



(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)



1-0051706

(51)^{2022.01} **D01F 6/70; C08J 11/04; D01F 13/04;** (13) **B**
B29B 17/04; C08L 75/04

(21) 1-2023-03255

(22) 26/10/2021

(86) PCT/US2021/056636 26/10/2021

(87) WO 2022/093810 A1 05/05/2022

(30) 63/106,025 27/10/2020 US

(45) 25/09/2025 450

(43) 25/10/2023 427A

(73) Lubrizol Advanced Materials, Inc. (US)

9911 Brecksville Road, Cleveland, Ohio 44141-3247, United States of America

(72) Lalith B. SURAGANI VENU (IN); Ravi R. VEDULA (US); Christopher A.
SPRAGUE (US); Brandon WALTON (US).

(74) Công ty TNHH Lê & Lê (LE & LE)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO RA SẢN PHẨM TỪ VẢI TÁI CHẾ

(21) 1-2023-03255

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra sản phẩm bằng cách tái chế vải nhuộm phân tán. Loại vải này được làm từ sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy bao gồm một diol đồng trùng hợp có nguồn gốc từ monome caprolacton và một polyol polyete. Vải được cắt nhỏ và sau đó được xử lý nhiệt để tạo thành hạt, hạt này có thể được nấu chảy trong máy đùn để tạo thành sản phẩm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế nói chung đề cập đến việc tái chế vải nhuộm phân tán, và cụ thể hơn là phương pháp tạo ra các sản phẩm bằng cách tái chế vải nhuộm phân tán làm từ sợi polyuretan nhiệt dẻo nóng chảy được kéo sợi.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trên thị trường may mặc, người ta ngày càng quan tâm đến các loại vải có thể co giãn, nhưng vẫn giữ được phom dáng và độ vừa vặn. Sợi polyuretan nhiệt dẻo (“TPU”) cho thấy tiềm năng lớn trong việc cung cấp các đặc tính co giãn và vừa vặn nhưng vẫn còn một số nhược điểm. Nhiều sợi polyuretan được tạo ra bằng quy trình kéo sợi khô liên quan đến việc hòa tan các thành phần phản ứng trong dung môi. Những loại sợi như vậy thường có khả năng chịu nhiệt tốt, nhưng quy trình kéo sợi khô rất tốn kém, mất thời gian, và liên quan đến việc sử dụng các dung môi dễ bay hơi gây ra những lo ngại về môi trường. Kéo sợi nóng chảy có các lợi thế sản xuất, nhưng không phải tất cả TPU đều có thể tạo thành sợi trong điều kiện kéo sợi nóng chảy. Ngoài ra, các TPU trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây có thể được kéo nóng chảy thành sợi không có khả năng chịu nhiệt để cho phép chúng chịu được các điều kiện nhuộm nhất định. Điều này gây khó khăn cho việc kết hợp các sợi TPU được kéo nóng chảy với các sợi tổng hợp hoặc sợi tự nhiên thông thường khác, bởi vì các sợi TPU có thể mất đặc tính co giãn và phục hồi sau khi tiếp xúc với các điều kiện nhuộm.

Do đó, nhu cầu hiện nay là mong muốn có sợi TPU được kéo nóng chảy có đặc tính co giãn và phục hồi tốt, nhưng có thể được nhuộm trong điều kiện nhuộm phân tán (ví dụ ở nhiệt độ khoảng 130°-135°C). Ngoài ra, cũng nên có một loại vải được làm riêng sợi TPU hoặc kết hợp với các vật liệu sợi khác để tạo ra loại vải có thể nhuộm và có các đặc tính mong muốn.

Ngoài ra, việc tái chế phế liệu hoặc vải đã qua sử dụng là một lĩnh vực ngày càng được quan tâm. Sẽ rất tốt nếu có một phương pháp tái chế nguyên liệu vải để sản xuất các mặt hàng khác.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một phương án, sáng chế là sợi được kéo nóng chảy, trong đó sợi này bao gồm thành phần polyuretan nhiệt dẻo và chất liên kết ngang chức isoxyanat. Thành phần polyuretan nhiệt dẻo được sử dụng trong sợi này bao gồm sản phẩm phản ứng của (i) thành phần polyol bao gồm hoặc gồm có diol đồng trùng hợp có nguồn gốc từ monome caprolacton và poly(tetrametylen ete glycol), (ii) thành phần chất kéo dài chuỗi có đầu cuối là hydroxyl, và (iii) thành phần diisoxyanat thứ nhất.

Theo một phương án khác, sáng chế bao gồm quy trình điều chế polyuretan nhiệt dẻo có các bước sau: (a) bước điều chế thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng là sản phẩm phản ứng của (a) thành phần polyol, trong đó thành phần polyol này bao gồm diol đồng trùng hợp có nguồn gốc từ monome caprolacton và poly(tetrametylen ete glycol), (b) thành phần chất nối dài chuỗi bao gồm 1,4-bis(β -hydroxyetoxy)benzen; và (c) diisoxyanat; (2) bước làm khô thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng; (3) bước nấu chảy thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng trong máy đùn; (4) bước thêm prepolymer chức isoxyanat vào máy đùn; (5) bước trộn thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng và prepolymer chức isoxyanat trong máy đùn để tạo thành polyme polyuretan nhiệt dẻo đã được liên kết ngang; (6) bước nạp polyme polyuretan nhiệt dẻo đã được liên kết ngang vào ít nhất một ống định hình để tạo ra sợi được kéo nóng chảy; (7) bước làm nguội sợi nóng chảy; và (8) bước quấn sợi tan chảy vào suốt chỉ.

Theo một phương án khác nữa, sáng chế đề xuất một loại vải bao gồm thành phần thứ nhất là sợi, bao gồm sợi cứng có độ giãn dài giới hạn từ 10% đến 75% được đo theo ASTM D2256, ví dụ như sợi polyeste, và thành phần sợi thứ hai bao gồm sợi tơ polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy có độ giãn dài giới hạn ít nhất là 300% được đo theo ASTM D2731, trong đó thành phần sợi thứ nhất và thành phần sợi thứ hai này được đan với nhau để tạo thành vải và trong đó vải được nhuộm bằng cách sử dụng các điều kiện nhuộm phân tán.

Theo một phương án khác, sáng chế đề xuất phương pháp tái chế các loại vải được tạo ra trong tài liệu này để tạo ra các sản phẩm khác.

Các phương án khác nhau này được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

Các đặc điểm và phương án của sáng chế sẽ được mô tả dưới đây bằng hình minh họa không giới hạn sau đây.

Kỹ thuật được bộc lộ bao gồm sợi được kéo nóng chảy bao gồm thành phần polyuretan (“TPU”) nhiệt dẻo và chất liên kết ngang chức isoxyanat. thành phần TPU hữu ích trong việc tạo ra sợi được kéo nóng chảy theo sáng chế là sản phẩm phản ứng của thành phần polyol, thành phần chất kéo dài chuỗi có đầu cuối là hydroxyl, và thành phần diisoxyanat. Chất liên kết ngang chức isoxyanat là sản phẩm phản ứng của polyol với lượng isoxyanat dư thừa. Mỗi thành phần này sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Như được sử dụng trong tài liệu này, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) được đo bằng phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng các tiêu chuẩn polystyren và khối lượng phân tử trung bình số (M_n) được đo bằng phân tích nhóm cuối.

Thành phần polyuretan nhiệt dẻo

Các thành phần TPU hữu ích trong việc tạo ra sợi được kéo nóng chảy theo sáng chế bao gồm thành phần polyol, thành phần này cũng có thể được mô tả là chất trung gian có đầu cuối hydroxyl. Theo sáng chế, thành phần polyol bao gồm hoặc gồm có một diol đồng trùng hợp có nguồn gốc từ monome caprolacton và một polyete chất trung gian chức hydroxyl.

Các monome caprolacton hữu ích trong việc tạo ra polyol đồng trùng hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm ϵ -caprolacton và 2-oxepanon. Theo một phương án, monome caprolacton được phản ứng với polyete diol để tạo thành diol đồng trùng hợp. Theo một phương án khác, ϵ -caprolacton có thể được phản ứng với một chất khởi đầu hai chức khác như dietylen glycol, 1,4-butandiol, neopentyl glycol hoặc chất bất kỳ trong số các glycol và/hoặc diol mà những người có kỹ năng trong ngành đã biết đến.

Theo một phương án, trong đó ϵ -caprolacton được cho phản ứng với chất trung gian polyete polyol, các chất trung gian polyete chức hydroxyl thích hợp bao gồm polyete polyol thu được từ diol hoặc polyol có tổng số từ 2 đến 15 nguyên tử cacbon, trong một số phương án là alkyl diol hoặc glycol được phản ứng với ete bao gồm một alkylen oxit có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon, điển hình là etylen oxit hoặc propylen oxit hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ, polyete chức hydroxyl có thể được tạo ra bằng cách đầu tiên cho propylen glycol phản ứng với propylen oxit, sau đó là phản ứng tiếp với etylen oxit. Các nhóm hydroxyl bậc một tạo ra từ etylen oxit có tính phản ứng mạnh hơn các nhóm hydroxyl bậc hai và do đó có thể được ưu tiên hơn. Các polyol polyete thương mại hữu ích bao gồm poly(etylen glycol) bao gồm etylen oxit phản ứng với etylen glycol, poly(propylen glycol) bao gồm propylen oxit phản ứng với propylen glycol, poly(tetrametylen ete glycol) bao gồm nước phản ứng với tetrahydrofuran cũng có thể được mô tả là tetrahydrofuran trùng hợp và thường được gọi là PTMEG. Theo một số phương án, chất trung gian polyete chức hydroxyl được sử dụng trong sáng chế bao gồm hoặc gồm có PTMEG.

Theo một phương án, thành phần polyol bao gồm hoặc gồm có diol đồng trùng hợp là sản phẩm phản ứng của monome caprolacton và poly(tetrametylen ete glycol). Theo một phương án khác, thành phần polyol bao gồm hoặc gồm có sản phẩm phản ứng có lượng khoảng 50% khối lượng monome ϵ -caprolacton và khoảng 50% khối lượng poly(tetrametylen ete glycol).

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp phản ứng để tạo thành thành phần TPU được sử dụng trong tài liệu này bao gồm khoảng 50% khối lượng đến 80% khối lượng là thành phần polyol, ví dụ, khoảng 60% khối lượng đến 75% khối lượng, hoặc thậm chí khoảng 65% khối lượng đến khoảng 70% khối lượng.

Thành phần kéo dài chuỗi

Các thành phần TPU được mô tả trong tài liệu này được tạo ra bằng cách sử dụng thành phần kéo dài chuỗi. Các chất kéo dài chuỗi thích hợp bao gồm diol, diamine, và tổ hợp của chúng.

Các chất kéo dài chuỗi thích hợp bao gồm các hợp chất polyhydroxy tương đối nhỏ, ví dụ như glycol béo thấp hơn hoặc chuỗi ngắn có từ 2 đến 20, hoặc 2 đến 12, hoặc 2 đến 10 nguyên tử cacbon. Các ví dụ thích hợp bao gồm etylen glycol, dietylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, 1,4-butandiol (BDO), 1,6-hexandiol (HDO), 1,3-butandiol, 1,5-pentandiol, neopentylglycol, 1,4 -xyclohexandimetanol (CHDM), 2,2-bis[4-(2-hydroxyetoxy) phenyl]propan (HEPP), 1,4-bis(β -hydroxyetoxy)benzen (HQEE), hexametylendiol, heptandiol, nonandiol, dodecandiol, 3 -metyl-1,5-pentandiol, etylendiamin, butandiamin, hexametylendiamin, và hydroxyetyl resorxinol

(HER), và các loại tương tự, cũng như hỗn hợp của chúng. Theo một phương án, chất kéo dài chuỗi bao gồm hoặc gồm có 1,4-bis(β -hydroxyetoxy)benzen (HQEE).

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp phản ứng để tạo thành thành phần TPU được sử dụng trong tài liệu này bao gồm khoảng 5% khối lượng đến 25% khối lượng là thành phần chất kéo dài chuỗi, ví dụ, khoảng 5% khối lượng đến khoảng 15% khối lượng, hoặc thậm chí khoảng 8% đến khoảng 10% khối lượng.

Thành phần isoxyanat

TPU theo sáng chế được tạo ra bằng cách sử dụng thành phần isoxyanat. Thành phần isoxyanat có thể bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat, hoặc cụ thể hơn là một hoặc nhiều diisoxyanat. Polyisoxyanat thích hợp bao gồm diisoxyanat thơm, diisoxyanat béo, hoặc tổ hợp của chúng. Theo một số phương án, thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều diisoxyanat thơm. Theo một số phương án, thành phần polyisoxyanat về cơ bản không chứa, hoặc thậm chí hoàn toàn không chứa, diisoxyanat béo. Theo các phương án khác, thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều diisoxyanat béo. Theo một số phương án, thành phần polyisoxyanat về cơ bản không chứa, hoặc thậm chí hoàn toàn không chứa, diisoxyanat thơm. Theo một số phương án, hỗn hợp của diisoxyanat béo và thơm có thể hữu ích.

Ví dụ về polyisoxyanat hữu ích bao gồm các diisoxyanat thơm như 4,4'-metylenbis(phenyl isoxyanat) (MDI), 3,3'-dimetyl-4,4'-biphenylen diisoxyanat (TODI), 1,5-naphtalen diisoxyanat (NDI), m-xylen diisoxyanat (XDI), phenylen-1,4-diisoxyanat, naphtalen-1,5-diisoxyanat và toluen diisoxyanat (TDI); cũng như các diisoxyanat béo như 1,6-hexametylen diisoxyanat (HDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), 1,4-xyclohexyl diisoxyanat (CHDI), decan-1,10-diisoxyanat, lysin diisoxyanat (LDI), 1,4 -butan diisoxyanat (BDI), isophoron diisoxyanat (PDI) và dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat (H12MDI). Chất đồng phân của các diisoxyanat này cũng có thể hữu ích. Có thể sử dụng hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyisoxyanat. Theo một số phương án, thành phần isoxyanat bao gồm hoặc gồm có diisoxyanat thơm. Theo một số phương án, thành phần isoxyanat bao gồm hoặc gồm có MDI.

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp phản ứng để tạo thành thành phần TPU được sử dụng trong tài liệu này bao gồm khoảng 15% khối lượng đến 30% khối

lượng là thành phần isoxyanat, ví dụ, khoảng 15% khối lượng đến 25% khối lượng, hoặc thậm chí khoảng 18% khối lượng đến khoảng 20% khối lượng.

Tùy ý, một hoặc nhiều chất xúc tác trùng hợp có thể có mặt trong phản ứng trùng hợp của TPU. Nói chung, bất kỳ chất xúc tác thông thường nào cũng có thể được sử dụng để phản ứng diisoxyanat với các chất trung gian polyol hoặc chất kéo dài chuỗi. Ví dụ về chất xúc tác thích hợp đặc biệt làm tăng tốc độ phản ứng giữa các nhóm NCO của diisoxyanat và các nhóm hydroxy của polyol và chất kéo dài chuỗi là các amin bậc ba thông thường đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây, ví dụ triethylamin, dimethylxyclohexylamin, N-metylmorpholin, N,N'-dimethylpiperazin, 2-(dimethylaminoethoxy)etanol, diazabicyclo[2.2.2]octan và tương tự, cũng như trong các hợp chất kim loại hữu cơ cụ thể, như este titan, hợp chất sắt, ví dụ sắt acetylacetonate, hợp chất thiếc, ví dụ điaxetat thiếc, octoat thiếc, dilaurate thiếc, các hợp chất bismut, ví dụ bismut trineodecanoat, hoặc muối dialkyltin của axit cacboxylic béo, ví dụ dibutyltin điaxetat, dibutyltin dilaurate, hoặc tương tự. Lượng chất xúc tác thường được sử dụng là từ 0,001 đến 0,1 phần khối lượng trên mỗi 100 phần khối lượng của thành phần polyol. Theo một số phương án, phản ứng tạo thành TPU theo sáng chế gần như không chứa hoặc hoàn toàn không chứa chất xúc tác.

Các thành phần TPU được sử dụng theo sáng chế này có thể được tạo ra thông qua quy trình "một lần" trong đó tất cả các thành phần được thêm vào với nhau đồng thời hoặc gần như đồng thời với máy đùn được gia nhiệt và phản ứng để tạo thành TPU. Tỷ lệ đương lượng của diisoxyanat so với tổng đương lượng của chất trung gian có đầu cuối là hydroxyl và chất kéo dài chuỗi thường nằm trong khoảng từ 0,95 đến 1,10, ví dụ, khoảng 0,97 đến khoảng 1,03, hoặc thậm chí khoảng 0,98 đến khoảng 1,0. Theo một phương án, tỷ lệ đương lượng có thể nhỏ hơn 1,0 sao cho TPU có các nhóm hydroxyl đầu cuối để tăng cường phản ứng với chất liên kết ngang trong quá trình kéo sợi. Khối lượng phân tử trung bình khối (MW) của TPU thường nằm trong khoảng từ khoảng 25.000 đến khoảng 300.000, ví dụ từ khoảng 50.000 đến khoảng 200.000, thậm chí là, ví dụ như khoảng 75.000 đến khoảng 150.000.

Theo một phương án khác, TPU có thể được điều chế bằng quy trình pre-polyme. Trong quy trình pre-polyme, chất trung gian có đầu cuối là hydroxyl thường được phản ứng với lượng dư tương đương của một hoặc nhiều diisoxyanat để tạo thành dung dịch pre-polyme có isoxyanat tự do hoặc không phản ứng trong đó. Sau đó, chất kéo dài

chuỗi, như được mô tả trong tài liệu này, được thêm vào với lượng tương đương thường bằng với các nhóm có đầu là isoxyanat cũng như với bất kỳ hợp chất diisoxyanat tự do hoặc không phản ứng nào. Do đó, tỷ lệ đương lượng tổng thể của tổng diisoxyanat so với tổng đương lượng của chất trung gian có đầu cuối là hydroxyl và chất kéo dài chuỗi là từ khoảng 0,95 đến khoảng 1,10, ví dụ khoảng 0,97 đến khoảng 1,03, hoặc thậm chí khoảng 0,98 đến khoảng 1,0. Theo một phương án, tỷ lệ đương lượng có thể nhỏ hơn 1,0 sao cho TPU có các nhóm hydroxyl đầu cuối để tăng cường phản ứng với chất liên kết ngang trong quá trình kéo sợi. Thông thường, quy trình điều chế polyme có thể được thực hiện trong bất kỳ thiết bị thông thường nào, chẳng hạn như máy đùn.

Các thành phần phụ gia tùy chọn có thể có mặt trong phản ứng trùng hợp, và/hoặc được tích hợp vào chất đàn hồi TPU được mô tả ở trên để cải thiện quá trình xử lý và các đặc tính khác. Các chất phụ gia này bao gồm nhưng không giới hạn ở chất chống oxy hóa, phosphit hữu cơ, phosphin và phosphonit, amin không tự do, amin hữu cơ, hợp chất lưu huỳnh hữu cơ, lacton và hợp chất hydroxylamin, chất diệt khuẩn, chất diệt nấm, chất chống vi trùng, chất tương hợp, chất phụ gia chống tĩnh điện hoặc phân tán điện, chất độn và chất gia cố, như titan đioxit, nhôm oxit, đất sét và muối than, chất làm chậm cháy, như phosphat, vật liệu halogen hóa, và muối kim loại của alkyl benzensulfonat, chất làm tăng sức bền va, như metacrylat-butadien-styren ("MBS") và metylmetacrylat butylacrylat ("MBA"), chất chống nấm mốc như sáp, chất béo và dầu, chất màu và chất tạo màu, chất dẻo hóa, polyme, chất điều chỉnh lưu biến như monoamin, sáp polyamit, silicon và polysiloxan, phụ gia trượt, như sáp parafin, hydrocarbon polyolefin và/hoặc polyolefin flo hóa, và chất ổn định tia cực tím, có thể thuộc loại chất ổn định quang gốc amin không tự do (HALS) và/hoặc loại chất hấp thụ ánh sáng tia cực tím (UVA). Các phụ gia khác có thể được sử dụng để nâng cao hiệu suất của sản phẩm được trộn hoặc thành phần TPU. Tất cả các phụ gia được mô tả ở trên có thể được sử dụng với lượng hiệu quả như thông thường đối với các chất này.

Các phụ gia bổ sung này có thể được kết hợp vào các thành phần của, hoặc vào hỗn hợp phản ứng để điều chế nhựa TPU, hoặc sau khi tạo ra nhựa TPU. Trong một quy trình khác, tất cả các vật liệu có thể được trộn với nhựa TPU rồi nấu chảy hoặc chúng có thể được kết hợp trực tiếp vào nhựa TPU nóng chảy.

Chất liên kết ngang chức isoxyanat

Thành phần TPU được mô tả ở trên được kết hợp với chất liên kết ngang chức isoxyanat. Chất liên kết ngang là sản phẩm phản ứng của polyol có đầu cuối là hydroxyl được chọn từ polyete, polyeste, polycaprolacton, polycarbonat và hỗn hợp của chúng, với lượng dư diisoxyanat. Theo một phương án, polyol có đầu cuối là hydroxyl được sử dụng trong chất liên kết ngang là polyete polyol. Ví dụ, polyete có một đầu là hydroxyl có thể bao gồm hoặc gồm có poly(tetrametylen ete glycol). Theo một phương án khác, polyol có đầu cuối hydroxyl được sử dụng trong chất liên kết ngang là polyeste. Ví dụ, polyeste có đầu cuối hydroxyl có thể bao gồm hoặc gồm có neopentyl glycol adipat. Theo một phương án, thành phần polyisoxyanat là diisoxyanat thơm, ví dụ, MDI. Theo một phương án khác, thành phần polyisoxyanat là diisoxyanat béo, ví dụ H12MDI. Chất liên kết ngang chức isoxyanat lớn hơn 1,0, ví dụ, từ khoảng 1,5 đến 2,5, hơn nữa là, ví dụ khoảng 1,8 đến 2,2. Chất liên kết ngang chức isoxyanat có thể được điều chế bằng cách sử dụng quy trình prepolymer như được mô tả trong tài liệu này trong đó chất trung gian có đầu cuối hydroxyl được phản ứng với lượng dư tương đương của một hoặc nhiều diisoxyanat để tạo thành dung dịch pre-polymer có isoxyanat tự do hoặc không phản ứng.

Phần trăm khối lượng của chất liên kết ngang được sử dụng với polymer TPU là từ khoảng 5,0% theo khối lượng đến khoảng 20% theo khối lượng, ví dụ, khoảng 8,0% khối lượng đến khoảng 15% khối lượng. Phần trăm chất liên kết ngang được sử dụng là phần trăm khối lượng dựa trên tổng khối lượng của TPU và chất liên kết ngang.

Sợi polyuretan nhiệt dẻo

Sợi TPU được kéo nóng chảy được tạo ra bằng cách nấu chảy thành phần TPU trong máy đùn và thêm chất liên kết ngang vào TPU nóng chảy. TPU nóng chảy với chất liên kết ngang được đưa vào ống định hình. Khối nóng chảy chảy ra khỏi ống định hình để tạo thành các sợi và các sợi này được làm mát và cuốn vào suốt chỉ. Quy trình này bao gồm các bước sau: (1) bước điều chế thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng là sản phẩm phản ứng của (a) thành phần polyol, trong đó thành phần polyol này bao gồm hoặc gồm có diol đồng trùng hợp có nguồn gốc từ monome caprolacton và poly(tetrametylen ete glycol), (b) thành phần chất nối dài chuỗi bao gồm hoặc gồm có 1,4-bis(β -hydroxyetoxy)benzen; và (c) diisoxyanat; (2) bước làm khô thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng; (3) bước nấu chảy thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng trong máy đùn; (4) bước thêm prepolymer chức isoxyanat vào máy đùn; (5) bước

trộn thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng và prepolymer chức isoxyanat trong máy đun để tạo thành polymer polyuretan nhiệt dẻo đã được liên kết ngang; (6) bước nạp polymer polyuretan nhiệt dẻo đã được liên kết ngang vào ít nhất một ống định hình để tạo ra sợi được kéo nóng chảy; (7) bước làm nguội sợi nóng chảy; và (8. bước quấn sợi được kéo nóng chảy lên trên lõi suốt chỉ. Các bước của quy trình này sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Quy trình kéo sợi nóng chảy bắt đầu bằng bước nạp polymer TPU đã tạo hình sẵn vào máy đun. TPU được nấu chảy trong máy đun và chất liên kết ngang được thêm liên tục xuôi dòng gần điểm mà TPU nóng chảy ra khỏi máy đun hoặc sau khi TPU nóng chảy ra khỏi máy đun. Nếu chất liên kết ngang được thêm vào sau khi phần nóng chảy chảy ra khỏi máy đun, thì chất liên kết ngang cần được trộn với TPU nóng chảy bằng cách sử dụng máy trộn tĩnh hoặc động để đảm bảo kết hợp đúng cách chất liên kết ngang vào polymer TPU nóng chảy. Sau khi ra khỏi máy đun và máy trộn, polymer TPU nóng chảy với chất liên kết ngang sẽ chảy vào một ống góp. Ống góp này chia dòng nóng chảy thành các dòng khác nhau, trong đó mỗi dòng được cấp cho nhiều ống định hình. Thông thường, có một máy bơm khối nóng chảy cho mỗi dòng khác nhau chảy từ ống góp, với mỗi máy bơm khối nóng chảy cung cấp một số ống định hình. Ống định hình sẽ có một lỗ nhỏ qua đó khối nóng chảy được ép và thoát ra khỏi ống định hình ở dạng sợi. Kích thước của lỗ trong ống định hình sẽ phụ thuộc vào kích thước mong muốn (denier) của sợi. Sợi được kéo hoặc giãn dài khi nó rời khỏi máy kéo sợi và được làm mát trước khi quấn vào suốt chỉ. Sợi được giãn dài bằng cách quấn các suốt chỉ ở tốc độ cao hơn so với tốc độ của sợi ra khỏi ống định hình. Đối với các sợi TPU được kéo nóng chảy, các suốt chỉ thường được quấn ở tốc độ lớn hơn tốc độ của sợi hiện có trong ống định hình, ví dụ, theo một số phương án, bằng 4 đến 8 lần tốc độ của sợi ra khỏi ống định hình, nhưng có thể được quấn chậm hơn hoặc nhanh hơn tùy thuộc vào thiết bị cụ thể. Tốc độ cuộn suốt chỉ điển hình có thể thay đổi từ 100 đến 3000 mét trên phút, nhưng tốc độ thông thường hơn là từ 300 đến 1200 mét trên phút đối với sợi được kéo nóng chảy TPU. Dầu hoàn thiện, như dầu silicon, thường được thêm vào bề mặt của sợi sau khi làm mát và ngay trước khi quấn vào suốt chỉ.

Một phương án quan trọng của quy trình kéo sợi nóng chảy là trộn polymer TPU nóng chảy với chất liên kết ngang. Việc trộn đồng đều đúng cách là rất quan trọng để đạt

được các đặc tính sợi đồng nhất và để đạt được thời gian chạy dài mà không bị đứt sợi. Việc trộn TPU nóng chảy và chất liên kết ngang phải là một phương pháp đạt được dòng chảy kiểu nút, tức là vào trước ra trước. Việc trộn thích hợp có thể đạt được bằng máy trộn động hoặc máy trộn tĩnh. Ví dụ, có thể sử dụng máy trộn động có vít nạp và các chốt trộn. Bằng sáng chế Hoa Kỳ 6,709,147 mô tả một máy trộn như vậy và có các chốt trộn có thể xoay.

TPU được phản ứng với chất liên kết ngang trong quá trình kéo sợi để tạo ra khối lượng phân tử trung bình khối (MW) của TPU ở dạng sợi nằm trong khoảng từ khoảng 200.000 đến khoảng 800.000, tốt hơn là từ khoảng 250.000 đến khoảng 500.000, tốt hơn nữa là từ khoảng 300.000 đến khoảng 450.000. Phản ứng trong quy trình kéo sợi giữa TPU và chất liên kết ngang tại điểm mà TPU thoát ra khỏi ống định hình phải trên 20%, tốt hơn là từ khoảng 30% đến khoảng 60%, và tốt hơn nữa là từ khoảng 40% đến khoảng 50%. Phản ứng kéo sợi nóng chảy TPU trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây giữa polyme TPU và chất liên kết ngang nhỏ hơn 20% và thường là khoảng 10-15% phản ứng. Phản ứng được xác định bởi sự biến mất của các nhóm NCO. % phản ứng cao hơn của sáng chế này giúp cải thiện độ bền nóng chảy, do đó cho phép nhiệt độ kéo sợi cao hơn giúp cải thiện khả năng kéo sợi của TPU. Các sợi thường được ủ trong lò trên suốt chỉ cho đến khi khối lượng phân tử ổn định.

Nhiệt độ kéo sợi (nhiệt độ nóng chảy của polyme trong ống định hình) phải cao hơn nhiệt độ nóng chảy của polyme, và tốt nhất là từ khoảng 10°C đến khoảng 20°C trên nhiệt độ nóng chảy của polyme. Nhiệt độ kéo sợi có thể sử dụng càng cao, thì kéo sợi càng tốt. Tuy nhiên, nếu nhiệt độ kéo sợi quá cao, polyme có thể bị phân hủy. Vì vậy, từ khoảng 10°C đến khoảng 20°C trên điểm nóng chảy của polyme TPU, là giá trị tối ưu để đạt được sự cân bằng kéo sợi tốt mà không làm giảm chất lượng polyme. Nếu nhiệt độ kéo sợi quá thấp, polyme có thể đông đặc lại trong ống định hình và gây đứt sợi. Nhiệt độ kéo sợi đối với các loại sợi được sản xuất theo sáng chế này lớn hơn 190°C và tốt nhất là từ khoảng 190°C đến khoảng 220°C, hoặc thậm chí khoảng 190°C đến khoảng 200°C.

Một phương án quan trọng của việc tạo sợi TPU nóng chảy kéo thành sợi là thời gian có thể chạy quy trình liên tục mà không dừng lại. Khi cần dừng quy trình này lại thì thường là do đứt sợi. Sự đứt sợi-xảy ra khi-áp suất tại ống định hình tăng đến mức không thể chấp nhận được. Khi áp suất đạt khoảng 140 đến 200 kg lực trên mỗi cm vuông, hiện tượng đứt sợi thường xảy ra. Sự tích tụ áp suất có thể xảy ra vì một số lý

do như trộn không đúng cách. Điều này dẫn đến sự hình thành các sản phẩm do chất liên kết ngang tự phản ứng có thể gây tắc nghẽn một phần lỗ thoát nhỏ trong ống định hình sợi. Sáng chế này cho phép thời gian chạy lâu hơn nhiều trước khi vượt quá mức tích tụ áp suất có hại dẫn đến đứt sợi.

Sợi TPU được kéo nóng chảy có thể được tạo trong nhiều denier. Thuật ngữ “denier” được định nghĩa là khối lượng tính bằng gam của 9000 mét sợi, tơ đơn, hoặc chỉ. Thuật ngữ này mô tả độ nhỏ của sợi, khối lượng trên mỗi chiều dài đơn vị của sợi, tơ đơn, hoặc chỉ và được đo theo ASTM D1577, Tùy chọn B. Sợi TPU được kéo nóng chảy điển hình được sản xuất với kích thước denier nhỏ hơn 240, điển hình hơn là từ 10 đến nhỏ hơn 240 denier, với 20 và 40 denier là kích thước phổ biến.

Sợi TPU được kéo nóng chảy trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây thường không được sử dụng kết hợp với các sợi polyeste vì nhiệt độ cao, cần thiết để nhuộm polyeste. Do không có tính phân cực và bản chất cực kỳ kết tinh của polyme polyeste và thuốc nhuộm phân tán cho sợi thường được sử dụng để nhuộm. Những sợi như vậy thường được nhuộm ở 120°C đến 135°C, ví dụ, khoảng 130°C trong 60 phút và áp suất từ 1 đến 1,5 kg/cm². Quá trình nhuộm áp suất này “mở” polyme polyeste, cho phép phân tử thuốc nhuộm thâm nhập vào trong. Khi quá trình nhuộm hoàn tất và vải được lấy ra khỏi bình nhuộm áp suất (gọi tắt là máy nhuộm), hệ thống polyme polyeste “đóng” lại, “nhốt” phân tử thuốc nhuộm phân tán ở bên trong. Sợi TPU được kéo nóng chảy trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây không thể chịu được loại nhiệt độ này trong 60 phút mà không làm mất đi các đặc tính vật lý của chúng như độ bền và phần trăm biến dạng dư, cả hai đều được đo theo ASTM D2731. Ngoài ra, sợi TPU được kéo nóng chảy trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây cũng có xu hướng kết hợp với các sợi lân cận khi tiếp xúc với nhiệt độ và áp suất cao nói trên, điều này gây bất lợi cho các đặc tính co giãn của vải.

Khả năng chịu nhiệt cao của sợi TPU được kéo nóng chảy theo sáng chế này có thể chịu được quy trình nhuộm đối với sợi polyeste, trong khi vẫn giữ đủ các đặc tính vật lý để duy trì tính đàn hồi.

Một đặc điểm khác của sợi TPU được kéo nóng chảy có khả năng chịu nhiệt cao theo sáng chế này là khả năng hút thuốc nhuộm phân tán. Quá trình nhuộm phân tán liên

quan đến việc tiếp xúc với nhiệt độ khoảng 130°C trong khoảng 60 phút (điều kiện nhuộm đối với sợi polyeste). Nhiều sợi TPU không thể hiện khả năng hút thuốc nhuộm, độ bền màu (sau khi giặt) và khả năng chống thuốc tẩy sau khi tiếp xúc với các nhiệt độ này.

Sợi được kéo nóng chảy được sản xuất theo sáng chế này có các đặc tính vật lý độ dẻo mà các sợi TPU trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây không thể hiện được. Đầu tiên, sợi thể hiện đặc tính đàn hồi khác biệt. Ví dụ, các sợi được làm theo sáng chế biểu hiện độ trễ sau chu kỳ tải thứ 5 và chu kỳ không tải nhỏ hơn 30% hoặc thậm chí nhỏ hơn 20% ở độ giãn dài 100%; dưới 30% hoặc thậm chí dưới 18% ở độ giãn dài 150%; và dưới 30% hoặc thậm chí dưới 18% ở độ giãn dài 200%. Thuật ngữ “độ trễ” được định nghĩa là hiệu ứng vật lý còn lại sau khi loại bỏ tác nhân kích thích bên ngoài, trong sợi, nó được quan sát là sự thay đổi kích thước sau khi kéo giãn và phục hồi. Được biểu thị bằng phần trăm độ trễ ở độ giãn dài (hoặc biến dạng) tương ứng. Độ trễ được đo theo ASTM D2731. Tính toán độ trễ có thể được thực hiện bằng cách sử dụng thông tin và phương trình sau:

Môđun ở độ giãn dài 100% trong chu kỳ tải = m1

Môđun ở độ giãn dài 100% trong chu kỳ không tải = m2

% Độ trễ ở độ giãn dài 100% = $(m1-m2)/m1 \times 100$. Độ trễ có thể được tính toán tương tự ở độ giãn dài 150% và 200%.

Sợi TPU được kéo nóng chảy được sản xuất theo sáng chế này cũng có độ giãn dài giới hạn ít nhất là 300%, ví dụ 300% đến 650% khi đo bằng ASTM D2731. Thông thường, các vật liệu đàn hồi được đặc trưng bởi khả năng co giãn và đàn hồi: khi giải phóng ngoại lực, các vật liệu này gần như hoàn toàn trở lại kích thước ban đầu. Đối với vật liệu đàn hồi lý tưởng, trên đồ thị ứng suất-biến dạng chỉ có một đường cong vẽ các chu kỳ tải và không tải. Tuy nhiên, đối với hầu hết các vật liệu, do mất năng lượng (dưới dạng nhiệt), hầu hết các vật liệu hiển thị các đường cong tải và không tải khác nhau, còn được gọi là “độ trễ”. Giá trị % độ trễ thấp hơn ngụ ý độ đàn hồi vượt trội. Sử dụng sợi đàn hồi có % độ trễ rất thấp có thể được sử dụng để tạo ra được các loại vải ít bị biến dạng hơn trong ngành may mặc.

Ngoài ra, các sợi TPU được kéo nóng chảy được sản xuất theo sáng chế này cũng có thể có nhiệt độ nóng chảy 140° - 170°C, ví dụ, 150°C đến 170°C. ví dụ thêm là,

khoảng 155°C đến 166°C, được đo theo ASTM D3418 và môđun đàn hồi từ 3,5E+05 đến 12E+05 Pa, ở 130°C được đo bằng trên mỗi DMA (Phân tích cơ học động). Các phép đo DMA được thực hiện bằng cách sử dụng cấu hình tấm song song từ -100°C đến 250°C với tốc độ gia nhiệt 2°C/phút ở độ biến dạng 0,1% sử dụng tần số 1 Hz.

Vải

Các sợi TPU theo sáng chế có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp với các sợi tự nhiên hoặc sợi tổng hợp khác bằng cách đan hoặc dệt sợi để tạo ra các loại vải có thể được sử dụng trong nhiều loại sản phẩm. Người ta mong muốn nhuộm những loại vải như vậy với nhiều màu sắc khác nhau.

Theo một phương án, sợi TPU được kéo nóng chảy theo sáng chế có thể được dệt để tạo ra vải. Theo một phương án khác, sợi TPU được kéo nóng chảy theo sáng chế có thể được kết hợp với một hoặc nhiều sợi TPU khác để tạo thành vải. Theo một phương án khác nữa, sợi TPU được kéo nóng chảy theo sáng chế này có thể được kết hợp với các loại sợi khác, như bông, nylon hoặc polyester để tạo ra các sản phẩm sử dụng cuối cùng khác nhau, bao gồm quần áo may mặc.

Ví dụ, vải theo sáng chế này có thể kết hợp sợi TPU được kéo nóng chảy theo sáng chế với sợi ít đàn hồi hơn sợi TPU theo sáng chế, còn được gọi trong tài liệu này là một "sợi cứng." Sợi cứng có thể bao gồm, ví dụ, polyester, nylon, bông, len, acrylic, polypropylen hoặc viscose-rayon. Các sợi cứng này cũng có thể bao gồm, ví dụ, các sợi TPU khác (không thuộc sáng chế) ít đàn hồi hơn các sợi TPU theo sáng chế. Theo một phương án, sợi cứng có độ giãn dài giới hạn từ 10% - 200%, ví dụ, 10% đến 75%, hoặc 10% đến 60%, hoặc thậm chí 10% đến 50%, hoặc thậm chí 10% đến 30% và sợi TPU được kéo nóng chảy theo sáng chế này có độ giãn dài giới hạn ít nhất 300%, ví dụ độ giãn dài giới hạn 300% đến 650%. Mỗi thành phần sợi có thể được bao gồm với lượng từ 1-99% khối lượng trong cấu tạo. % khối lượng của các sợi TPU được kéo nóng chảy trong ứng dụng sử dụng cuối cùng có thể khác nhau tùy thuộc vào độ đàn hồi mong muốn. Ví dụ, vải dệt thoi có từ 1-8% khối lượng, đồ lót từ 2-5% khối lượng, đồ tắm và đồ thể thao từ 8-30% khối lượng, đồ nịt của phụ nữ từ 10-45% khối lượng, và ống té từ 35-60% khối lượng là sợi TPU nóng chảy với lượng còn lại là sợi cứng, không đàn hồi. Các loại vải được làm bằng hai vật liệu sợi này có thể được tạo ra bằng nhiều quy trình khác nhau bao gồm nhưng không giới hạn ở dệt kim

tròn, dệt kim dọc, dệt thoi, bện, sản phẩm không dệt hoặc kết hợp của chúng. Theo một phương án, vải làm từ các loại sợi theo sáng chế này sẽ có độ giãn dài hơn 100% được đo theo ASTM D4964. Các sợi này có thể được nhuộm ở nhiệt độ cao ít nhất là 130°C.

Vải tái chế

Sáng chế hiện tại cũng bao gồm các phương pháp sản xuất các sản phẩm thông qua việc tái chế các loại vải được bộc lộ trong tài liệu này. Theo phương pháp này, các loại vải nhuộm phân tán được làm từ sợi polyuretan nhiệt dẻo được mô tả trong tài liệu này có thể được cắt nhỏ và sau đó được xử lý nhiệt để tạo thành hạt. Những người có kỹ năng trong ngành sẽ hiểu rõ quy trình xử lý nhiệt để tạo thành hạt này. Sau đó, các hạt có thể được nấu chảy và cắt hạt trong máy đùn để tạo thành sản phẩm như được hiểu nói chung trong ngành.

Các loại vải có thể được tái chế theo sáng chế bao gồm các loại vải được làm từ sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy được tạo ra trong tài liệu này. Các loại vải này cũng có thể bao gồm các loại sợi khác, kể cả sợi polyeste, nylon, acrylic, polypropylen, hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một phương án, vải này sẽ chứa tới 70% sợi polyeste ngoài sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy.

Theo một phương án khác, vật liệu polyme thứ hai có thể được thêm vào máy đùn cùng với các hạt được làm từ vải tái chế. Ví dụ về polyme thứ hai có thể được sử dụng bao gồm polyeste hoặc polyuretan nhiệt dẻo khác, hoặc hỗn hợp của chúng.

Trong đơn xin cấp bằng sáng chế này và trong các ví dụ sau đây, các đặc tính sau đây được tham chiếu cùng với các phương pháp để đo các đặc tính đó:

- Denier là phép đo độ nhỏ của sợi và được đo theo ASTM D1577, Tùy chọn B;
- Độ bền của các sợi đàn hồi có độ bền kéo được chuẩn hóa bằng denier cũng được đo và báo cáo theo ASTM D2731;
- Độ giãn dài giới hạn của sợi đàn hồi là độ giãn dài khi đứt cũng được đo và báo cáo theo ASTM D2731;

- Độ trễ như được xác định và tính toán như đã đề cập trước đây trong tài liệu này với độ giãn dài tương ứng và được báo cáo theo ASTM D2731 đối với sợi đàn hồi;
- Đối với các loại sợi cứng như polyeste không co giãn, độ bền và độ giãn dài được đo và sử dụng tiêu chuẩn ASTM D2256;
- Hàm lượng của các thành phần riêng lẻ trong vải được đo theo ASTM D629
- Mức độ co giãn của vải và mô đun vải được đo theo ASTM D4964.
- Giặt vải được thực hiện theo Phương pháp thử nghiệm 135 của Hiệp hội các nhà hóa học và tạo màu dệt may Hoa Kỳ (“AATCC”)

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được hiểu rõ hơn bằng cách tham khảo các ví dụ sau.

Ví dụ

Bảng 1 liệt kê các thành phần TPU được điều chế để tạo ra sợi theo sáng chế này. Phân đoạn cứng TPU là tổng lượng tính theo khối lượng của isoxyanat và chất kéo dài chuỗi trong thành phần TPU.

Bảng 1

Ví dụ	Polyol	Isoxyanat	Chất kéo dài chuỗi	Phân đoạn cứng (%)	TPU MW (Dalton)
A	Chất đồng trùng hợp gồm 50% khối lượng 1000Mn PTMEG và 50% khối lượng 1000Mn ϵ -caprolacton	MDI	HQEE	27	125.000
B	3000 Mn ϵ -Caprolacton	MDI	95% khối lượng HQEE/5% theo khối lượng DPG	31	130.000

C	Hỗn hợp gồm 85% 2000Mn PTMEG và 15% 1000Mn PTMEG	MDI	80% khối lượng HQEE/20% khối lượng HER	29	150.000
D	2000 Mn PTMEG	MDI	HQEE	24	450.000
Ví dụ	Hỗn hợp TPU				
E	Hỗn hợp vật lý gồm 50% Vd. B + 50% Vd. D				
F	Hỗn hợp vật lý gồm 25% Vd. B + 75% Vd. D				
G	Hỗn hợp vật lý gồm 75% Vd. B + 25% Vd. D				

Các polyme TPU của các Ví dụ từ A-G đã được làm khô trước trong thiết bị sấy khối chân không ở 80°C trong 12 giờ. Sau khi làm khô polyme TPU được nấu tan chảy trong máy đùn trục vít đơn 1,25 inch với tỷ lệ L/D là 24. Máy đùn có bốn vùng gia nhiệt được duy trì trong khoảng 180°C đến 225°C xuyên suốt quá trình. Khi ra khỏi máy đùn, khối nóng chảy polyme TPU được trộn với 10% khối lượng chất liên kết ngang prepolymer (90% khối lượng polyme TPU nóng chảy/10% khối lượng chất liên kết ngang). Các kết hợp TPU và liên kết ngang được tóm tắt trong Bảng 2.

Bảng 2

Ví dụ về sợi	Ví dụ về TPU	Liên kết ngang
1	A	Prepolymer PTMEG+MDI, isoxyanat có sẵn 6,6%
2	B	Prepolymer PTMEG+MDI, isoxyanat có sẵn 6,6%

3	C	Prepolyme PTMEG+MDI, isoxyanat có sẵn 6,6%
4	D	Adipat NPG+ Prepolyme MDI, isoxyanat có sẵn 6,6%
5	E	Prepolyme PTMEG+MDI, isoxyanat có sẵn 6,6%
6	F	Prepolyme PTMEG+MDI, isoxyanat có sẵn 6,6%
7	G	Prepolyme PTMEG+MDI, isoxyanat có sẵn 6,6%
8	A	PTMEG_H12MDI, isoxyanat có sẵn 6,3%
9	A	Adipat NPG(90%)+HDO(10%) + H12MDI, isoxyanat có sẵn 6,4%

Chất liên kết ngang được trộn với polyme TPU nóng chảy trong máy trộn động và sau đó được bơm qua một ống góp tới các ống định hình. Mỗi ống định hình có kích thước lỗ 0,65 mm. Dòng polyme thoát ra từ ống định hình được làm mát bằng không khí, bôi dầu hoàn thiện silicon, và sợi hình thành được quấn vào suốt chỉ. Sợi trên suốt chỉ được ủ ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ trước khi kiểm tra đặc tính vật lý của sợi. Bảng 3 tổng hợp các đặc tính chính của các sợi này.

Bảng 3

			Độ trễ (%)						
Ví dụ	Tải phá hỏng	Độ giãn dài giới hạn	Chu kỳ thứ 1 tại các độ giãn dài			Chu kỳ thứ 5 tại các độ giãn dài			% Biến dạng dư
	gf/d	%	100%	150%	200%	100%	150%	200%	
1	1,62	530	83	81	79	20	18	22	21

2	1,65	494	93	91	93	65	60	55	44
3	1,49	508	86	89	89	27	39	35	28
4	1,33	544	84	86	85	23	32	38	
5	1,38	451	89	90	91	30	37	41	29
6	1,32	522	81	83	82	26	35	37	27
7	Không thể quay								Không có giá trị

8	1,27	591	85	84	82	27	23	27	23
9	1,37	582	77	76	72	21	18	21	21

Sợi trong Ví dụ 1 được sử dụng để sản xuất vải dệt kim jersey đơn trên máy dệt kim tròn Vanguard. Sợi polyeste kết cấu nhiều sợi 70D (68 sợi) được kết hợp (dưới dạng sợi cứng) với các ví dụ trong Bảng 3. Lực căng đan trên máy được điều chỉnh để đan một tỷ lệ cân bằng trong toàn bộ vải chứa 25% sợi đàn hồi trong Bảng 3 và 75% sợi polyeste (Điều này đã được xác nhận bằng cách tách cơ học sợi đàn hồi và sợi cứng theo khối lượng trong một mẫu vải theo ASTM D629-15). Sợi trong Ví dụ 1 từ Bảng 2 đã chuyển đổi thành công thành vải. Sợi trong Ví dụ 2-7 quá dính và liên tục bị đứt trong quá trình dệt kim và không thể chuyển đổi thành vải.

Vải dệt kim sử dụng sợi trong Ví dụ 1 được nhuộm như mô tả dưới đây

Các dung dịch khử keo tơ, nhuộm và giặt khử: 1000 ml dung dịch khử keo tơ chứa 2 gam Na_2CO_3 , 6 gam NaOH , với nước khử ion cân bằng. 1000 ml dung dịch nhuộm chứa 2 gam Foron Navy S-2GRL 200 của Archroma US, 6 gam Na_2CO_3 , với nước khử ion cân

bằng. Độ pH của nước thuốc nhuộm được điều chỉnh đến 4,5 bằng cách sử dụng axit axetic. 1000 ml dung dịch giặt khử chứa 6 gam NaOH với nước khử ion cân bằng.

Một mảnh vải dài 10 mét và nặng 1 kg được đặt vào máy nhuộm Thies miniMaster®. Máy nhuộm này được lập trình các chu trình nhiệt độ khử keo tơ, nhuộm và giặt khử.

Khử keo tơ được thực hiện bằng cách sử dụng một lít Dung dịch khử keo tơ đã chuẩn bị ở trên ở 65°C trong 30 phút sau đó rửa sạch bằng nước máy ấm. Sau đó bình nhuộm được đổ đầy một lít dung dịch thuốc nhuộm. Quy trình nhuộm được bắt đầu ở 50°C, nhiệt độ bể sau đó được tăng lên từ từ với tốc độ 2°C/phút đến 130°C và giữ ở nhiệt độ đó trong 60 phút. Sau đó hạ nhiệt độ xuống 80°C, và sau đó Dung dịch thuốc nhuộm được rút ra khỏi bình nhuộm, sau đó là hai chu kỳ rửa bằng nước máy.

Sau khi rửa sạch, một lít dung dịch giặt khử đã chuẩn bị ở trên được đưa vào bình nhuộm ở 75°-80°C trong 30 phút. Sau đó, các mẫu vải được xả sạch bằng nước máy ấm cho đến khi không còn vết thuốc nhuộm chảy ra. Cuối cùng, vải được ngâm trong 30 giây trong dung dịch trung hòa axit axetic 1%.

Các mẫu vải ướt được sấy khô trong không khí qua đêm. Sau khi sấy khô, vải được đặt nhiệt độ trong máy căng và vải được kéo căng trước hơn 20% so với chiều rộng ban đầu. Hai lần đi qua máy căng được thực hiện cho loại vải này.

Tiếp theo, mẫu vải được giặt bằng Phương pháp thử nghiệm 135-2018 của Hiệp hội các nhà hóa học dệt may và tạo màu Hoa Kỳ (“AATCC”). Sau khi giặt, các mẫu vải được đánh giá về đặc tính co giãn theo

Bảng 4

Ứng suất sợi (10 lb-f)*	Chiều sợi	Co giãn 50%	Co giãn 100%	Co giãn 150%	Co giãn 200%	% co giãn tại lực tối đa (10 lb)
Trước rửa	<i>Chiều dài</i>	1,3	3,3	6,4	-	175%
	<i>Chiều rộng</i>	0,8	2,0	3,6	6,7	230%

Sau 25 chu kỳ rửa	<i>Chiều dài</i>	1,3	3,2	6,0	-	181%
	<i>Chiều rộng</i>	0,9	2,3	4,1	8,0	217%

* Theo ASTM D4964 ở tải hằng là 10 lb-f trong cả chiều dọc (chiều dài sợi) và chiều ngang (chiều rộng sợi).

Các loại vải được làm bằng sợi theo sáng chế cũng có thể được tái chế. Theo một phương án, các loại vải được sản xuất theo sáng chế này được tái chế để tạo ra các sản phẩm ép đùn hoặc đúc. Do đó, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra một sản phẩm bao gồm cung cấp vải nhuộm phân tán được tạo ra theo sáng chế, cắt nhỏ loại vải này, xử lý nhiệt vải vụn này để tạo thành hạt, sau đó nấu chảy, và rồi cắt các hạt này trong máy đùn để tạo thành một sản phẩm.

Mỗi tài liệu được đề cập ở trên được kết hợp trong tài liệu này bằng viện dẫn, bao gồm bất kỳ đơn nào trước đó, cho dù có được liệt kê cụ thể ở trên hay không, mà từ đó quyền ưu tiên được yêu cầu bảo hộ. Việc đề cập đến bất kỳ tài liệu nào không phải là sự thừa nhận rằng tài liệu đó đủ điều kiện như trong lĩnh vực kỹ thuật trước đây hoặc cấu thành kiến thức chung của người có kỹ năng trong bất kỳ quyền hạn nào. Ngoại trừ trong các Ví dụ, hoặc nếu được chỉ định rõ ràng theo cách khác, tất cả các đại lượng bằng số trong phần mô tả này chỉ định lượng vật liệu, điều kiện phản ứng, khối lượng phân tử, số lượng nguyên tử cacbon, v.v. đều được hiểu là “khoảng”. Cần hiểu rằng các giới hạn về số lượng, phạm vi và tỷ lệ trên và dưới được quy định trong tài liệu này có thể được kết hợp độc lập. Tương tự như vậy, phạm vi và số lượng cho từng phần tử của sáng chế có thể được sử dụng cùng với phạm vi hoặc số lượng cho bất kỳ phần tử nào khác.

Như được sử dụng trong tài liệu này, thuật ngữ chuyển tiếp "bao gồm", đồng nghĩa với "gồm có", "có chứa" hoặc "có đặc trưng là", là bao hàm hoặc không giới hạn và không loại trừ các phần tử bổ sung, không được nêu ra hoặc các bước của phương pháp. Tuy nhiên, trong mỗi cách gọi "bao gồm" trong tài liệu này, dự định rằng thuật ngữ này cũng bao gồm, như các phương án thay thế, cụm từ "về cơ bản bao gồm" và "bao gồm", trong đó "bao gồm" loại trừ bất kỳ phần tử hoặc bước nào không được chỉ định và “về cơ bản bao gồm” cho phép bao gồm các phần tử hoặc bước bổ sung không

được nêu ra mà không ảnh hưởng đáng kể đến các đặc điểm cơ bản và mới của thành phần hoặc phương pháp đang được xem xét.

Mặc dù các phương án và chi tiết đại diện nhất định đã được thể hiện nhằm mục đích minh họa sáng chế đối tượng, nhưng những người có kỹ năng trong ngành sẽ thấy rõ rằng có thể thực hiện nhiều thay đổi và cải biến trong đó mà không tách rời phạm vi của sáng chế đối tượng. Về vấn đề này, phạm vi của sáng chế chỉ bị giới hạn bởi các yêu cầu bảo hộ sau.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp để tạo sản phẩm bao gồm các bước:
 - (1) bước cung cấp vải nhuộm phân tán chứa sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy, trong đó sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy này bao gồm sản phẩm phản ứng gồm (a) thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng bao gồm (i) thành phần polyol, trong đó thành phần polyol bao gồm chất điol đồng trùng hợp có nguồn gốc từ monome caprolacton và polyol polyete, (ii) thành phần chất kéo dài chuỗi có đầu cuối là hydroxyl, và (iii) thành phần diisoxyanat thứ nhất; và (b) chất liên kết ngang prepolymer chức isoxyanat và sợi thứ hai được chọn từ sợi polyuretan nhiệt dẻo, sợi polyester, sợi nylon, sợi acrylic, sợi polypropylen, hoặc hỗn hợp của chúng;
 - (2) bước xé nhỏ vải;
 - (3) bước xử lý nhiệt vải đã xé nhỏ để tạo thành hạt;
 - (4) bước nấu chảy và cắt các hạt này trong máy đùn để tạo thành sản phẩm.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vải bao gồm đến 99% hoặc tối đa 70% sợi polyester.
3. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 hoặc 2, trong đó chất đồng trùng hợp bao gồm sản phẩm phản ứng của caprolacton monome polyol và poly(tetrametylen ete glycol).
4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó chất đồng trùng hợp bao gồm sản phẩm phản ứng gồm 50% khối lượng là caprolacton monome polyol và 50% khối lượng là poly(tetrametylen ete glycol).
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chất đồng trùng hợp có trung bình số là khoảng 2000 Dalton.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó thành phần chất kéo dài chuỗi bao gồm 1,4-bis(β -hydroxyetoxy)benzen.

7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó thành phần chất kéo dài chuỗi còn bao gồm chất kéo dài đồng chuỗi.
8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó chất kéo dài đồng chuỗi được chọn từ etylen glycol, dietylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol, 1,3-butandiol, 1,5-pentandiol, neopentyl glycol, 1,4-xyclohexandimetanol, 2,2-bis[4-(2-hydroxyetoxy) phenyl]propan, hexametylen diol, heptandiol, nonandiol, dodecandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, etylendiamin, butandiamin, hexametylendiamin, hydroxyetyl resorxinol và hỗn hợp của chúng.
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó thành phần diisoxyanat thứ nhất bao gồm hoặc gồm có diisoxyanat thơm.
10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó thành phần diisoxyanat thứ nhất bao gồm hoặc gồm có 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat.
11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng chứa 50% đến 80% khối lượng hoặc 60% đến 80% khối lượng hoặc 70% đến 80% khối lượng là thành phần polyol.
12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng chứa 5% đến 25% khối lượng hoặc 5% đến 15% khối lượng hoặc 5% đến 10% là thành phần chất kéo dài chuỗi.
13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó thành phần polyuretan nhiệt dẻo phản ứng chứa 15% đến 30% khối lượng hoặc 15% đến 25% khối lượng, hoặc 15% đến 20% khối lượng là diisoxyanat thứ nhất.
14. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó chất liên kết ngang prepolymer chức isoxyanat bao gồm hoặc gồm có sản phẩm phản ứng của poly(tetrametylen ete glycol) và thành phần diisoxyanat thứ hai.
15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó chất liên kết ngang prepolymer chức isoxyanat bao gồm hoặc gồm có sản phẩm phản ứng của neopentyl glycol adipat và thành phần diisoxyanat thứ hai.

16. Phương pháp theo điểm 14 hoặc 15, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm diisoxyanat thơm.
17. Phương pháp theo điểm 16, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm hoặc gồm có 4,4'-metylenbis(phenyl isoxyanat).
18. Phương pháp theo điểm 14 hoặc 15, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm diisoxyanat béo.
19. Phương pháp theo điểm 18, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm hoặc gồm có đixyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat.
20. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 19, phương pháp này còn bao gồm các bước cung cấp vật liệu polyme thứ hai và bước thêm polyme thứ hai này vào máy đùn cùng với các hạt.
21. Phương pháp theo điểm 20, trong đó polyme thứ hai được chọn từ polyeste hoặc polyuretan nhiệt dẻo.
22. Phương pháp tạo ra sản phẩm bao gồm các bước:
 - (1) bước cung cấp vải nhuộm phân tán bao gồm (i) thành phần sợi thứ nhất là sợi cứng nhiệt dẻo có độ giãn dài giới hạn từ 10% đến 200% hoặc 10% đến 75% hoặc 10% đến 60% được đo theo tiêu chuẩn ASTM D2256 và (ii) thành phần sợi thứ hai bao gồm sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy có độ giãn dài giới hạn ít nhất là 300% được đo theo ASTM D2731, trong đó thành phần sợi thứ nhất và thành phần sợi thứ hai được dệt với nhau để tạo thành vải và trong đó vải này được nhuộm ở nhiệt độ ít nhất là 130°C;
 - (2) bước xé nhỏ vải;
 - (3) bước xử lý nhiệt vải đã xé nhỏ để tạo thành hạt; và
 - (4) bước nấu chảy và cắt các hạt này trong máy đùn để tạo thành sản phẩm.
23. Phương pháp theo điểm 22, trong đó sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy thể hiện độ trễ sau chu kỳ tải thứ 5 và chu kỳ không tải
 - (a) ở độ giãn dài 100% có độ trễ nhỏ hơn 30%

(b) ở độ giãn dài 150% có độ trễ nhỏ hơn 30%

(c) ở độ giãn dài 200% có độ trễ nhỏ hơn 30%

trong đó độ trễ được đo theo ASTM D2731.

24. Phương pháp theo điểm 22 hoặc 23, trong đó thành phần sợi thứ hai là sợi nhựa nhiệt dẻo kéo sợi nóng chảy bao gồm sản phẩm phản ứng của thành phần polyol, trong đó thành phần polyol này bao gồm diol đồng trùng hợp có nguồn gốc từ monome caprolacton và poly(tetrametylen ete glycol); thành phần chất kéo dài chuỗi có đầu cuối là hydroxyl; và thành phần diisoxyanat thứ nhất; và chất liên kết ngang prepolymer chức isoxyanat.

25. Phương pháp theo điểm 24, trong đó diol đồng trùng hợp bao gồm sản phẩm phản ứng gồm 50% khối lượng là caprolacton monome polyol và 50% khối lượng là poly(tetrametylen ete glycol).

26. Phương pháp theo điểm 24 hoặc 25, trong đó sợi polyuretan nhiệt dẻo được kéo nóng chảy có khối lượng phân tử trung bình khối được đo bằng sắc ký gel thẩm qua trong khoảng từ 300.000 đến 450.000.

27. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 24 đến 26, trong đó thành phần diisoxyanat thứ nhất bao gồm hoặc gồm có diisoxyanat thơm.

28. Phương pháp theo điểm 27, trong đó thành phần diisoxyanat thứ nhất bao gồm hoặc gồm có 4,4'-điphenylmetan diisoxyanat.

29. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 24 đến 28, trong đó chất liên kết ngang prepolymer chức isoxyanat bao gồm hoặc gồm có sản phẩm phản ứng của poly(tetrametylen ete glycol) và thành phần diisoxyanat thứ hai.

30. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 24 đến 28, trong đó chất liên kết ngang prepolymer chức isoxyanat bao gồm hoặc gồm có sản phẩm phản ứng của neopentyl glycol adipat và thành phần diisoxyanat thứ hai.

31. Phương pháp theo điểm 29 hoặc 30, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm diisoxyanat thơm.

32. Phương pháp theo điểm 31, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm hoặc gồm có 4,4'-metylenbis(phenyl isoxyanat).
33. Phương pháp theo điểm 29 hoặc 30, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm diisoxyanat béo.
34. Phương pháp theo điểm 33, trong đó thành phần diisoxyanat thứ hai bao gồm hoặc gồm có đixyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat.
35. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 22 đến 24, trong đó sợi thứ nhất được chọn từ sợi polyuretan nhiệt dẻo, sợi polyeste, sợi nylon, sợi bông, sợi len, sợi acrylic, sợi polypropylen, sợi visco-rayon, hoặc hỗn hợp của chúng.