



(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)



1-0030982

(51)<sup>8</sup> D06P 3/54; D06P 5/04; D06P 1/653

(13) B

(21) 1-2018-03349

(22) 04/01/2017

(86) PCT/EP2017/050163 04/01/2017

(87) WO2017/118671 13/07/2017

(30) 1600098.6 04/01/2016 GB

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/12/2018 369A

(73) NIKWAX LIMITED (GB)

Unit F, Durgates Industrial Estate, Wadhurst, Sussex TN5 6DF, United Kingdom

(72) ELLIS, David John (GB); BROWN, Nicholas (GB).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH LOẠI BỎ THUỐC NHUỘM CÒN SÓT LẠI RA KHỎI VẢI  
POLYESTE SAU KHI NHUỘM

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại ra khỏi vải polyeste sau khi nhuộm bao gồm bước bổ sung dung dịch chứa axit hữu cơ yếu vào vải trong thùng nhuộm, tăng nhiệt độ trong thùng này đến nhiệt độ ít nhất 80°C, cho axit phản ứng với vải trong thời gian ít nhất 6 phút và loại bỏ tất cả chất lỏng này.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến quy trình loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại ra khỏi vải polyeste sau khi nhuộm. Cụ thể, sáng chế đề cập đến việc sử dụng axit hữu cơ yếu, như axit ascorbic hoặc axit xitric, để loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Việc nhuộm công nghiệp sản phẩm dệt hoặc vải dệt thường bao gồm việc nhúng vải vào dung dịch nhuộm thích hợp chứa thuốc nhuộm đến khi có được màu sắc mong muốn thông qua sự hấp thụ của thuốc nhuộm vào vải. Vì có rất nhiều biến có thể làm thay đổi hiệu quả hấp thụ của thuốc nhuộm, nên thường cần phải bổ sung thuốc nhuộm vào dung dịch nhuộm và kiểm soát mức độ hoặc độ sâu của việc nhuộm màu theo thời gian. Phương pháp này có nhược điểm vì cần phải có thêm các bước tiếp theo để loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại ra khỏi vải sau khi nhuộm. Nếu không loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại, thì có thể xảy ra hiện tượng phai màu do thuốc nhuộm đi ra khỏi vật phẩm hoàn thiện. Ngoài ra, phương pháp này có thể dẫn đến việc làm bẩn cho thiết bị xử lý ở phía sau.

Đặc biệt là, việc nhuộm vải polyeste không phải là dễ vì bản chất của sợi polyme thành phần là cực kỳ kỵ nước. Ngoài ra, các sợi này không hoà tan được hoặc phân hủy được trong dung môi hữu cơ. Để đạt được việc nhuộm vải polyeste có hiệu quả, cần phải sử dụng thuốc nhuộm chuyên dụng và các điều kiện khắc khe trong thiết bị chuyên dụng.

Vải polyeste thường được nhuộm bằng các thuốc nhuộm phân tán. Thuốc nhuộm phân tán là thuốc nhuộm mà không có đặc tính ion bất kỳ và như vậy chúng không hòa tan hoặc hòa tan kém trong nước trong các điều kiện môi trường xung quanh. Các thuốc nhuộm như vậy được sử dụng trong quy trình nhuộm bằng cách phân tán chúng trong nước đã được axit hóa ở nhiệt độ cao, ví dụ, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 100°C, hoặc ở cả nhiệt độ lẫn áp suất cao, ví dụ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 105°C đến 140°C và áp suất nằm trong khoảng từ 1,1 đến 3,6 ba. Các điều kiện như vậy dẫn đến việc thuốc nhuộm khuếch tán vào các sợi polyeste đã được làm dẻo hóa để tạo ra sự phân tán phân tử trong nền polyme.

Các chất phân tán và chất mang hóa học thường được sử dụng để nhuộm vải polyeste. Các chất phân tán là cần thiết để giữ cho phần lớn thuốc nhuộm phân tán hòa tan kém ở trạng thái đồng nhất trong toàn bộ dung dịch nhuộm. Các chất phân tán như vậy thường là các chất hoạt động bề mặt mạnh như alkylsulphonat và alkylarylsulphonat. Các chất mang là các chất được dùng để làm trương các sợi và giúp tạo thuốc nhuộm phân tán để khuếch tán vào trong vải. Các chất mang thông thường mà có thể được sử dụng là các chất mang trên cơ sở glycol etc.

Một khi đã đạt được cường độ màu đủ trên vải, cần phải loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại. Vì việc nhuộm vải polyeste bằng các thuốc nhuộm phân tán là quá trình khuếch tán, sẽ có sự tích tụ nhất định của thuốc nhuộm đã được hấp phụ vào bề mặt của vải mà không được khuếch tán vào phần lớn của nó. Sự tích tụ này của thuốc nhuộm sẽ khiến cho thuốc nhuộm bám vào vải kém hơn, làm nảy sinh các vấn đề trong hàng dệt thành phẩm, như làm hỏng màu sắc của vải. Sự tích tụ này cũng có thể ảnh hưởng đến độ bền màu của thuốc nhuộm khi giặt và khi chà xát.

Quy trình loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại mà được dùng để hạn chế các vấn đề này được gọi là quy trình thanh lọc khử bỏ. Việc thanh lọc khử bỏ thường sử dụng chất khử mạnh ở nhiệt độ và pH cao để loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại. Chất phản ứng được sử dụng phổ biến nhất để thanh lọc khử bỏ là natri đithionit với sự có mặt của natri hydroxit. Chất phản ứng này có một số nhược điểm, chủ yếu là khả năng phản ứng của nó dẫn đến các khó khăn phức tạp trong khâu xử lý. Nó không ổn định trong các điều kiện không kiềm, nơi sẽ xảy ra sự phân hủy, thậm chí dẫn đến tự cháy. Nhược điểm khác của việc sử dụng natri đithionit là ở chỗ nó làm tác nhân sulphonat hóa mà có thể tác động đến các chất hoạt động bề mặt còn sót lại bất kỳ có trong vải. Điều đó có thể dẫn đến việc khiến cho các chất hoạt động bề mặt còn sót lại bất kỳ trở nên bền vững. Việc sử dụng các hợp chất chứa lưu huỳnh như vậy cũng có nhược điểm đó do các hợp chất này không dễ phân hủy sinh học, nước thải từ quy trình này cần phải được xử lý toàn diện trước khi nó có thể được đưa trở lại nguồn nước.

Patent Mỹ số 6 730 132 đã bộc lộ quy trình thanh lọc khử bỏ sản phẩm dệt polyeste bao gồm bước bổ sung vào dung dịch nhuộm axit hoặc nước giặt chế phẩm sau xử lý chứa đithionit/chất nhận axit sulphinat tùy ý trộn với sulphonat.

Đã phát hiện ra rằng bằng cách bổ sung axit hữu cơ yếu hoặc muối của nó, như axit ascorbic hoặc axit xitric, hoặc muối của nó, làm chất thanh lọc khử bỏ vào vải polyeste sau khi nhuộm, tốt hơn là sau khi loại bỏ dung dịch nhuộm, đun nóng trong

một khoảng thời gian và sau đó loại bỏ dung dịch này, thuốc nhuộm còn sót lại dễ được loại ra khỏi vải polyeste sau khi nhuộm mà không cần phải sử dụng các hợp chất chứa lưu huỳnh.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Sáng chế đề xuất quy trình loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại ra khỏi vải polyeste sau khi nhuộm bao gồm bước bổ sung dung dịch chứa axit hữu cơ yếu hoặc muối của nó vào vải trong thùng nhuộm, nâng nhiệt độ và để cho axit hoặc muối của nó được cho tiếp xúc với vải trong một khoảng thời gian, sau đó loại bỏ tất cả các chất lỏng này.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Axit hữu cơ yếu là axit Bronsted chứa ít nhất 4 nguyên tử cacbon, và có độ pKa hoặc trị số  $pK_{a1}$  ít nhất là 1, và tốt hơn là độ pKa hoặc trị số  $pK_{a1}$  nhỏ hơn 5. Độ pKa hoặc trị số  $pK_{a1}$  được ưu tiên nằm trong khoảng từ 3 đến 4,5. Trị số  $pK_{a1}$  được dùng để chỉ proton bị phân ly thứ nhất đối với các axit đa proton. Ví dụ về các axit như vậy bao gồm axit ascorbic, axit xitric, axit caprylic, axit adipic, axit succinic, axit maleic và axit butyric. Ví dụ được ưu tiên về các axit này là axit ascorbic và axit xitric. Các muối của axit hữu cơ yếu cũng có thể được sử dụng. Ví dụ về các muối này bao gồm các muối có các cation hoá trị một, như các muối kim loại kiềm. Các muối được ưu tiên là các muối natri hoặc kali. Axit ascorbic hoặc muối của nó là được ưu tiên nhất. Một hoặc nhiều axit hữu cơ yếu và/hoặc các muối của chúng có thể được sử dụng.

Trong phần bản luận dưới đây, trừ khi có quy định cụ thể, thuật ngữ "axit hữu cơ yếu" hoặc ví dụ về chúng cũng bao gồm cả các muối của chúng.

Tốt hơn là, nhiệt độ trong thùng được nâng lên đến trị số nằm trong khoảng từ 60°C đến 100°C, tốt nhất là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 75°C đến 80°C hoặc ít nhất 80°C.

Tốt hơn là, axit hữu cơ yếu được duy trì tiếp xúc với vải trong thời gian ít nhất 6 phút để cho phép nó phản ứng với vải đã được nhuộm. Tốt hơn là, thời gian tiếp xúc tối đa là 60 phút.

Tốt hơn là, dung dịch nhuộm được loại ra khỏi thùng nhuộm trước khi bổ sung axit hữu cơ yếu. Theo cách khác, nếu vải polyeste đã được nhuộm có độ bền màu thấp, thì có thể xử lý lại vải đã được nhuộm bằng cách sử dụng quy trình theo sáng chế để giải quyết vấn đề này. Trong tình huống này, vải sau khi đã được nhuộm và làm khô có

thể được cho vào dung dịch nhuộm hoặc thùng thích hợp mà nước và lượng thích hợp axit hữu cơ yếu có thể được bổ sung vào.

Axit hữu cơ được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 80g đến 120g mỗi lít, nếu, ví dụ, dung dịch nhuộm không được loại bỏ trước khi axit hữu cơ được bổ sung vào. Theo cách khác, nếu dung dịch nhuộm được loại ra trước khi bổ sung axit hữu cơ, thì 2g đến 50g mỗi lít, tốt hơn là 2g đến 10g, tốt nhất là 5g mỗi lít axit hữu cơ được sử dụng.

Sau khi loại bỏ tất cả các chất lỏng, tốt hơn là vải polyeste được giặt bằng nước ở nhiệt độ môi trường, sau đó, nó được vắt và được làm khô.

Theo một phương án, axit hữu cơ yếu hoặc muối của nó mà vẫn có tính axit, được sử dụng làm chất thanh lọc khử bỏ. Trái với quy trình thanh lọc khử bỏ được sử dụng trước đây có sử dụng natri dithionit, quy trình theo sáng chế có ưu điểm vì không cần phải thay đổi độ pH giữa các công đoạn nhuộm, mà thường được tiến hành ở độ pH thấp, và ở công đoạn thanh lọc khử bỏ.

Tuy nhiên, nếu sau đó vải polyeste sau khi nhuộm cần được xử lý, ví dụ, để làm cho nó không thấm nước, thì sau khi xử lý thanh lọc khử bỏ bằng cách sử dụng axit hữu cơ yếu, độ pH được tăng để nằm trong khoảng từ pH=9 đến pH=12. Điều đó đạt được bằng cách bổ sung hydroxit kiềm như natri hydroxit kali hydroxit, hoặc amoni hydroxit với lượng nằm trong khoảng từ 1,4 g đến 1,7 g mỗi lít.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất việc sử dụng axit hữu cơ yếu để loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại ra khỏi vải polyeste sau khi nhuộm, trong đó dung dịch chứa axit hữu cơ yếu được bổ sung vào vải trong thùng nhuộm, nhiệt độ trong thùng được nâng lên đến nhiệt độ ít nhất là 80°C và axit được cho phản ứng với vải trong thời gian ít nhất 6 phút. Sau đó, tất cả các chất lỏng được loại bỏ.

Một ưu điểm của quy trình theo sáng chế là ở chỗ nó tránh được việc phải sử dụng các hợp chất chứa lưu huỳnh, như natri dithionit, mà là tác nhân sulphonat hóa có thể tác động đến các chất hoạt động bề mặt còn sót lại trong vải khiến cho các chất hoạt động bề mặt bền vững hơn. Sự bền vững này làm nảy sinh các vấn đề trong các quy trình hoàn thiện hàng dệt sau này như việc áp dụng các phương pháp xử lý thấm nước cho vải polyeste.

Các ưu điểm khác của việc sử dụng axit hữu cơ yếu trong quy trình thanh lọc khử bỏ là ở chỗ quy trình này an toàn hơn để vận hành, ít gây ô nhiễm môi trường cũng như vận hành với chi phí rẻ hơn.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Sáng chế còn được mô tả thông qua các ví dụ sau.

#### **Ví dụ 1**

Trong thùng nhuộm thích hợp, dung dịch nhuộm được chuẩn bị để có được thành phần dưới đây bằng cách bổ sung, trong khi đang trộn liên tục, các hợp phần sau:

- Nước (40°C, đã được khử ion): 5 lit
- Chất mang (DOWANOL EPh, Dow Chemicals): 50 g (10 g/lít)
- Chất phân tán (Basojet® PEL-200, BASF Chemicals): 50 g (10 g/lít)
- Thuốc nhuộm (Permasil Red F3BS 150%, Standard Colors): 150 g (30 g/lít)

Sau khi bổ sung thuốc nhuộm, nhiệt độ của dung dịch được nâng từ từ ở tốc độ xấp xỉ 1°C/phút đến nhiệt độ 95°C. Ở thời điểm này, độ pH của dung dịch nhuộm được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 4,0 đến 5,0 bằng cách bổ sung axit axetic (loại kỹ thuật 80%) - 25 g (5 g/lít).

500g mẫu vải polyeste sợi tế vi chưa nhuộm có khối lượng 215 g/m<sup>2</sup> được bổ sung vào dung dịch nhuộm. Bằng cách trộn liên tục, dung dịch nhuộm được đun nóng đến sôi và được duy trì ở nhiệt độ không đổi trong khoảng thời gian 90 phút. Trong thời gian đó, độ pH của dung dịch nhuộm này được duy trì bằng cách bổ sung các lượng axit axetic tiếp theo với lượng 5g sau mỗi 15 phút, nếu cần.

Sau 90 phút, dung dịch nhuộm này được để nguội ở nhiệt độ 60°C trước khi tháo cạn các chất lỏng có trong thùng nhuộm. Sau đó, vải được giặt trong thùng nhuộm bằng ba dung dịch giặt riêng rẽ Tergitol 15-S-7 (10g trong 5 lit nước đã được khử ion ở nhiệt độ 60°C trong thời gian hai phút).

Sau đó, thùng nhuộm được nạp đầy lại bằng nước (5 lit nước đã được khử ion ở nhiệt độ 60°C) và natri hydroxit được bổ sung vào (20 g, 4 g/lít). Sau đó, nhiệt độ của

các chất trong thùng nhuộm được nâng lên đến 80°C và các chất sau được bổ sung theo trình tự quy định trước:

- Chất phân tán (Basojet® PEL-200, BASF Chemicals): 20 g (4 g/lít)
- Trinatri xitrat dehydrat (Jungbunzlaur): 50 g (10 g/lít)

Nhiệt độ của các chất trong thùng nhuộm được duy trì ở nhiệt độ 80°C thêm 25 phút. Sau đó, thùng nhuộm này được tháo cạn các chất lỏng. Tiếp đó, vải được giặt với nước dung dịch giặt riêng rẽ (5 lit nước đã được khử ion ở nhiệt độ 20°C trong thời gian hai phút). Ở lần giặt cuối cùng, độ pH của thuốc nhuộm được giảm đến trị số nằm trong khoảng từ 6,0 đến 7,0 bằng cách bổ sung axit axetic (loại kỹ thuật 80%). Sau đó, thùng nhuộm này được tháo cạn chất lỏng và vải đã được nhuộm được thu hồi và làm khô trong không khí.

Độ bền màu của vải thành phẩm được đánh giá bằng cách sử dụng phương pháp thử nghiệm của Hiệp hội các nhà hóa học và nhuộm màu Hoa Kỳ (the American Association of Textile Chemists and Colorists (AATCC) 8-2013 (Colorfastness to Crocking: AATCC Crockometer Method) trên cả mẫu ướt lẫn mẫu khô. Các kết quả được đánh giá dựa vào phương pháp thang chuyển đổi màu sắc AATCC (the AATCC Chromatic Transference Scale). Cả hai mẫu được ghi nhận có điểm số 4,5 cho biết mức độ phai màu của vải thử nghiệm chấp nhận được.

#### Ví dụ 2

Một lô 50kg vải polyeste sợi tế vi màu đen đã được nhuộm (mật độ thuốc nhuộm của vải 150 g/m<sup>2</sup>) có độ bền màu của thuốc nhuộm thấp không thể chấp nhận được xử lý lại để giải quyết vấn đề này.

Vải được cho vào máy nhuộm nhiệt độ cao Fong's Minitec3-IT. Thùng làm việc của máy này được nạp các thành phần sau theo trình tự quy định trước:

- nước (20°C, đã được khử ion): 150 lít
- natri hydroxit: 400 g
- axit ascorbic: 750 g

Khi các thành phần trong thùng làm việc này đã được hoà tan hoàn toàn, dung dịch trong thùng được nạp vào guồng nhuộm. Sau khi nạp, hệ thống bơm phun của máy đã được kích hoạt để cho phép quay dây vải. Nhiệt độ của máy được nâng lên bằng cách sử dụng thiết bị đun nóng có sẵn đến nhiệt độ 90°C. Việc quay vải được tiếp tục trong khoảng thời gian 60 phút. Sau thời gian này, hệ thống bơm phun của máy được cho ngừng hoạt động và máy này được tháo cạn chất lỏng. Sau đó, máy này lại được nạp thông qua việc bổ sung 200 lit nước (20°C, đã được khử ion) từ thùng làm việc này, tiếp đó vải được quay bằng hệ thống bơm phun trong 10 phút. Sau đó, độ pH của các chất có trong máy được điều chỉnh đến 7,0 bằng cách bổ sung axit axetic (loại kỹ thuật 80%) thông qua thùng làm việc (thường là 24 g/lít). Sau đó, Các chất lỏng có trong máy được tháo ra và vải được lấy ra qua cửa máy.

Sau khi hong gió trong thời gian 48 giờ, độ bền màu của vải thành phẩm được đánh giá bằng cách sử dụng phương pháp thử nghiệm của Hiệp hội dệt may và nhuộm màu Hoa Kỳ (AATCC) 8-2013 (Colorfastness to Crocking: AATCC Crockometer Method) trên cả hai mẫu ướt lẫn khô. Các kết quả được đánh giá dựa vào phương pháp thang chuyển đổi màu sắc AATCC (the AATCC Chromatic Transference Scale). Cả hai mẫu đều được ghi nhận là có điểm số 5 cho thấy mẫu không bị phai màu.

**YÊU CẦU BẢO HỘ**

1. Quy trình loại bỏ thuốc nhuộm còn sót lại ra khỏi vải polyeste sau khi nhuộm bao gồm các bước: (a) bổ sung chất khử làm sạch là axit hữu cơ yếu hoặc muối của nó vào vải trong thùng nhuộm, (b) tăng nhiệt độ trong thùng này, (c) cho axit hoặc muối của nó tiếp xúc với vải trong một khoảng thời gian, (c1) nâng độ pH đến giá trị nằm trong khoảng từ pH 9 đến pH 12, và (d) loại bỏ tất cả các chất lỏng.
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước loại bỏ dung dịch nhuộm ra khỏi thùng nhuộm trước khi thực hiện bước (a).
3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ở bước (c) axit hữu cơ yếu hoặc muối của nó được cho tiếp xúc với vải trong thời gian ít nhất 6 phút, và/hoặc trong thời gian tối đa 60 phút.
4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó ở bước (b), nhiệt độ trong thùng được tăng lên đến trị số nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó axit hữu cơ yếu được chọn từ các axit có ít nhất 4 nguyên tử cacbon và độ pKa hoặc trị số  $pK_{a1}$  ít nhất là 1.
6. Quy trình theo điểm 5, trong đó axit hữu cơ yếu là axit ascorbic hoặc muối của nó.
7. Quy trình theo điểm 6, trong đó axit hữu cơ yếu là axit ascorbic.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó muối của axit hữu cơ yếu được chọn từ muối kim loại kiềm, và tốt hơn là được chọn từ muối natri hoặc kali.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó quy trình này còn bao gồm bước giữ vải bằng nước ở nhiệt độ môi trường sau khi loại bỏ tất cả các chất lỏng.
10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó hydroxit kiềm được sử dụng để tăng độ pH, tốt hơn là được chọn từ natri hydroxit, kali hydroxit hoặc amoni hydroxit.
11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó axit hữu cơ yếu hoặc muối của nó được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 80g đến 120g mỗi lít.

12. Quy trình theo điểm 2 trong đó axit hữu cơ yếu hoặc muối của nó được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 2g đến 50g mỗi lit, tốt hơn là với lượng nằm trong khoảng từ 2g đến 10g mỗi lit, tốt nhất là 5g mỗi lit.