



(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)



1-0029201

(51)⁷ D06M 15/53; D06M 15/61

(13) B

(21) 1-2017-03019

(22) 05/02/2016

(86) PCT/EP2016/052515 05/02/2016

(87) WO 2016/124743 11/08/2016

(30) PCT/CN2015/072396 06/02/2015 CN

(45) 25/08/2021 401

(43) 25/12/2017 357A

(73) BASF SE (DE)

Carl-Bosch-Strasse 38, 67056 Ludwigshafen am Rhein, Germany

(72) HU, Qin Qin (CN); SZARVAS, Laszlo (DE); ZHU, Si Jun (CN).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) SỢI ĐƯỢC BIẾN ĐỔI TÍNH CHẤT ƯA NƯỚC BẰNG POLYETYLENIMIN ĐƯỢC ALKOXYL HÓA VÀ PHƯƠNG PHÁP CẢI THIỆN TÍNH ƯA NƯỚC CỦA SỢI

(57) Sáng chế đề cập đến sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxyl hóa, trong đó polyetylenimin được alkoxyl hóa này có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 600 đến 25000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp cải thiện tính ưa nước của sợi bao gồm việc ngâm sợi với dung dịch chứa nước chứa polyetylenimin được alkoxyl hóa, trong đó polyetylenimin được alkoxyl hóa này có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 600 đến 25000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ. Sáng chế cũng đề cập đến sử dụng polyetylenimin được alkoxyl hóa trong việc cải thiện tính ưa nước của sợi.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxyl hóa và phương pháp cải thiện tính ưa nước của sợi sử dụng polyetylenimin được alkoxyl hóa này. Sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng polyetylenimin được alkoxyl hóa trong việc cải thiện tính ưa nước của sợi.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bản chất kỵ nước của một số loại sợi như các sợi polyester làm cho các sợi này tạo ra cảm giác thoải mái tương đối thấp, vì hơi ẩm từ da không thể hấp thụ đủ vào sợi kỵ nước. Điều này đã hạn chế việc sử dụng các loại sợi kỵ nước này trong lĩnh vực dệt, như quần áo thể thao, quần áo lót và chăn ga. Ngoài ra, các sợi kỵ nước này có thể có các vấn đề về tĩnh điện.

GB 1,078,303 mô tả việc xử lý hoàn thiện khử tĩnh điện cho các loại sợi tổng hợp như sợi polyacrylonitril và polyamit. Theo GB 1,078,303, quy trình xử lý hoàn thiện khử tĩnh điện bao gồm việc ngâm các sợi này với chế phẩm chứa nước chứa sản phẩm polyoxyalkyl hóa của polyetylenimin hoặc muối của chúng.

US 3,968,315 mô tả phương pháp xử lý các vật liệu như polyamit, polyester, hoặc polyacrylonitril bằng cách sử dụng polyalkylen polyamin được alkoxyl hóa, để giảm xu hướng tích tụ điện tích tĩnh điện trong quá trình xử lý hoàn thiện.

Polyetylenimin phân nhánh (BPEI) được áp dụng cho vải polyester thông qua xử lý ép khô bằng nhiệt để làm tăng tính chất hấp thụ hơi ẩm trên bề mặt của nó, nhằm mục đích bảo vệ các vật liệu chống lại sự tích tụ của điện tích tĩnh điện (vide Chinese Journal of Polymer Science, 1997, Vol.15, No. 4, O.J.ATEIZA, etc). Tuy nhiên, tài liệu này không nêu vấn đề vải bị vàng hóa ở mức không thể chấp nhận khi làm khô sử dụng polyetylenimin không được biến đổi này.

US 3,794,464 mô tả polyetylenimin béo được alkoxyl hóa dùng để ức chế hiện tượng mất ozon của polyamit đã nhuộm, trong đó polyetylenimin béo được alkoxyl hóa này có khối lượng phân tử nằm trong từ khoảng 100 đến khoảng 60000.

CN103469584A mô tả phương pháp tạo ra áo len casomia khử tĩnh điện bằng cách xử lý hoàn thiện áo len casomia bằng chất xử lý hoàn thiện khử tĩnh điện chứa polyetylenimin.

US 6514932 B1 mô tả chế phẩm chống nhăn còn chứa chất giải phóng vết bẩn có cả hai đoạn ưa nước và kỵ nước mà là polyetylenimin được etoxyl hóa.

WO 2010/135140 A2 mô tả sản phẩm sợi ưa nước chứa polyetylenimin được etoxyl hóa dưới dạng chất kết hợp và hạt nano silic oxit được biến đổi bề mặt.

Tuy nhiên, trong lĩnh vực kỹ thuật này chưa biết đến việc làm tăng tính ưa nước của các sợi bằng cách sử dụng polyalkylenimin được alkoxy hóa.

CN103321054A mô tả chất xử lý hoàn thiện làm mượt mịn cho các sợi polyeste, trong đó chất xử lý hoàn thiện này là copolyme khối của dầu silicon polyeste polyete. Sợi sau khi hoàn thiện rất mịn mượt và mềm, và đồng thời có thể làm tăng tính chất khử tĩnh điện và tính ưa nước của sợi polyeste.

Tuy nhiên, vẫn cần làm tăng tính ưa nước của vải kỵ nước, và/hoặc tạo ra mức thoải mái tương đối cao và/hoặc tính chất khử tĩnh điện tốt hơn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Nhằm giải quyết các vấn đề trên, sáng chế đề xuất sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxy hóa, trong đó polyetylenimin được alkoxy hóa có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 600 đến 25000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp cải thiện tính ưa nước của sợi bao gồm việc ngâm sợi với dung dịch chứa nước chứa polyetylenimin được alkoxy hóa, trong đó polyetylenimin được alkoxy hóa này có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 600 đến 25000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ.

Sáng chế cũng đề xuất việc sử dụng polyetylenimin được alkoxy hóa để cải thiện tính ưa nước của sợi.

Đã phát hiện ra rằng polyalkylenimin được alkoxy hóa có thể làm tăng tính ưa nước của vải kỵ nước rất nhiều, và/hoặc tạo ra mức độ thoải mái tương đối cao và/hoặc tính chất khử tĩnh điện tốt.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một phương án của sáng chế, sáng chế đề xuất sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxyl hóa, trong đó polyetylenimin được alkoxyl hóa này có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 600 đến 25000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ.

Thông thường, sợi có thể là sợi kỵ nước bất kỳ, ví dụ sợi có thể gồm polyamit, polyester, sợi bông, và hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, polyetylenimin được alkoxyl hóa có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 2000 đến 20000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5000 đến 15000.

Theo một phương án của sáng chế, polyetylenimin được alkoxyl hóa chứa từ 10 đến 30, tốt hơn là từ 18 đến 22 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ.

Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, polyetylenimin được alkoxyl hóa có thể gồm polyetylenimin etoxy hóa, polyetylenimin propoxyl hóa, polyetylenimin butoxyl hóa, và hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án của sáng chế, polyetylenimin được alkoxyl hóa nêu trên được tạo ra theo các phương pháp thông thường trong lĩnh vực. Ví dụ, aziridin được polyme hóa cation để tạo thành polyetylenimin (PEIs) khi có mặt chất xúc tác axit, và sau đó việc alkoxyl hóa PEIs được thực hiện bằng cách sử dụng etylen oxit, propylen oxit, butylen oxit và hỗn hợp của chúng, như được mô tả trong Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, 4. Ed., Vol. 14/2, p. 440 ff. (1963) and Vol. E 20, p. 1367 f. (1987).

Đã biết rằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin được sử dụng rộng rãi làm chất làm mềm trên sợi bông. Nhưng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin này sẽ giảm tính chất ưa nước của sợi bông. Đã phát hiện ra rằng polyetylenimin được alkoxyl hóa có thể được sử dụng làm chất làm mềm ưa nước để duy trì hoặc làm tăng tính ưa nước của sợi bông, khi nó được xử lý bằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin.

Theo một phương án của sáng chế, sáng chế cũng đề xuất phương pháp cải thiện tính ưa nước của sợi bao gồm việc ngâm sợi với dung dịch chứa nước chứa

polyetylenimin được alkoxyl hóa, trong đó polyetylenimin được alkoxyl hóa này có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 600 đến 25000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ.

Đặc biệt, dung dịch chứa nước có thể gồm 1-8g/L, tốt hơn là 2,5-6g/L polyetylenimin được alkoxyl hóa trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch chứa nước.

Theo một phương án của sáng chế, sáng chế cũng đề xuất việc sử dụng polyetylenimin được alkoxyl hóa nêu trên trong việc cải thiện tính ưa nước của sợi.

Thời gian hấp thụ nước theo giọt (thời gian khuếch tán giọt) được đo theo GB/T 21665.1-2008.

Điện trở suất bề mặt của vải được đo theo EN 1149-1:2006.

Độ mềm vải được phân loại thành từ mức 0 đến mức 5 thông qua cảm nhận bằng tay. Mức 5 là tốt nhất, mức 0 là xấu nhất.

Chiều cao thấm hút được đo theo GB/T 21665, 1-2008.

Tất cả các phần trăm nêu trên tính theo khối lượng trừ khi có quy định khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế còn được minh họa bằng cách viện dẫn đến các ví dụ sau đây, tuy nhiên, các ví dụ này được sử dụng cho mục đích giải thích và không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ 1

Tạo ra dung dịch chứa nước chứa Sokalan HP20 (có thể từ BASF Co., Ltd, một loại polyetylenimin etoxy hóa) với nồng độ 2,5g/L (hàm lượng chất rắn), sau đó nhúng vải PET vào dung dịch chứa nước và sử dụng máy ép (Rapid PB1) để ép, khoảng 100-120% khối lượng của dung dịch chứa nước giữ trên vải trên cơ sở khối lượng của vải PET, sau đó phơi vải trên Stenter (Mathis, LTE 49200) ở nhiệt độ 170°C trong 2 phút.

Vải thu được được chia thành 3 lô. Vải lô thứ nhất được đặt ở nhiệt độ không đổi 21°C và độ ẩm tương đối 65% trong 12 giờ, và sau đó thời gian hấp thụ nước theo giọt (thời gian khuếch tán giọt) được đo theo GB/T 21665, 1-2008.

Vải lô thứ hai được áp dụng năm lần chu kỳ giặt và làm khô theo AATCC

135-2010 (Máy giặt tiêu chuẩn Whirlpool, CS20057683 và máy sấy Whirlpool, E391). Sau 5 lần chu kỳ giặt và làm khô, vải được đặt ở nhiệt độ không đổi 21°C và độ ẩm tương đối 65% trong 12 giờ, và sau đó thời gian hấp thụ nước theo giọt (thời gian khuếch tán giọt) được đo theo GB/T 21665, 1-2008.

Vải lô thứ ba được đặt ở nhiệt độ không đổi $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ và độ ẩm tương đối $25\pm 5\%$ trong 24 giờ, và sau đó tính chất khử tĩnh điện được đo theo EN 1149-1:2006.

Ví dụ so sánh 1

Quy trình của ví dụ so sánh 1 giống như quy trình của ví dụ 1 ngoại trừ copolyme khối PET-PEG (DP9992 từ Duplus) được sử dụng thay thế cho Sokalan HP20.

Ví dụ so sánh 2 (thử nghiệm trống)

Quy trình của ví dụ so sánh 2 giống như quy trình của ví dụ 1 ngoại trừ chỉ sử dụng nước tinh khiết mà không bổ sung Sokalan HP20.

Ví dụ so sánh 3

Quy trình của ví dụ so sánh 3 giống như quy trình của ví dụ 1 ngoại trừ polyetylenimin (Lupasol P từ BASF Co., Ltd) được sử dụng thay thế cho Sokalan HP20 (một loại polyetylenimin etoxy hóa).

Đã phát hiện ra rằng vấn đề bị vàng hóa quá nghiêm trọng để được chấp nhận trong công nghiệp khi sử dụng polyetylenimin không được etoxy hóa này.

Các kết quả đã đo cho ví dụ 1, ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2 được liệt kê trong bảng 1.

Bảng 1

Mẫu	Tính ưa nước (thời gian khuếch tán giọt)		Tính chất giảm tĩnh điện
	Trước khi giặt	Sau khi giặt lần thứ 5	Điện trở bề mặt(ohm)
Ví dụ 1	<1 giây	<2 giây	$9,0 \cdot 10^{10}$

Ví dụ so sánh 1	<1 giây	<2 giây	$2,0 \cdot 10^{11}$
Ví dụ so sánh 2	>5 giây	>5 giây	$2,1 \cdot 10^{12}$

Bảng 1 thể hiện rằng các tính chất ưa nước và giảm tĩnh điện của vải polyeste đã được tăng đáng kể bằng cách xử lý dung dịch chứa nước chứa Sokalan HP20 theo sáng chế. Tính ưa nước của vải polyeste đã được tăng rõ rệt bằng cách xử lý dung dịch chứa nước chứa copolyme khối PET-PEG, trong khi tính chất giảm tĩnh điện của nó ít hơn nhiều so với theo sáng chế.

Ví dụ 2

Tạo ra dung dịch chứa nước chứa 1g/L nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin (TF-452 từ Transfar) (hàm lượng chất rắn) và 3g/L Sokalan HP20 (hàm lượng chất rắn), sau đó nhúng sợi bông đã dính lại vào dung dịch chứa nước và sử dụng máy ép (Rapid PB1) để ép, khoảng 70% khối lượng dung dịch chứa nước giữ trên vải trên cơ sở khối lượng của vải bông đã dính lại, sau đó phơi vải trên Stenter (Mathis, LTE 49200) ở nhiệt độ 160°C trong 2 phút.

Vải thu được được chia thành 2 lô. Một lô được đặt ở nhiệt độ không đổi 21°C và độ ẩm tương đối 65% trong 12 giờ, và sau đó độ mềm được đo thông qua cảm nhận bằng tay và thời gian hấp thụ nước theo giọt (thời gian khuếch tán giọt) được đo bằng GB/T 21665, 1-2008.

Lô vải khác được áp dụng năm lần chu kỳ giặt và làm khô lần theo AATCC 135-2010 (Máy giặt tiêu chuẩn Whirlpool, CS20057683 và máy sấy Whirlpool, E391). Sau 5 lần chu kỳ giặt và làm khô, vải được đặt ở nhiệt độ không đổi 21°C và độ ẩm tương đối 65% trong 12 giờ, và sau đó độ mềm được đo thông qua cảm nhận bằng tay và thời gian hấp thụ nước theo giọt (thời gian khuếch tán giọt) được đo bằng GB/T 21665, 1-2008.

Ví dụ so sánh 4

Quy trình của ví dụ so sánh 4 giống như quy trình của ví dụ 2 ngoại trừ dung dịch chứa nước chứa 1g/L nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin (hàm lượng chất rắn) và 3g/L nhũ tương dầu silicon ưa nước (hàm lượng chất rắn) (TF-405B từ

Transfar, một loại copolyme Silicon-PEG) được sử dụng.

Ví dụ so sánh 5

Quy trình của ví dụ so sánh 5 giống như quy trình của ví dụ 2 ngoại trừ dung dịch chứa nước chứa 4g/L nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin (TF-452 từ Transfar) (hàm lượng chất rắn) được sử dụng.

Ví dụ so sánh 6 (thử nghiệm trồng)

Quy trình của ví dụ so sánh 6 giống như quy trình của ví dụ 2 ngoại trừ chỉ nước tinh khiết được sử dụng.

Các kết quả đã đo cho ví dụ 2, ví dụ so sánh 4, ví dụ so sánh 5 và ví dụ so sánh 6 được liệt kê trong bảng 2.

Bảng 2

Mẫu	Cảm nhận bằng tay Trước khi giặt	Chiều cao thấm hút Trước khi giặt/5phút	Cảm nhận bằng tay Sau khi giặt lần 5	Chiều cao thấm hút Sau khi giặt lần 5/5phút
Ví dụ so sánh 4	3	8cm	3	4,5 cm
Ví dụ 2	4	8cm	3	6 cm
Ví dụ so sánh 5	5	5,3cm	4	0,5 cm
Ví dụ so sánh 6	0	12cm	1	13 cm

Bảng 2 thể hiện rằng Sokalan HP20 có thể duy trì đáng kể tính ưa nước của sợi bông khi sợi bông được xử lý bằng nhũ tương dầu silicon amin và Sokalan HP20. Ngoài ra, sau khi giặt lần 5, tính ưa nước của vải sau khi xử lý bằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin và Sokalan HP20 theo sáng chế tốt hơn vải xử lý bằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin và copolyme silicon-PEG. Hơn nữa, trước khi giặt, cảm nhận bằng tay vải sau khi xử lý bằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin và Sokalan HP20 theo sáng chế tốt hơn vải xử lý bằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin và copolyme silicon-PEG. Hơn nữa, tính ưa nước của vải sau khi

xử lý bằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin và Sokalan HP20 theo sáng chế tốt hơn nhiều vải xử lý chỉ bằng nhũ tương dầu silicon được biến đổi amin, đặc biệt sau khi giặt lần 5.

Sẽ rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực rằng có thể thực hiện nhiều sửa đổi và biến thể khác nhau trong sáng chế mà không xa rời phạm vi hoặc tinh thần của sáng chế. Vì vậy, sáng chế được dự định bao gồm các sửa đổi và biến đổi như nằm trong phạm vi của các yêu cầu bảo hộ kèm theo và tương đương với chúng.

Yêu cầu bảo hộ

1. Sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxyl hóa, khác biệt ở chỗ polyetylenimin được alkoxyl hóa này có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 2000 đến 20000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ, trong đó sợi được ngâm với dung dịch chứa nước chứa polyetylenimin được alkoxyl hóa.
2. Sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxyl hóa theo điểm 1, khác biệt ở chỗ sợi này bao gồm polyamit, polyeste, sợi bông, và hỗn hợp của chúng.
3. Sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxyl hóa theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ polyetylenimin được alkoxyl hóa chứa từ 10 đến 30, tốt hơn là từ 18 đến 22 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ.
4. Sợi được biến đổi tính chất ưa nước bằng polyetylenimin được alkoxyl hóa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ polyetylenimin được alkoxyl hóa bao gồm polyetylenimin etoxy hóa, polyetylenimin propoxyl hóa, polyetylenimin butoxyl hóa, và hỗn hợp của chúng.
5. Phương pháp cải thiện tính ưa nước của sợi bao gồm việc ngâm sợi với dung dịch chứa nước chứa polyetylenimin được alkoxyl hóa, khác biệt ở chỗ polyetylenimin được alkoxyl hóa này có khối lượng phân tử trung bình theo khối lượng nằm trong khoảng từ 2000 đến 20000 và chứa từ 1 đến 40 đơn vị alkylen oxit trên một nguyên tử nitơ.
6. Phương pháp theo điểm 5, khác biệt ở chỗ dung dịch chứa nước bao gồm 1-8g/L, tốt hơn là 2,5-6g/L polyetylenimin được alkoxyl hóa trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch chứa nước.