và dễ vận hành. Sợi composit

dẫn điện graphen được chế tạo bằng phương pháp thu được trong theo sản phẩm, thể hiện khả năng giảm nhiệt độ cao cũng như độ dẫn điện và chống bức xạ cao.

WO 2013/011250 A1 đề cập đến sợi tổng hợp dẫn điện dựa trên graphen có chứa chất nền polyme trong đó graphen có kích thước nanomet được phân tán. Quy trình chế tạo các sợi này và việc sử dụng chúng cũng được đề cập.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất sợi viscoza và phương pháp chế tạo sợi viscoza này để cải thiện hơn các chức năng hồng ngoại xa cũng như các tính chất kháng khuẩn và kìm hãm vi khuẩn của sợi viscoza.

Để đạt được mục đích này, sáng chế đề xuất phương pháp chế tạo sợi viscoza bao gồm bước:

bổ sung graphen với không quá 10 lớp vào viscoza hoặc sản phẩm viscoza bán hoàn thiện, trong đó viscoza được chế tạo thông qua phương pháp bao gồm các bước:

i) thủy phân các lõi ngô trong dung dịch axit vô cơ để tạo ra lignoxenluloza;

ii) xử lý lignoxenluloza bằng chất xử lý ở nhiệt độ từ 70°C đến 180°C, để thu được xenluloza dạng xộp, trong đó chất xử lý được sử dụng là axit, axit-sulfit, hoặc kiềm-sulfit;

iii) xử lý xenluloza dạng xộp bằng chất xúc tác được chọn từ sắt (III) clorua, sắt (II) clorua, sắt nitrat, sắt (III) nitrat, sắt (III) sulfat, sắt (II) sulfat, kali sắt xyanua, kali feroxyanua, kali sắt (III) trioxalat, coban clorua, coban nitrat, coban sulfat, coban axetat, niken clorua, niken nitrat, niken sulfat và niken axetat, trong đó nhiệt độ xử lý là 50°C đến 150°C;

iv) trong môi trường không chứa oxy, đặt xenluloza dạng xộp thu được ở bước trước đó lần lượt ở 300°C đến 400°C, 800°C đến 900°C, 1100°C đến 1300°C, 300°C đến 400°C và 900°C đến 1000°C để cách nhiệt để tạo ra tiền chất graphen;

v) rửa tiền chất graphen lần lượt bằng kiềm, axit và nước để tạo ra sản phẩm graphen cuối cùng. Tốt hơn là, bước 2) theo phương pháp bao gồm xử lý lignoxenluloza bằng chất xử lý ở nhiệt độ từ 100°C đến 120°C, trong đó chất xử lý được chọn từ nhóm bao gồm các chất axit sulfuric, canxi hydroxit, natri hydroxit, amoni hydroxit hoặc magie hydroxit, canxi sulfit, magie sulfit, natri sulfit hoặc amoni sulfit.

Tốt hơn là, lượng graphen được thêm vào là 0,05 đến 1,0%, tốt hơn là 0,2 % đến 0,8%, trong α -xenluloza trong sợi viscoza.

Các nguyên liệu thô được sử dụng theo sáng chế để chế tạo graphen được có nguồn gốc từ các nguồn sinh khối và các nguồn sinh khối được chọn từ một loại bất kỳ trong các loại rau và/hoặc chất thải nông nghiệp và lâm nghiệp hoặc kết hợp ít nhất hai loại, tốt hơn là được chọn từ một trong các loại bất kỳ trong gỗ cây lá kim, gỗ lá rộng, gỗ lá, chất thải nông nghiệp và lâm nghiệp hoặc kết hợp ít nhất hai loại; chất thải nông nghiệp và

lâm nghiệp tốt hơn là được chọn từ một loại bất kỳ trong bắp ngô, lõi ngô, cây lúa miến, bột củ cải đường, bã mía, dư lượng furfural, dư lượng xyloza, mùn cưa, bông phiến, trấu và sậy hoặc kết hợp của ít nhất hai loại và tốt hơn là lõi ngô, hiện được bán rộng rãi trên thị trường.

Graphen được chế tạo từ nguyên liệu sinh khối, đặc biệt là lõi ngô, thể hiện độ xốp ở mức độ vi mô, do đó diện tích bề mặt cụ thể sẽ tăng lên, đặc biệt là trong trường hợp graphen được chế tạo theo phương pháp của sáng chế.

Theo một phương án được ưu tiên khác, việc chế tạo viscoza bao gồm các bước tẩm, ép, nghiền, lão hóa, xanthat hóa, hòa tan, làm chín, lọc và loại bóng khí, trong đó graphen được đưa vào trước khi lọc.

Hơn nữa, graphen trước tiên được điều chế thành hệ phân tán, trong đó dung môi phân tán là nước. Hàm lượng rắn của hệ phân tán là từ 0,1% đến 1%.

Theo phương án khác tốt hơn, việc chế tạo viscoza bao gồm bước thấm, ép, nghiền, lão hóa, hòa tan với xanthat, hòa tan, làm chín, lọc và loại bóng khí, trong đó graphen được đưa vào trong quá trình hòa tan và graphen được phân tán trước trong dung dịch kiềm pha loãng mà được sử dụng để hòa tan xenluloza xanthat.

Sáng chế còn đề cập đến sợi viscoza, bao gồm graphen, trong đó graphen không phải là graphen bị oxy hóa.

Các graphen không bị oxy hoá cụ thể đề cập đến graphen không được chế tạo và thu được thông qua phương pháp giảm oxy hóa, hoặc graphen mà quá trình chế tạo không liên quan đến bước oxy hóa.

Graphen có thể có cấu tạo lamela hexatomic vòng dạng tổ ong mà có cấu hình của dạng bất kỳ được chọn từ cong, nhăn và gấp lại hoặc kết hợp ít nhất hai trong các dạng này.

Cấu tạo vi mô của cấu tạo lamela của graphen thường có thể được quan sát và thu được qua kính hiển vi điện tử, có thể là kính hiển vi điện tử truyền electron hoặc kính hiển vi điện tử quét electron.

Theo sáng chế, graphen nhất định được sử dụng trong sợi viscoza và sự tối ưu nói trên được tạo ra cho phương pháp chế tạo. Sợi viscoza thu được có độ phát xạ hồng ngoại xa lớn hơn 0,80, tốt hơn là lớn hơn 0,85, ví dụ, 0,87, 0,89, 0,91, 0,92, 0,93, v.v., và tốt nhất là lớn hơn 0,88.

Mô tả chi tiết sáng chế

Graphen được sử dụng theo sáng chế là graphen không quá 15 lớp, tốt nhất là không quá 10 lớp. Theo ví dụ của sáng chế, graphen được sử dụng sẽ được chủ đơn chế tạo, có từ ba đến mười lớp và có xử lý nhiệt theo xenluloza, thuộc về graphen chưa bị oxy hóa.

Graphen thu được bằng cách đưa các lõi ngô làm nguyên liệu ban đầu để chuẩn bị và thu được các xenluloza dạng xộp và sau đó tùy thuộc vào các xenluloza để xử lý bằng cách gia nhiệt. CN 104016341 A đề cập đến phương pháp điều chế cụ thể.

Theo một ví dụ, phương pháp chế tạo graphen có điểm đặc trưng là bao gồm các bước sau:

- 1) thủy phân lõi ngô trong axit để thu được lignoxenluloza;
- 2) xử lý lignoxenluloza bằng chất xử lý ở nhiệt độ từ 70°C đến 180°C, tốt hơn là từ 90°C đến 150°C, tốt nhất là từ 100°C đến 120°C, thu được xenluloza dạng xộp, trong đó chất xử lý được sử dụng là axit, sulfite có tính axit, hoặc sulfite có tính kiềm, trong đó axit tốt hơn là axit sulfuric, kiềm tốt hơn là canxi hydroxit, natri hydroxit, amoni hydroxit hoặc magie hydroxit và sulfite tốt hơn là canxi sulfite, magie sulfite, natri sulfite hoặc amoni sulfite;
- 3) xử lý xenluloza dạng xộp bằng chất xúc tác được chọn từ sắt (III) clorua, sắt (II) clorua, sắt nitrat, sắt (III) nitrat, sắt (III) sulfat, sắt (II) sulfat, kali sắt xyanua, kali feroxyanua, kali sắt (III) trioxalat, coban clorua, coban nitrat, coban sulfat, coban axetat, niken clorua, niken nitrat, niken sulfat và niken axetat, trong đó nhiệt độ xử lý là 50°C đến 150°C, tốt hơn là 80°C đến 120°C;
- 4) trong môi trường không chứa oxy, đặt xenluloza dạng xộp thu được ở bước trước đó lần lượt ở 300°C đến 400°C, 800°C đến 900°C, 1100°C đến 1300°C, 300°C đến 400°C và 900°C đến 1000°C để cách nhiệt để tạo ra tiền chất graphen;
- 5) rửa tiền chất graphen lần lượt bằng kiềm, axit và nước để tạo ra sản phẩm graphen cuối cùng.

Mặc dù các lõi ngô được sử dụng trong phương pháp nêu trên, nó sẽ hợp lý về lý thuyết khi cho rằng cũng có thể thực hiện được bằng việc sử dụng tài nguyên thực vật khác, do đó các nguồn tài nguyên thực vật khác không bị loại trừ khỏi phạm vi sáng chế.

Theo sáng chế, để thu được sợi viscoza với các chức năng hồng ngoại và kháng khuẩn, graphen được thêm vào viscoza Lượng graphen không vượt quá 1% hàm lượng α -xenluloza trong viscoza, tốt hơn là 0,05 đến 0,99%, tốt hơn nữa là 0,1 đến 0,8% và tốt nhất là 0,3 đến 0,5%.

Sợi viscoza được sử dụng theo sáng chế là sợi viscoza đã biết ở các sáng chế trước và phương pháp chế tạo như sau: xác định bột giấy được sử dụng làm nguyên liệu, các quy trình liên quan đến tẩm, ép, nghiền, lão hóa, hòa tan với xanthat, hòa tan, làm chín, lọc, loại bóng khí, v.v. Bột giấy được ngâm tẩm trong dung dịch natri hydroxit khoảng 18%, nhờ đó xenluloza được chuyển thành xenluloza có tính kiềm, hemixenluloza được hòa tan và mức độ trùng lặp giảm một phần. Khối xenluloza có tính kiềm trở thành chất lỏng sau khi bị nghiền bởi máy nghiền bột. Do sự gia tăng diện tích bề mặt, sự đồng đều của phản ứng hóa học sau được cải thiện. Sự phân hủy oxy hóa xảy ra đối với xenluloza

tính kiềm dưới ảnh hưởng của oxy, làm giảm mức độ trùng lặp trung bình và quá trình này gọi là lão hóa. Phản ứng giữa các xenluloza kiềm và cacbon disulfit để cho phép xenluloza hòa tan với xanthat sau khi lão hóa được gọi là sự hòa tan trong xanthat, làm giảm liên kết hydro giữa các đại phân tử. Do độ hút nước của nhóm xanthat, độ tan của xenluloza xanthat trong dung dịch kiềm loãng được cải thiện đáng kể. viscoza thu được chỉ bằng cách hòa tan xenluloza rắn trong xanthat trong dung dịch kiềm loãng. Các viscoza vừa được chế tạo không dễ để hình thành do độ nhớt tương đối cao và độ mặn của nó. Theo đó, nó phải được đặt trong một khoảng thời gian nhất định ở một nhiệt độ nhất định, được gọi là làm chín, để natri xenluloza xanthat trong viscoza bị thủy phân từ từ và bị mất nước, mức độ este hóa giảm đi, độ nhớt cũng như độ ổn định ảnh hưởng đến chất điện phân cũng sẽ thay đổi. Sau khi làm chín, loại bóng khí và lọc được thực hiện để loại bỏ bong bóng và theo đúng quy trình.

Nhìn chung, graphen có thể được đưa vào trong một số bước trên để tạo ra viscoza, ví dụ, trước khi nghiền, trước khi lão hóa, trước khi xanthat hóa, hoặc trước khi làm chín. Graphen thường không được đưa vào sau khi lọc hoặc loại bóng khí. Tốt hơn là theo sáng chế, graphen được đưa ra sau khi làm chín và trước khi lọc. Tác giả thấy rằng hiệu quả trộn cao hơn nếu graphen được thêm vào vào thời điểm này, do đó hơn một nửa thời gian trộn có thể được giảm xuống và hai phần ba thời gian trộn nhìn chung có thể được giảm xuống.

Theo sáng chế, sẽ tốt hơn khi graphen trước tiên được chuẩn bị thành một hệ phân tán và sau đó dung dịch phân tán được trộn đều bằng chất viscoza. Dung môi phân tán thích hợp là nước. Tốt hơn là graphen được chuẩn bị thành một hệ phân tán với hàm lượng chất rắn từ 0,1 đến 1%.

Một cách tốt hơn là trước tiên, phân tán graphen trong dung dịch kiềm loãng được sử dụng để hòa tan xenluloza xanthat và sau khi phân tán, xenluloza được xanthat hoá, ví dụ như xenluloza xanthat, v.v., được thêm vào. Ưu điểm của phương pháp này là không cần phải bổ sung thêm nước do sự tạo ra graphen, xenluloza bị ràng buộc với graphen ngay sau khi tan, kết quả là trộn đều hơn. Trong phương án này, không cần phải khuấy trong một thời gian dài khi phân tán graphen trong dung dịch kiềm loãng và sau khi thêm xenluloza xanthat. Chỉ một thời gian ngắn khuấy sau khi làm chín đã có thể có ảnh hưởng, có thể nâng cao đáng kể/cải thiện sự phân tán của graphen.

Tiếp theo, các sợi viscoza cuối cùng thu được bằng cách kéo sợi, khử lưu huỳnh, rửa nước, bôi dầu và sấy sau khi lọc và loại bóng khí. Đây là những phương pháp thông thường và sẽ không được mô tả chi tiết ở đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 – Chế tạo graphen

Các lõi ngô bị thủy phân trong axit sulfuric ở 90°C trong 10 phút để thu được lignoxenluloza, trong đó phần lớn axit sulfuric được sử dụng là 3% khối lượng lõi ngô;

lignoxenluloza được xử lý bằng chất xử lý bao gồm axit sulfuric và magie sunfit trộn theo tỷ lệ 2:1 ở 70°C đến 180°C để cung cấp xenluloza dạng xốp, trong đó khối lượng axit sulfuric được sử dụng là 4% của khối lượng lignoxenluloza. Xenluloza dạng xốp được tẩy trắng sử dụng hydro peroxit, trong đó hydro peroxit được sử dụng là 5% khối lượng xenluloza dạng xốp và việc tẩy trắng được tiến hành bởi hydro peroxit ở 100°C trong năm giờ.

Hỗn hợp xenluloza dạng xốp thu được ở trên và mangan clorua được khuấy đều ở 20°C trong hai giờ để tiến hành xử lý xúc tác, trong đó tỷ lệ khối lượng mangan clorua đối với xenluloza dạng xốp là 0,01:1; sản phẩm thu được sau xử lý xúc tác được làm khô ở mức 70°C để tạo thành sản phẩm trung gian đầu tiên với lượng nước ít hơn 10 % khối lượng.

Sản phẩm trung gian đầu tiên được đặt trong lò cacbon hoá, nitơ được đưa vào làm khí bảo vệ trong lò cacbon hoá với mức độ 200 mL/phút và sản phẩm trung gian đầu tiên được làm nóng từ 25°C đến 300°C với mức độ 5°C/phút và được ủ trong bốn giờ tạo ra sản phẩm trung gian thứ hai; sản phẩm trung gian thứ hai được làm nóng từ 300°C đến 800°C với mức độ 20°C/phút và được ủ trong 3,5 giờ tạo ra sản phẩm trung gian thứ ba; sản phẩm trung gian thứ ba được làm nóng từ 800°C đến 1100°C với mức độ 50°C/phút và được ủ trong 6 giờ tạo ra sản phẩm trung gian thứ tư; sản phẩm trung gian thứ tư được làm mát từ 1100°C xuống 900°C với mức độ 30°C/phút và được ủ trong hai giờ; sau khi hạ nhiệt, sản phẩm trung gian thứ tư được làm mát xuống 60°C.

Sản phẩm trung gian thứ tư đã làm mát nêu trên được rửa trong dung dịch natri hydroxit 3 % khối lượng ở 60°C trong bốn giờ tạo ra sản phẩm rửa đầu tiên; tại 70°C, sản phẩm rửa đầu tiên được rửa trong dung dịch axit hydrocloric 4 % khối lượng ở 60°C trong bốn giờ tạo ra sản phẩm rửa thứ hai; sản phẩm rửa thứ hai được rửa trong nước cất cho đến khi trung hoà và làm khô sau đó để thu được graphen.

Ví dụ 2 – Chế tạo sợi viscoza

Bông, được lấy làm nguyên liệu thô, đã được ngâm tẩm, kiềm hoá, ép, nghiền, lão hóa, xanthat hóa, hòa tan và làm chín để thu được viscoza với lượng chất rắn 8%; graphen thu được trong Ví dụ 1 được phân tán trong nước với khối lượng gấp năm lần khối lượng graphen và sau đó, dung dịch được phân tán chứa graphen được trộn với viscoza và khuấy đều bằng máy khuấy tốc độ cao trong một giờ, tạo thành dung dịch đã trộn, trong đó lượng graphen được sử dụng chiếm 0,1% khối lượng xenluloza. Sợi viscoza chứa graphen thu được bằng cách lọc và loại bóng khí, tiếp theo là kéo sợi, khử lưu huỳnh, rửa nước và làm khô. Cụ thể, bể đông tụ bao gồm 105 g/L axit sulfuric, 200 g/L natri sunfat và 12 g/L kẽm sunfat. Sợi viscoza chứa graphen thu được có độ phát xạ hồng ngoại xa là 0,85 và hoạt tính kháng khuẩn và vi khuẩn với tỷ lệ ức chế 85% chống lại *Staphylococcus aureus*.

Ví dụ 3 – Chế tạo sợi viscoza

Xenluloza trong bông tan trong xanthat được hòa tan trong dung dịch pha loãng natri hydroxit, trong đó graphen thu được trong Ví dụ 1 được thêm vào dung dịch natri hydroxit loãng trước tiên. Sau khi làm chín, viscoza với lượng chất rắn 8% được chế tạo và thu về, đem khuấy đều bằng máy khuấy tốc độ cao trong nửa giờ, trong đó lượng graphen được sử dụng chiếm 0,6% khối lượng xenluloza. Sợi viscoza chứa graphen được chế tạo và thu về thông qua lọc và loại bóng khí, tiếp theo là kéo sợi, khử lưu huỳnh, rửa nước và làm khô. Cụ thể, một bể đông tụ bao gồm 105 g/L axit sulfuric, 200 g/L natri sulfat và 12 g/L kẽm sulfat. Sợi viscoza chứa graphen thu được có độ phát xạ hồng ngoại xa là 0,88 và hoạt tính kháng khuẩn và vi khuẩn với tỷ lệ ức chế 95% chống lại *Staphylococcus aureus*.

Ví dụ 4 – Chế tạo sợi viscoza

Với lõi ngô làm nguyên liệu thô, xenluloza trong lõi ngô tan trong xanthat được hòa tan trong dung dịch pha loãng natri hydroxit, trong đó graphen thu được trong Ví dụ 1 được thêm vào dung dịch natri hydroxit loãng trước tiên. Sau khi làm chín, viscoza với lượng chất rắn 10% được chế tạo và thu về, đem khuấy đều bằng máy khuấy tốc độ cao trong nửa giờ, trong đó lượng graphen được sử dụng chiếm 1% khối lượng xenluloza. Xenluloza trong viscoza từ lõi ngô được chế tạo và thu về thông qua lọc và loại bóng khí, tiếp theo là kéo sợi, khử lưu huỳnh, rửa nước và làm khô. Cụ thể, bể đông tụ bao gồm 105 g/L axit sulfuric, 200 g/L natri sulfat và 12 g/L kẽm sulfat. Sợi viscoza từ lõi ngô thu được có độ phát xạ hồng ngoại xa là 0,90 và hoạt tính kháng khuẩn và vi khuẩn với tỷ lệ ức chế 97% chống lại *Staphylococcus aureus*.

Ví dụ điều chỉnh 1

Bông, được lấy làm nguyên liệu thô, đã được ngâm tẩm, kiềm hoá, ép, nghiền, lão hóa, xanthat hóa, hòa tan và làm chín để thu được viscoza với lượng chất rắn 8% và viscoza được khuấy đều bằng máy khuấy tốc độ cao trong nửa giờ. Sợi viscoza chứa graphen thu được thông qua lọc và loại bóng khí, tiếp theo là kéo sợi, khử lưu huỳnh, rửa nước và làm khô. Cụ thể, bể đông tụ bao gồm 105 g/L axit sulfuric, 200 g/L natri sulfat và 12 g/L kẽm sulfat. Sợi viscoza chứa graphen thu được có độ phát xạ hồng ngoại xa là 0,70 và hoạt tính kháng khuẩn và vi khuẩn với tỷ lệ ức chế 20% chống lại *Staphylococcus aureus*.

Ví dụ điều chỉnh 2

Phương pháp chế tạo graphen bằng cách sử dụng graphit làm nguyên liệu thô gồm các bước sau:

1) thêm 50 mL axit nitric đặc vào hỗn hợp dung dịch chứa 5g graphit mảnh và 150ml axit sulfuric đặc, khuấy hỗn hợp ở nhiệt độ bình thường trong 24 giờ, rửa bằng nước đã khử ion ba lần, sấy khô ở 60°C, để tạo ra hợp chất graphit lẫn;

2) nhanh chóng trải rộng hợp chất graphit lẫn thu được ở trên ở 1050°C trong 30 giây để tạo thành graphit trải rộng;

3) từ từ thêm 3g kali pemanganat vào hỗn hợp chứa 0,3g graphit trải rộng thu được ở trên và 60 mL axit sulfuric đặc, khuấy đều ở 60°C trong 24 giờ, thêm 60 mL nước đã khử ion và 15 mL hydro peroxit vào bồn đá, rửa hỗn hợp cho đến khi trung hoà, thu được graphen bị oxy hoá;

4) phân tán graphen bị oxy hoá thu được nêu trên vào nước, tách graphen bị oxy hoá bằng ly tâm; thực hiện ly tâm với tốc độ quay 8000 vòng/phút trong 40 phút để tạo ra Chất nổi bề mặt 1 và Chất kết tủa 1, trong đó Chất nổi bề mặt 1 thu được chỉ là graphen bị oxy hóa với lượng nhỏ; phân tán Chất nổi bề mặt 1, chuyển graphen bị oxy hoá thành chất nền nhựa polyetylen terephtalat (PET) thông qua quá trình in chuyển, được giảm với axit hydroiodic ở 50°C trong 60 phút, để tạo ra graphen.

Xenluloza trong các lõi ngô tan trong xanthat được hòa tan trong dung dịch pha loãng natri hydroxit, trong đó graphen thu được bằng phương pháp giảm oxy hoá nêu trên được thêm vào dung dịch pha loãng natri hydroxit trước tiên. Sau khi làm chín, viscoza với lượng chất rắn 10% được chế tạo và thu được, được khuấy đều bằng máy khuấy tốc độ cao trong nửa giờ, trong đó lượng graphen được sử dụng chiếm 1% khối lượng xenluloza. Sợi viscoza chứa graphen được chế tạo và thu được lọc và loại bóng khí, tiếp theo là kéo sợi, khử lưu huỳnh, rửa nước và làm khô. Cụ thể, bể đông tụ bao gồm 105 g/L axit sulfuric, 200 g/L natri sulfat và 12 g/L kẽm sulfat. Sợi viscoza chứa graphen thu được có độ phát xạ hồng ngoại xa là 0,80 và hoạt tính kháng khuẩn và vi khuẩn với tỷ lệ ức chế 50% chống lại *Staphylococcus aureus*.

Cụ thể, dữ liệu kiểm tra bằng hồng ngoại được tiến hành thông qua Trung tâm Thử nghiệm Dệt may Trung Quốc, theo phương pháp thử FZ/T64010-2000.

Số liệu kiểm tra tính kháng khuẩn được tiến hành thông qua Trung tâm Thử nghiệm Dệt may Quốc gia Trung Quốc, theo phương pháp thử GB/T20944.3-2008.

Theo sáng chế, graphen được tạo thành theo phương pháp của sáng chế được tận dụng trong quá trình chế tạo sợi viscoza đã cải thiện đáng kể tính chất hồng ngoại xa và tính chất kháng khuẩn của các loại sợi viscoza thông thường hiện có, trong khi không có ảnh hưởng tương tự quan sát được trong các giải pháp kỹ thuật đã biết.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp chế tạo sợi viscoza, khác biệt ở chỗ, phương pháp này bao gồm bước:

bổ sung graphen với không quá 10 lớp vào vicoza hoặc sản phẩm viscoza bán hoàn thiện, trong đó graphen được bổ sung là graphen không bị oxy hoá, trong đó graphen được điều chế bằng phương pháp bao gồm các bước:

 - i) thuỷ phân các lõi ngô trong dung dịch axit vô cơ để tạo ra lignoxenluloza;
 - ii) xử lý lignoxenluloza bằng chất xử lý ở nhiệt độ từ 70°C đến 180°C để thu được xenluloza dạng xốp, trong đó chất xử lý được sử dụng là axit, axit-sulfit, hoặc kiềm-sulfit;
 - iii) xử lý xenluloza dạng xốp bằng chất xúc tác được chọn từ sắt (III) clorua, sắt (II) clorua, sắt nitrat, sắt (III) nitrat, sắt (III) sulfat, sắt (II) sulfat, kali sắt xyanua, kali feroxyanua, kali sắt (III) trioxalat, coban clorua, coban nitrat, coban sulfat, coban axetat, niken clorua, niken nitrat, niken sulfat và niken axetat, trong đó nhiệt độ xử lý là 50°C đến 150°C;
 - iv) trong môi trường không chứa oxy, đặt xenluloza dạng xốp thu được ở bước trước đó lần lượt ở 300°C đến 400°C, 800°C đến 900°C, 1100°C đến 1300°C, 300°C đến 400°C và 900°C đến 1000°C để cách nhiệt để tạo ra tiền chất graphen;
 - v) rửa tiền chất graphen lần lượt bằng kiềm, axit và nước để tạo ra sản phẩm graphen cuối cùng.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lượng graphen được sử dụng là 0,05% đến 1,0% của α -xenluloza trong sợi viscoza.
3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó lượng graphen là 0,2% đến 0,8% của α -xenluloza trong sợi viscoza.
4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó tại bước ii), việc xử lý lignoxenluloza bằng chất xử lý ở nhiệt độ từ 100°C đến 120°C, trong đó chất xử lý được chọn từ nhóm bao gồm axit sulfuric, canxi hydroxit, natri hydroxit, amoni hydroxit hoặc magie hydroxit, canxi sulfit, magie sulfit, natri sulfit hoặc amoni sulfit.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó việc chế tạo viscoza bao gồm các bước ngâm tẩm, ép, nghiền, lão hoá, xanthat hóa, hoà tan, làm chín, lọc và loại bóng khí của bột giấy, trong đó graphen được đưa vào trước bước lọc.
6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó việc chế tạo viscoza bao gồm các bước ngâm tẩm, ép, nghiền, lão hoá, xanthat hóa, hoà tan, làm chín, lọc và loại bóng khí của bột giấy, trong đó graphen được đưa vào trong bước hoà tan và graphen được phân tán trước trong dung dịch kiềm loãng mà được sử dụng để hoà tan xenluloza xanthat.