



(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) 
1-0019532

(51)⁷ **D06P 5/22, 1/44, 1/52**

(13) **B**

(21)	1-2015-03531	(22)	28.03.2014		
(86)	PCT/FR2014/050738	28.03.2014	(87)	WO2014/167208	16.10.2014
(30)	1353179	09.04.2013	FR		
(45)	27.08.2018	365	(43)	27.06.2016	339
(73)	S.P.C.M. SA (FR) ZAC de Milieux, F-42160 Andrezieux Boutheon, France				
(72)	CREPET, Bernard (FR), LEVEL, Olivier (ID)				
(74)	Văn phòng luật sư Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)				

(54) **PHƯƠNG PHÁP NHUỘM PHỦ MÀU**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp nhuộm phủ màu cho từng xơ vải hoặc lớp vải nền thu được từ xơ vải nêu trên bao gồm bước xử lý sơ bộ xơ sơ vải hoặc lớp vải nền bằng ít nhất một polyme, sau đó nhuộm màu xơ vải hoặc lớp vải nền đã được xử lý sơ bộ này bằng thuốc nhuộm bằng bột màu, đặc trưng ở chỗ polyme nêu trên là (co)polyme trên cơ sở vinylamin.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực vải dệt. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến phương pháp nhuộm mới dùng thuốc nhuộm bằng bột màu cho các chất liệu vải bằng phương pháp nhuộm tận trích.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Có hai loại sản phẩm để tạo màu các chất liệu vải: các thuốc nhuộm (dye) và thuốc nhuộm bằng bột màu (pigment dye).

Thuốc nhuộm là các hợp chất tan trong nước. Các thuốc nhuộm có thể được phân thành các nhóm thuốc khác nhau, như thuốc nhuộm trực tiếp, thuốc nhuộm hoạt tính, thuốc nhuộm trên cơ sở lưu huỳnh, thuốc nhuộm indigo, thuốc nhuộm kiềm hoặc axit. Tác động của thuốc nhuộm đó là nó thấm vào chính xơ. Tuy nhiên, việc sử dụng thuốc nhuộm đòi hỏi có thêm bước rửa, tạo ra nước gây ô nhiễm cao do còn sót lại thuốc nhuộm, điều này gây ra vấn đề về sinh thái. Hơn nữa, quá trình nhuộm màu mất nhiều thời gian và đòi hỏi một lượng lớn nước và năng lượng.

Thuốc nhuộm bằng bột màu là các chất trơ về mặt hoá học, không tan trong nước cũng như trong phần lớn các dung môi hiện sử dụng và không có ái lực với xơ. Kết quả là, các thuốc nhuộm bằng bột màu không thể thấm vào xơ như các thuốc nhuộm thông thường mà chỉ nằm trên bề mặt. Việc sử dụng các thuốc nhuộm bằng bột màu đòi hỏi phải sử dụng chất tạo màng-kết dính, thường là thuốc dạng đàn hồi dẻo nhiệt, và sử dụng chất cầm màu để thu được tính bền màu ở mức cao trong thử nghiệm ướt.

Trong ngành công nghiệp dệt, nhuộm phủ màu chắc chắn là phương pháp đơn giản nhất và phổ biến nhất để nhuộm màu chất liệu vải vì chúng có nhiều ưu điểm:

- là phương án nhuộm linh hoạt (dùng được cho tất cả các loại xơ),
- có ý nghĩa trong việc bảo vệ môi trường (lượng nước thải thấp, không cần bước giặt sau đó, v.v.),
- độ bền tốt với ánh sáng, nước và dung môi,
- có nhiều lựa chọn ánh màu,
- là phương pháp với chi phí giảm đi.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này biết rằng phương pháp nhuộm phủ màu bằng phương pháp nhuộm tận trích có thể được thực hiện bằng cách làm thuốc nhuộm bằng bột màu bắt màu bằng cách bổ sung chất trợ nhuộm mang điện tích cation tạo ra ái lực của thuốc nhuộm bằng bột màu với xơ. Khi đó, lớp vải nền được cation hóa trước khi bắt đầu bước nhuộm màu.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết một số tác nhân cation hóa tùy ý sử dụng theo ý muốn cho phép cải thiện ái lực của xơ với thuốc nhuộm bằng bột màu.

Sáng chế US5006129 mô tả phương pháp nhuộm màu bao gồm bước xử lý sơ bộ chất liệu dệt với tác nhân cation hóa bao gồm nhóm amoni bậc bốn.

Sáng chế US5252103 yêu cầu bảo hộ phương pháp nhuộm màu bằng cách sử dụng thành phần cation bao gồm nhóm amoni bậc bốn. Trong số các thành phần được sử dụng này, có thể kể đến copolyme acrylamit/ 2-(metacryloyloxy)etyl trimetylamoni clorua.

Các tài liệu đơn yêu cầu cấp sáng chế Mỹ số US 2007/0199165, sáng chế Mỹ số US 6 039 768 và sáng chế Mỹ số US 2007/004849 bộc lộ phương pháp để xử lý sợi sao cho làm cải thiện độ ổn định của vật liệu sợi nhuộm lỏng. Các tài liệu này không bộc lộ phương pháp nhuộm phủ màu.

Tuy nhiên, tình trạng kỹ thuật không hoàn toàn thỏa đáng. Do đó, vấn đề hiện tại là tìm ra phương pháp nhuộm phủ màu cho phép nhuộm màu lớp vải nền trên cơ sở

xenluloza hoặc kết hợp của xenluloza và xơ tổng hợp với các ưu điểm sau:

- nhuộm tận trích hoàn toàn bề nhuộm màu,
- hiệu suất màu rất cao,
- ái lực của thuốc nhuộm bằng bột màu với xơ cao,
- thời gian áp dụng phương pháp cực ngắn và chỉ cần ít nước,
- độ bền màu cực cao trong thử nghiệm ướt,
- các chỉ số điện tích DCO và DBO5 trong dòng nước thải rất thấp.

Vấn đề mà sáng chế nhằm giải quyết là phương pháp nhuộm phủ màu mới cho các chất liệu vải bằng cách nhuộm tận trích có các ưu điểm được đề cập trên đây đồng thời hạn chế được các nhược điểm của các phương pháp đã biết.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vì các lý do nêu trên, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp nhuộm phủ màu mới để nhuộm từng xơ vải hoặc lớp vải nền thu được từ xơ vải bao gồm bước xử lý sơ bộ xơ hoặc lớp vải nền bằng ít nhất một polyme, sau đó nhuộm màu xơ hoặc lớp vải nền đã được xử lý sơ bộ này bằng thuốc nhuộm bằng bột màu.

Phương pháp này đặc trưng ở chỗ polyme này là (co)polyme trên cơ sở vinylamin.

Đặc biệt là, sáng chế có thể áp dụng để nhuộm màu bằng thuốc nhuộm bằng bột màu xơ tự nhiên và/hoặc xơ tổng hợp. Đối với xơ tự nhiên, có thể kể đến xơ thực vật trên cơ sở xenluloza tự nhiên, như xơ bông, vải lanh, xơ được tái sinh từ xenluloza như sợi vitcô, sợi modal, xenluloza biến đổi như axetat và triaxetat. Các tác giả sáng chế cũng có thể đề cập đến xơ có nguồn gốc từ động vật như hàng len và lụa. Về xơ tổng hợp, các ví dụ bao gồm xơ trên cơ sở acrylic, modacrylic, polyeste, polyamit và xơ tổng hợp của các xơ này.

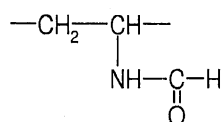
Lớp vải nền thu được từ các xơ này có thể là lớp vải nền của vải dệt kim, vải không dệt hoặc dệt thoi.

(Co)polyme vinylamin (PVA)

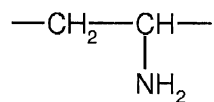
Có thể điều chế PVA được sử dụng trong phương pháp mới này theo các phương pháp khác nhau đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Theo sáng chế, có thể kể đến PVA thu được từ quá trình thủy phân homopolyme hoặc copolyme của N vinylformamit, hoặc thậm chí PVA thu được từ phản ứng thoái phân Hofman.

- PVA thu được từ quá trình thủy phân hoàn toàn hoặc một phần (co)polyme (co)N-vinylformamit

Trong bước đầu tiên, cần phải thu được (co)polyme N-vinylformamit (NVF); NVF có cấu trúc sau:



Kết quả là, cấu trúc NVF này phải được chuyển hóa, bằng cách thủy phân, thành vinylamin:



Quá trình thủy phân có thể được thực hiện bằng tác động của axit (thủy phân bằng axit) hoặc bằng tác động của kiềm (thủy phân bằng kiềm).

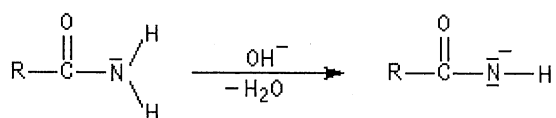
Tùy thuộc vào lượng axit hoặc bazơ được bổ sung vào, polyme hoặc copolyme NVF sẽ được chuyển hoá một phần hoặc hoàn toàn thành vinylamin.

- PVA tạo ra từ phản ứng thoái phân Hofman

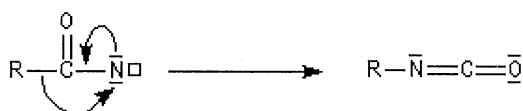
Phản ứng thoái phân Hofman là phản ứng được Hofmann phát hiện vào cuối

thể kỷ mười chín, cho phép chuyển hoá amit (ngay cả acrylonitril) thành amin bậc một bằng cách khử cacbon-dioxit. Chi tiết của cơ chế phản ứng mechanism được nêu ra sau đây.

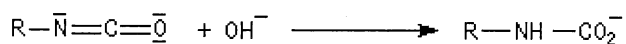
Với sự có mặt của bazơ (soda), proton được đẩy ra khỏi amit.



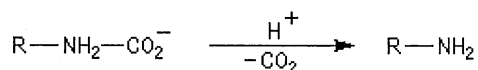
Ion amidat thu được khi đó phản ứng với clorua (Cl_2) hoạt tính của hypochlorua (ví dụ: NaClO mà ở trạng thái cân bằng: $2 \text{NaOH} + \text{Cl}_2 \rightleftharpoons \text{NaClO} + \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$) để tạo ra N-chloramit. Dung dịch kiềm này (NaOH) đẩy proton ra khỏi chloramit để tạo ra anion. Anion này mất ion clo ion để tạo ra nitren mà trải qua quá trình chuyển vị isoxynat.



Thông qua phản ứng giữa hydroxit ion và isoxynat, carbamat được tạo thành.



Sau khi khử carboxyl (loại CO_2) carbamat, thu được amin bậc một.



Để chuyển hóa tất cả hoặc một phần các nhóm amit của (co)polyme acrylamit thành nhóm amin, có hai yếu tố chính ảnh hưởng đến quá trình này (được biểu diễn theo tỷ số mol). Các yếu tố này bao gồm: - Alpha = (hypohalit kim loại kiềm và/hoặc kim loại kiềm thổ / acrylamit) và - Beta = (hydroxit kim loại kiềm và/hoặc kim loại kiềm thổ / hypohalogenure kim loại kiềm và/hoặc kim loại kiềm thổ).

Theo một số phương án, polyme trên cơ sở PVA có thể bao gồm các monome ion và phi ion khác.

(Các) monome phi ion mà có thể được sử dụng trong phạm vi của sáng chế có thể được lựa chọn, đặc biệt, từ nhóm bao gồm monome vinylic tan trong nước trong phòng. Monome được ưu tiên thuộc vào nhóm này, ví dụ, là acrylamit, N-isopropylacrylamit, N,N-đimetylacrylamit. Ngoài ra, có thể sử dụng N-vinylformamit, và N-vinylpyrrolidon. Monome phi ion được ưu tiên hơn acrylamit.

(Các) monome cation có thể được sử dụng theo phạm vi của sáng chế có thể được chọn, đặc biệt là trong số các monome acrylamit, acrylic, vinylic, allelic hoặc maleic mà có nhóm amoni bậc bốn. Có thể kể đến, đặc biệt là theo cách thức không đầy đủ, dimethylaminoethyl acrylat được thế bốn bậc (ADAME) và dimethylaminoethyl metacrylat được thế bốn bậc (MADAME), dimethylđialylamoni clorua (DADMAC), acrylamidopropyltrimethylamoni clorua (APTAC) và metylenbisacrylamitmetacrylamidopropyltrimethylamoni clorua (MAPTAC).

Các monome anion mà có thể được sử dụng trong phạm vi của sáng chế có thể được lựa chọn trong một nhóm lớn. Các monome này có thể có các nhóm acrylic, vinylic, maleic, fumaric, allelic, và chứa nhóm carboxylat, phosphonat, phosphat, sulfat, sulfonat, hoặc nhóm khác có điện tích anion. Monome này có thể là axit hoặc thậm chí ở dạng muối hoặc kim loại kiềm thổ hoặc kim loại kiềm tương ứng với monome như vậy. Ví dụ thích hợp về các monome bao gồm các monome dạng axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit maleic, axit fumaric và các dạng có tính axit cao, ví dụ có nhóm thuộc loại axit sulfonic hoặc phosphonic như axit 2-acrylamid 2-sulfonic metylpropan, axit vinylsulphonic, axit vinylphosphonic, axit alylsulphonic, axit alylphosphonic, axit sulphonic styren và các muối tan trong nước của kim loại kiềm, kim loại kiềm thổ và amoni.

Theo một phương pháp được ưu tiên, (co)polyme trên cơ sở PVA được tạo ra từ phản ứng thoái phân Hofmann được tạo ra trên (co)polyme gốc bao gồm acrylamit hoặc các dẫn xuất.

Theo một phương pháp khác của sáng chế, có thể sử dụng (co)polyme thu

được từ phản ứng thoái phân Hofman được tạo ra từ (co)polyme gốc bazơ chứa acrylamit hoặc các dẫn xuất và ít nhất một thành phần đa chức chứa ít nhất ba nguyên tử khác loại mỗi nguyên tử có ít nhất một nguyên tử hydro động.

Tốt hơn nếu, thành phần đa chức này được chọn từ nhóm bao gồm polyetylenamin, polyamin, polyalylamin.

Nói chung, polyme theo sáng chế không cần phát triển phương pháp polyme hóa đặc biệt. Thật ra, các polyme này có thể thu được theo tất cả các kỹ thuật polyme hóa đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Đặc biệt các polyme này liên quan đến polyme hóa trong dung dịch; polyme hóa gel; polyme hóa kết tủa; polyme hóa nhũ tương (trong nước hoặc đảo pha); polyme hóa huyền phù; hoặc polyme hóa mixen.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quá trình xử lý sơ bộ:

Theo sáng chế, chất liệu dệt trước hết trải qua bước xử lý sơ bộ. Bước này bao gồm đưa chất liệu dệt tiếp xúc với ít nhất một (co)polyme trên cơ sở vinylamin (PVA) trong bể chứa nước.

(Co)polyme PVA này được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 10% trọng lượng chất liệu cần được nhuộm, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 8%.

Tỷ lệ polyme/thuốc nhuộm bằng bột màu theo trọng lượng nằm trong khoảng từ 1:10 đến 10:1, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3:1 đến 7:5, và tốt hơn nữa nếu tỷ lệ này vào khoảng 5:3.

Quá trình xử lý sơ bộ thường được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 30 đến 80°C. Khoảng thời gian xử lý sơ bộ nằm trong khoảng từ 1 đến 60 phút, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 40 phút.

Tỷ lệ trong bể là tỷ số trọng lượng giữa tổng chất khô và tổng dung dịch trong bể. Do đó, ví dụ, tỷ số trong bể 1:10 biểu thị 10 lít nước cho 1 kg chất liệu dệt. Theo sáng chế, tỷ lệ trong bể trong quá trình xử lý sơ bộ nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:40, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1:10 đến 1:30.

Bước xử lý sơ bộ được thực hiện ở độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 8, tốt hơn nếu độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 7. Độ pH được duy trì bằng cách bổ sung axit hoặc dung dịch đệm pH có tính axit. Có thể kể đến, ví dụ, axit axetic, axit formic, amoni sulfat, natri cacbonat.

Sau quá trình xử lý sơ bộ, chất liệu trong bể được trút hết ra. Chất liệu dệt được giặt ít nhất một lần bằng nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 30°C.

Có thể đưa thêm các thành phần khác vào trong bước xử lý sơ bộ. Ví dụ có thể là các chất kháng bọt và các chất chống đứt gãy.

Quá trình xử lý sơ bộ có thể được thực hiện bằng các nguồn đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tốt hơn nếu, quá trình xử lý sơ bộ có thể được thực hiện trong thiết bị nhuộm màu như thiết bị nhuộm màu kiểu dòng tia, kiểu máng tràn, kiểu bóc vỏ, kiểu trục, nồi hấp tự động, thiết bị ống khía công nghiệp, thiết bị urom tơ và thiết bị dạng treo hoặc thiết bị nhuộm con sợi.

Để tạo thuận lợi cho quá trình xử lý sơ bộ, chất liệu dệt tùy ý có thể trải qua ít nhất một bước trước đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ có thể kể đến là quá trình tẩy nhờn, làm lạnh hoặc giặt rửa.

Bước xử lý sơ bộ có thể được tiếp theo bằng bước làm mềm, stonage hoặc thậm chí làm bóng sinh học chất liệu dệt trước bước nhuộm màu.

Nhuộm màu:

Theo sáng chế, sau bước xử lý sơ bộ, chất liệu trải qua bước nhuộm màu. Bước này bao gồm việc đưa chất liệu dệt đã được xử lý sơ bộ tiếp xúc với ít nhất một

thuốc nhuộm bằng bột màu trong bể chứa nước.

Cụ thể hơn, chất liệu dệt được tạo màu bằng cách sử dụng kỹ thuật nhuộm pigmen tận trích. Kỹ thuật này bao gồm bước tận trích bể thuốc nhuộm bằng bột màu bằng cách chuyển thuốc nhuộm này đến chất liệu dệt.

(Các) thuốc nhuộm bằng bột màu có thể được đưa vào bể ở dạng bột hoặc lỏng. Theo một phương án được ưu tiên, thuốc nhuộm bằng bột màu được đưa vào ở dạng lỏng.

Trong trường hợp dạng lỏng, thuốc nhuộm bằng bột màu được trải trong ít nhất một dung môi. Nồng độ của thuốc nhuộm bằng bột màu trong dung môi nằm trong khoảng từ 10 đến 50%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 25 đến 35%. Tốt hơn nếu dung môi này là nước.

Nhìn chung, (các) thuốc nhuộm bằng bột màu được cho vào bể với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 10% trọng lượng chất liệu cần được nhuộm.

Quá trình nhuộm màu được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 90°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 40 đến 80°C. Sự gia tăng nhiệt độ là ít hơn 10°C trong một phút, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 4°C trong một phút.

Khi đã đạt đến nhiệt độ đích, nhiệt độ này được duy trì trong thời gian từ 1 đến 60 phút, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 40 phút. Tỷ lệ trong bể đối với nhuộm màu nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:40, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1:10 đến 1:30.

Sau nhuộm màu, bể được trút hết ra. Chất liệu dệt được giặt ít nhất lần bằng nước. Tốt hơn nếu nước này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 và 30°C.

Có thể có thêm thành phần khác trong bước nhuộm màu. Ví dụ có thể kể đến các chất kháng bọt hoặc các chất chống đứt gãy.

Xử lý tiếp theo

Để cải thiện hơn nữa độ bền của chất liệu dệt trong thử nghiệm ướt, tùy ý có

thể thực hiện xử lý tiếp theo.

Xử lý tiếp theo này bao gồm việc bổ sung ít nhất một chất tạo màng-kết dính và/hoặc ít nhất một chất cầm màu.

Chất tạo màng-kết dính là thành phần bao gồm tiền polyme có phân tử lượng thấp. Trong các bước kéo sợi và làm khô (ở nhiệt độ cao), các tiền polyme này sẽ phản ứng để tạo ra màng kẹp và hợp nhất thuốc nhuộm bằng bột màu vào trong xơ. Chất tạo màng-kết dính được sử dụng ở liều lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 10% theo khối lượng.

Sự tạo mắt lưới chất tạo màng-kết dính được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 250°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 100 đến 200°C.

Tiếp xúc ở nhiệt độ cao kéo dài trong thời gian từ 1 đến 20 phút, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 10 phút.

Chất tạo màng-kết dính có thể là chất tạo màng-kết dính trên cơ sở acrylat, trên cơ sở styren acrylat, trên cơ sở styren butadien và trên cơ sở vinyl-acrylat.

Chất cầm màu phản ứng để tạo ra mạng lưới ba chiều quanh xơ ở thời điểm làm khô.

Chất cầm màu được sử dụng ở liều lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15% tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 10% theo khối lượng.

Chất cầm màu được sử dụng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 90°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C. Độ pH của bể được duy trì nằm trong khoảng từ 3 đến 6 mỗi ngày, bằng cách bổ sung axit hoặc dung dịch đệm pH có tính axit.

Một khi chất cầm màu được đưa vào, bể được gia nhiệt. Sự gia tăng nhiệt độ là nhỏ hơn 10°C trên một phút, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 4°C cho một phút. Một khi đạt đến nhiệt độ đích, nhiệt độ này được duy trì trong thời gian 1 đến 60 phút, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 30 phút.

Tỷ lệ trong bể nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:40, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1:10 đến 1:30.

Chất cảm màu có thể là chất cảm màu trên cơ sở polyisoxynat, trên cơ sở melamin formol, trên cơ sở đimetyl dihydroxy etylen ure (DMDHEU).

Sau khi xử lý tiếp theo, bể được trút hết ra. Chất liệu dệt được giặt ít nhất một lần bằng nước có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 30°C.

Bước xử lý hoàn thiện có thể được tiếp theo bằng bước làm mềm, stonage hoặc bước làm bóng sinh học chất liệu dệt.

Một ưu điểm của sáng chế là có mức nhuộm tận trích thuốc nhuộm bằng bột màu cao trong bể nhuộm màu, vì bể được trút hết ra trong nước thải không có lượng thuốc nhuộm bằng bột màu cao.

Đã bắt ngờ phát hiện được rằng PVA cho phép nhuộm tận trích thuốc nhuộm bằng bột màu chất lượng cao hơn so với các quá trình cation hóa thông thường. Thật vậy, có thể thu được mức nhuộm tận trích cao hơn 95% đối với các màu sáng và màu trung, và cao hơn 90% đối với các màu sẫm.

Hơn nữa, không phải đề ra lý thuyết bất kỳ, cho rằng nhờ có sự gắn thuốc nhuộm bằng bột màu/xơ ở mức cao giúp tránh được việc phải sử dụng chất tạo màng-kết dính và/hoặc chất cảm màu trong toàn hệ thống. Trong quá trình làm mềm sau đó, phát hiện được thuốc nhuộm bằng bột màu chất lượng cao, có ít hoặc không có nước thải có chất màu.

Các ví dụ sau minh họa sáng chế theo cách không phải là các ví dụ đầy đủ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

I/ Điều chế polyme

Điều chế polyme A bằng phản ứng thoái phân Hofman trên copolyme cơ sở (20% hoạt chất) acrylamit (70% số mol) và amoni đimetylđialyl clorua (DADMAC) phân nhánh (MBA: 1000 ppm / hoạt chất) (30% số mol) đã cải biến bằng polyme

polyetylenimin (dạng Polymin HM từ BASF), ở nồng độ 1% hoạt chất. Để thực hiện điều này, polyetylenimin được phối hợp với monome DADMAC và MBA trong lò phản ứng.

Acrylamit sẽ được kết hợp vào bằng cách rót liên tục trong thời gian 2 giờ, trong môi trường phản ứng được duy trì ở 85°C. Quá trình xúc tác sẽ được thực hiện bằng SPS và MBS, các chất xúc tác đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Polyme tiền chất thu được như vậy có độ nhớt 5500 cps (LV3, 12 vòng/phút). Phản ứng thoái phân Hofman được thực hiện theo cùng một cách như ở ví dụ 1 của sáng chế của cùng người nộp đơn PCT/FR/2009/050456. Copolyme A từ dẫn xuất acrylamit thu được như vậy có độ nhớt nội tại 0,72 (25°C, Brookfield LV1, 60 vòng/phút) và nồng độ 8%.

II/ Thực hiện phương pháp

Ví dụ 1

Sợi bông/sợi vitcô dệt thoi theo tỷ lệ 50/50 với lượng 150 g/m² được tẩy nhòn trong trục cuộn. Tỷ lệ trong bể là 1:25. 1g/l chất tẩy rửa ướt được cho vào bể này. Sau đó, bể này được gia nhiệt và được duy trì ở nhiệt độ 60°C trong thời gian 25 phút. Sau đó, bể được trút hết ra và sau đó chất liệu được giặt hai lần bằng cách sử dụng nước lạnh ở nhiệt độ 15°C. Sau đó, quá trình xử lý sơ bộ được thực hiện với tỷ số trong bể 1:25. Điều chỉnh độ pH đến 9 bằng natri cacbonat và cho 5% trọng lượng chất liệu polyme A vào. Bể này được gia nhiệt và được duy trì ở nhiệt độ 60°C trong thời gian 30 phút. Bể này được trút hết ra và sau đó chất liệu này được giặt hai lần bằng cách sử dụng nước lạnh ở nhiệt độ 15°C. Quá trình nhuộm màu khi đó được thực hiện với tỷ số trong bể 1:25. Cho thêm 3% thuốc nhuộm bằng bột màu màu xanh da trời 15/3 vào bể có nhiệt độ ban đầu 15°C. Sau đó, nhiệt độ được thiết lập đến mức 60°C, với mức gia tăng nhiệt độ 3°C cho một phút. Duy trì nhiệt độ này trong thời gian 30 phút. Bể được trút hết ra và sau đó giặt hai lần chất liệu này bằng cách sử dụng nước lạnh 15°C. Sau đó, chất liệu đã được xử lý này được làm mềm bằng chất làm mềm vải loại nhũ tương nano-silicon được định liều 2% trong thời gian 15 phút, nhiệt độ của bể được giữ ở 40°C, điều chỉnh pH 5 bằng axit axetic.

Ví dụ 2

Vải chéo nổi dùng để may quần 100% chất liệu cotton 3/1 205 g/m² trước tiên được giữ hồ trong thiết bị ống khóa công nghiệp. Tỷ lệ trong bể is 1:10. Điều chỉnh độ pH đến 6 bằng axit axetic. Cho 3g/l amylaza vào bể. Quá trình rửa hồ được thực hiện ở nhiệt độ 60°C trong thời gian 20 phút. Sau đó, chất liệu này được giặt lạnh hai lần bằng cách sử dụng nước ở nhiệt độ 15°C. Sau đó, các quần này được cation hóa trong tỷ số trong bể là 1:10, điều chỉnh độ pH bằng 6 bằng axit axetic. Cho 5% trọng lượng chất liệu polyme vào bể. Khi đó, bể này được gia nhiệt và duy trì ở nhiệt độ 60°C trong thời gian 30 phút. Sau đó, chất liệu này được giặt lạnh hai lần bằng cách sử dụng nước ở nhiệt độ 15°C. Quá trình nhuộm màu khi đó được thực hiện với tỷ số trong bể 1:10. Cho 3,5% thuốc nhuộm bằng bột màu xanh lá cây số 7 vào bể có nhiệt độ ban đầu 15°C. Khi đó, nhiệt được đặt ở mức 60°C, với mức gia tăng 3°C trong một phút. Duy trì nhiệt độ này trong thời gian 40 phút. Sau đó, bể được trút hết ra và chất liệu sau đó được giặt lạnh hai lần bằng cách sử dụng nước có nhiệt độ 15°C. Sau đó, quá trình stonage được thực hiện trên chất liệu này trong thời gian 20 phút ở tỷ số trong bể 1:10 ở độ pH 4,5 bằng 1,5% axit xenlulaza. Bể này được trút hết ra và sau đó chất liệu này được giặt lạnh hai lần bằng cách sử dụng nước 15°C. Chất liệu này sau đó được làm mềm bằng 1% vi nhũ tương silicon và 1% axit béo trong thời gian 15 phút, nhiệt độ của bể được thiết lập ở mức 40°C, điều chỉnh độ pH 6 bằng axit axetic, chất liệu này sau đó được vắt chặt và làm khô.

Ví dụ 3

Vải cotton popelin 100% 105 g/m² đã được giữ hồ sơ bộ trước hết được tẩy trắng trong máy nhuộm màu chảy tràn với tỷ số trong bể 1:20. Cho các chất sau vào bể tẩy trắng: chất kháng bọt, chất chống đứt, chất ổn định nước bão hòa oxy, nước bão hòa oxy, xút ăn da. Sau đó, gia nhiệt bể ở nhiệt độ 98°C trong thời gian 30 phút. Tiếp theo, làm lạnh bể xuống nhiệt độ 70°C và trung hoà chất liệu ở độ pH 7 bằng axit axetic. Sau đó, bể được trút hết ra và tiếp theo chất liệu được giặt lạnh một lần. Sau đó, quá trình cation hóa được thực hiện với tỷ số trong bể 1:20 ở độ pH 5,5 được điều chỉnh bằng dung dịch đệm pH axit. Cho 5% trọng lượng tác nhân cation hóa PVA, chất chống đứt gãy và chất kháng bọt vào bể. Sau đó, bể này được gia nhiệt và duy trì

ở nhiệt độ 60°C trong thời gian 30 phút. Chất liệu này sau đó được giặt hai lần bằng cách sử dụng nước lạnh ở nhiệt độ 15°C. Tiếp theo, quá trình nhuộm màu được thực hiện với tỷ số trong bể 1:20 ở độ pH 5,5. Cho 2% thuốc nhuộm bằng bột màu màu cam 34, 1% thuốc nhuộm bằng bột màu màu vàng 83, chất kháng bọt, chất chống đứt gãy và chất phân tán cho vào nước ở nhiệt độ 15°C. Sau đó, nhiệt được đặt ở mức 70°C, với mức gia tăng 1°C trong một phút. Nhiệt độ được duy trì trong thời gian 20 phút. Ở 70°C cho chất tạo màng-kết dính acrylic vào bể và với liều 5%. Bể này sau đó được trút hết ra và tiếp theo chất liệu này được giặt lạnh. Chất liệu này sau đó được làm mềm bằng chất làm mềm vải loại nhũ tương ưa nước silicon được định liều 2% trong thời gian 20 phút, nhiệt độ bể ở 40°C, độ pH 5 được điều chỉnh bằng dung dịch đệm axit.

Ví dụ 4

Vải cotton ở ví dụ 3 được tẩy trắng liên tục, được cuộn lại và làm khô. Vải này sau đó được xử lý hoàn tất thành vải foulard trên vải foulard hồ trong bể chứa 75 g/l polyme A, ở độ pH 6. Phần trăm tận trích thuốc nhuộm được duy trì ở 60-80%, chất liệu này sau đó được làm khô trên máy sấy văng ở nhiệt độ 100-120°C. Vải này được xử lý như vậy và sau đó được nhuộm theo cùng một phương pháp như được mô tả trong ví dụ 3.

Ví dụ 5 - phản ví dụ

Ví dụ 3 được lặp lại giống hệt nhưng thay polyme A bằng PRECAT 3005 (homopolyme của MADAME đã được clometyl hóa) được phân phối bởi CHT, R BEITLICH GMBH được dùng với lượng 3%.

Tiến hành theo dõi nhuộm tận trích trong bể, tạo màu và độ bền ma sát.

III/ Thử nghiệm đánh giá:

Đánh giá mức nhuộm tận trích:

Vào cuối mỗi quá trình nhuộm màu, mẫu trong bể được lấy ra để không chế mức nhuộm tận trích E(%) của bể nhuộm màu thuốc nhuộm bằng bột màu bằng cách

sử dụng thiết bị quang phổ UV khả kiến (khoảng phổ từ 190 đến 900nm, buồng thạch anh 10mm). Giá trị sau này được chuẩn độ bằng cách pha loãng liên tiếp dung dịch thuốc nhuộm bằng bột màu được tạo màu ban đầu.

$$E(\%) = C_i - C_f / C_i * 100.$$

Đánh giá độ bền ướt và khô:

Mẫu vải cuối được lấy ra để kiểm soát độ bền ma sát khô và ướt theo tiêu chuẩn NF EN ISO 105–X12(2003) và sử dụng máy đo độ bền màu ma sát cho vải. Sự phai màu trên các mẫu vải cotton được đánh giá bằng cách sử dụng thang đo mức độ đậm nhạt và tiêu chuẩn ISO 105 - A03(2005).

Đánh giá màu sắc:

Màu vải cuối được so sánh với mẫu chuẩn bằng cách sử dụng thiết bị đo quang phổ trong điều kiện rọi sáng D65 và ở góc 10°. Sự khác biệt màu được xác định bằng cách tính toán Delta E (CIE 2000) và cường độ màu (%) so với phản ví dụ.

Các kết quả

Thử nghiệm	Độ bền ma sát		E (%)	FC (%)
	Khô	Uớt		
Ví dụ 1	4-5	4	93,5	108,6
Ví dụ 2	4	3-4	91,2	112,4
Ví dụ 3	4-5	4	92,8	110,5
Ví dụ 4	4-5	4	90,8	109,8
Ví dụ 5	3-4	3	86,4	100

Như có thể được nhận thấy quá trình xử lý sơ bộ cation hóa mới cho phép thu nhận so với phương pháp thông thường :

- 1 đến 2 điểm về kết quả độ bền ma sát khô và ướt,

- sự tăng mức nhuộm tặn trích E(%) của thuốc nhuộm bằng bột màu từ 5 đến 10%,
- sự tăng mức tông màu FC (%) từ 5 đến 15%.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp nhuộm phủ màu cho từng xơ vải hoặc lớp vải nền thu được từ xơ trên bao gồm bước xử lý sơ bộ xơ hoặc lớp vải nền bằng ít nhất một polyme, sau đó nhuộm màu xơ hoặc lớp vải nền đã được xử lý sơ bộ này bằng thuốc nhuộm bằng bột màu, đặc trưng ở chỗ polyme này là (co)polyme trên cơ sở vinylamin.
2. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ, (co)polyme trên cơ sở vinylamin này thu được từ quá trình thủy phân toàn bộ hoặc một phần (co)polyme N-vinylformamit.
3. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ, (co)polyme trên cơ sở vinylamin này thu được từ phản ứng thoái phân Hofman được thực hiện trên (co)polyme gốc chứa acrylamit hoặc các dẫn xuất.
4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó (co)polyme gốc còn chứa ít nhất một thành phần đa chức chứa ít nhất ba nguyên tử khác loại mà mỗi nguyên tử này có ít nhất một nguyên tử hydro động.
5. Phương pháp theo điểm 4, đặc trưng ở chỗ, thành phần đa chức này được chọn từ nhóm bao gồm polyetylenimin, polyamin, polyalylamin.
6. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ, (co)polyme này chiếm trong khoảng từ 1 đến 10% trọng lượng chất liệu sẽ được nhuộm, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 8%.
7. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ, tỷ lệ polyme/thuốc nhuộm bằng bột màu nằm trong khoảng từ 1:10 đến 10:1, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3:1 đến 7:5, và tốt hơn nữa nếu bằng 5:3.
8. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ, thuốc nhuộm bằng bột màu này chiếm từ 0,1% đến 10% trọng lượng chất liệu sẽ được nhuộm.
9. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ, tỷ lệ trọng lượng giữa tổng chất khô và tổng dung dịch nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:40, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1:10 đến 1:30.