



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

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

(11)



1-0024959

(51)⁷ D01F 2/00; D01F 2/02

(13) B

(21) 1-2016-02868

(22) 22/12/2014

(86) PCT/EP2014/079043 22/12/2014

(87) WO2015/101543 09/07/2015

(30) 14150132.0 03/01/2014 EP

(45) 25/08/2020 389

(43) 26/09/2016 342A

(73) LENZING AKTIENGESELLSCHAFT (AT)

Werkstrasse 2, A-4860 Lenzing, Austria

(72) SCHREMPF, Christoph (AT); SCHUSTER, Kurt Christian (AT); RÜF, Hartmut (AT); FIRGO, Heinrich (AT); HAINBUCHER, Karl Michael (AT).

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

(54) SỢI XENLULOZA VÀ BÓ SỢI CHỨA SỢI NÀY

(57) Sáng chế đề cập tới sợi xenluloza loại Lyocell mà có chuẩn số sợi nằm trong khoảng từ 0,8 dtex tới 3,3 dtex và được đặc trưng bởi các mối tương quan sau:

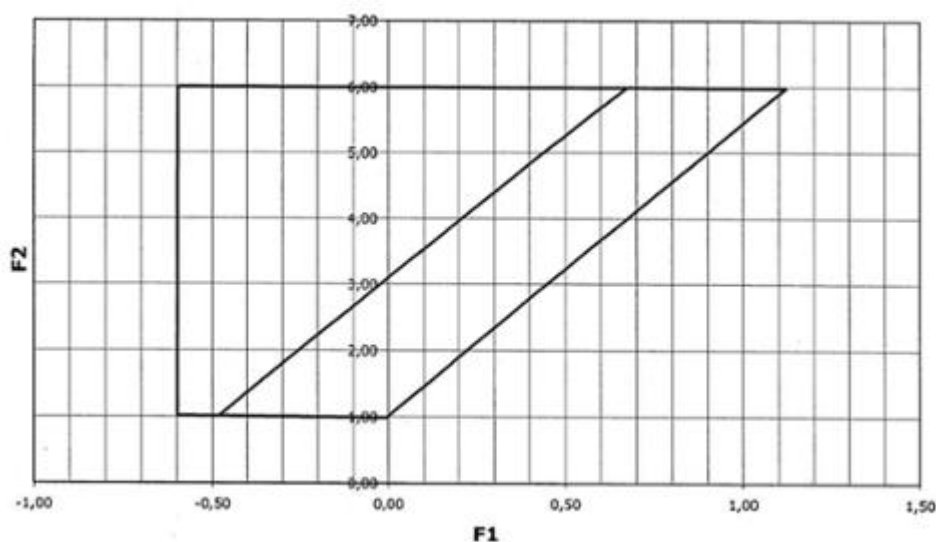
hệ số Höller $F2 \geq 1$, tốt hơn là ≥ 2 ;

hệ số Höller $F1 \geq -0,6$;

hệ số Höller $F2 \leq 6$ và

hệ số Höller $F2$ trừ $4,5 \times$ hệ số Höller $F1 \geq 1$, tốt hơn là ≥ 3 .

Sợi theo sáng chế có sự kết hợp độc đáo của các đặc tính liên quan đến các hệ số Höller, độ đàn hồi và độ bền mài mòn trong vải. Do đó, sợi này thể hiện tính chất giống với sợi viscô và có thể được xử lý theo phương pháp xử lý tiêu chuẩn đối với sợi viscô trong chuỗi sáng tạo ra giá trị cho vải.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập tới sợi xenluloza loại Lyocell (một loại vải sinh học làm từ bột gỗ).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Do hậu quả của các vấn đề môi trường liên quan đến việc xử lý sợi viscô đã biết để sản xuất các sợi xenluloza, các nỗ lực lớn đã được thực hiện trong những thập kỉ gần đây để tạo ra các phương pháp thay thế và thân thiện với môi trường hơn. Do đó, trong những năm gần đây đã xuất hiện mối quan tâm đặc biệt tới khả năng hòa tan xenluloza trong dung môi hữu cơ mà không tạo ra chất dẫn xuất và ép đùn các vật đúc ra khỏi dung dịch này. Các sợi kéo từ các dung dịch này đã có tên chung là Lyocell từ BISFA (Hiệp hội toàn cầu của các nhà sản xuất sợi nhân tạo), trong đó dung môi hữu cơ được hiểu là hỗn hợp của hóa chất hữu cơ và nước.

Hơn nữa, các sợi này cũng được biết tới bởi thuật ngữ "các sợi kéo nhờ dung môi".

Cụ thể là, đã nhận thấy rằng hỗn hợp của amin oxit bậc ba và nước là hoàn toàn phù hợp làm dung môi hữu cơ để lần lượt sản xuất các sợi Lyocell và các vật đúc khác. Do đó, N-methylmorpholin-N-oxit (NMMO) được sử dụng chủ yếu làm amin oxit. Các amin oxit phù hợp khác được bộc lộ trong công bố sáng chế châu Âu số EP-A 553 070.

Trong công bố sáng chế châu Âu số EP 0 356 419 A, việc thực hiện kỹ thuật của phương pháp sản xuất dung dịch chứa bột giấy trong amin oxit được mô tả. Để làm vậy, huyền phù chứa bột giấy đã nghiền được chuyển vào trong amin oxit bậc ba ngâm nước trong dạng lớp mỏng qua bề mặt gia nhiệt, nước được làm bay hơi và, nhờ đó, dung dịch xenluloza kéo được được sản xuất.

Phương pháp kéo sợi các dung dịch xenluloza trong các amin oxit đã được biết từ US 4,246,221. Theo phương pháp này, các tơ đơn ép đùn từ đĩa

phun được dẫn qua khe không khí, được kéo trong đó và, sau đó, xenluloza được làm kết tủa trong dung dịch kéo sợi ngâm nước. Phương pháp này được biết như "quá trình kéo sợi khô/ướt" hoặc cũng như "quá trình kéo sợi qua khe không khí".

Dưới đây, toàn bộ phương pháp sản xuất các sợi từ các dung dịch xenluloza trong amin oxit bậc ba được gọi là "quá trình amin oxit", viết tắt là "NMMO" chỉ tất cả các amin oxit bậc ba mà có thể hòa tan xenluloza. Các sợi sản xuất được theo quá trình amin oxit được đặc trưng bởi độ bền sợi cao trong trạng thái đã được xử lý cũng như trong trạng thái ướt, mô đun ướt cao và độ bền vòng cao.

Các điều kiện trong khe không khí như nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ làm nguội của các tơ đơn cũng như các động lực bội số kéo dài là rất quan trọng đối với các đặc tính của các sợi thành phẩm (xem, về điều này, công bố bởi Volker Simon trong kỷ yếu của hiệp hội kỹ sư cơ khí của Mỹ (ASME) 118 (1996) số Feb., trang 246-249).

Các phương án thực hiện kỹ thuật của quá trình kéo sợi đã được mô tả trong nhiều tài liệu:

Công bố sáng chế quốc tế số WO 93/19230 mô tả phương pháp trong đó các tơ đơn ép đùn được làm nguội chỉ bên dưới vòi phun nhờ được phun không khí. Công bố sáng chế quốc tế số WO 94/28218 mô tả kiểu vòi phun và phương pháp thổi. WO 95/01470 yêu cầu bảo hộ dòng chảy tầng của dòng khí làm nguội được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số WO 93/19230. Công bố sáng chế quốc tế số WO 95/04173 mô tả việc thực hiện kỹ thuật thổi nữa. Trong WO 96/17118, độ ẩm của không khí thổi được xác định. Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 01/68958, dòng không khí thổi được hướng xuống dưới về phía các tơ đơn ép đùn ở một góc nằm trong khoảng từ 0° tới 45°. Công bố sáng chế quốc tế số WO 03/014436 mô tả thiết bị thổi bao gồm việc hút không khí thổi. Công bố sáng chế quốc tế số WO 03/057951 bảo hộ việc che phần khe không khí khỏi không khí thổi. Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 03/057952, dòng khí chảy rời để làm nguội các tơ đơn được mô tả. Tương tự, công bố sáng

chế quốc tế số WO 05/116309 mô tả việc che phần khe không khí khỏi không khí thổi.

Về cấu trúc các sợi/ các tơ đơn thu được theo quá trình kéo sợi khe không khí này khác với các sợi viscô đã biết. Trong khi việc định hướng kết tinh gần như ở cùng độ cao trong cả các sợi viscô lẫn các sợi Lyocell (cấu trúc song song lớn của các mạch xenluloza trong các vùng cấu trúc của sợi tương đối với trục sợi), thì có mức chênh lệch đáng kể trong sự định hướng vô định hình (mức độ song song cao hơn của các phần ngẫu nhiên trong các sợi Lyocell).

Các đặc điểm của sợi Lyocell như độ kết tinh cao, các tinh thể mỏng và dài và mức độ định hướng vô định hình cao ngăn ngừa một cách thích hợp sự dính của các tinh thể vuông góc với trục sợi. Trong trạng thái ướt, sự trương nở của các sợi tiếp tục làm giảm các lực kết dính vuông góc với trục sợi và do đó dẫn tới sự tách các đoạn sợi dưới sức căng cơ học. Tính chất này được xem như mức độ hóa sợi ướt và làm cho chất lượng giảm trong dạng trở nên xám và xù trong sản phẩm dệt thành phẩm.

Các khảo sát của các nghiên cứu trong lĩnh vực này được đưa ra bởi Josef Schurz, Jürgen Lenz: "Investigations on the structure of regenerated cellulose fibers" trong Macromolecular Symposia, vol. 83, Issue 1, các trang từ 273 tới 289, tháng 5 năm 1994, và Fink H-P, Weigel P, Purz H-J, Ganster J: Structure formation of regenerated cellulose materials from NMMO-solutions" Prog.Polym.Sci. 2001 (26) p. 1473-1524.

Các nỗ lực trước đây để cải thiện độ bền chống lại mức độ hóa sợi ướt của các sợi Lyocell được tập trung theo hai hướng:

- thay đổi các điều kiện sản xuất, hoặc
- đưa bước liên kết ngang hóa chất vào trong quy trình sản xuất.

Tuy nhiên, khó có thể đánh giá sự thành công của các biện pháp giảm mức độ hóa sợi mà đã được mô tả trong mỗi trường hợp. Không có phương pháp chuẩn để đo tính chất hóa sợi, và tất cả các phương pháp dùng trong các tài liệu sáng chế là độc quyền.

Quá trình thứ hai, liên kết ngang hóa chất, sẽ kèm theo các nhược điểm như

- tăng thêm các hóa chất/ các chi phí của các hóa chất/các vấn đề về nước thải trong quá trình sản xuất sợi

- sự ô nhiễm môi trường trong quá trình sản xuất các hóa chất liên kết ngang

- mức độ ổn định thủy phân không đủ của liên kết ngang ở các điều kiện của quá trình dệt.

Các ví dụ về quá trình liên kết ngang hóa chất được mô tả lần lượt trong công bố sáng chế châu Âu số EP 0 53 977 A, EP 0 665 904 A và EP 0 943 027 A.

Nhiều tài liệu đã được công bố liên quan đến quá trình thứ nhất, thay đổi các các điều kiện sản xuất. Tuy nhiên, các phương pháp được mô tả hoặc chỉ mang tới sự cải tiến nhỏ trong tính chất hóa sợi, mà đã không được phản ánh trong quá trình cải thiện tính dễ xử lý, hoặc các phương pháp này đã thất bại khi áp dụng trên quy mô lớn do chi phí kỹ thuật.

Trong SU 1,224,362, chất phụ gia được kéo từ một bột giấy vào trong dung dịch chứa NMMO lần lượt trong rượu amyl hoặc isopropanol. Công bố sáng chế quốc tế số WO 92/14871 yêu cầu bảo hộ sợi có mức độ hóa sợi giảm, khác biệt ở chỗ, độ pH của dung dịch kéo sợi và của các dung dịch làm sạch sau đó nhỏ hơn 8,5. Loại bột giấy hoặc các điều kiện kéo sợi không được đưa ra một cách chi tiết.

Công bố sáng chế quốc tế số WO 94/19405 mô tả phương pháp trong đó hỗn hợp bột giấy được sử dụng. Tuy nhiên, tài liệu này không đề cập tới xu hướng hóa sợi của các sợi mà đã được kéo.

Công bố sáng chế quốc tế số WO 95/02082 mô tả việc kết hợp các thông số xử lý, được minh họa trong các biểu thức toán học, để sản xuất sợi có xu hướng hóa sợi thấp. Các thông số xử lý này là đường kính của lỗ kéo sợi, đầu ra của khối kéo sợi, chuẩn số sợi của các tơ đơn, chiều rộng của khe không khí và độ ẩm trong khe không khí này. Bột giấy được sử dụng không được mô tả chi tiết, nhiệt độ kéo sợi chỉ là 115°C.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 95/16063, các tơ đơn ép đùn lần lượt được cho tiếp xúc trong dung dịch kéo sợi hoặc trong các dung dịch sau xử

lý, bằng hoạt chất bề mặt trong dạng hòa tan. Loại bột giấy sử dụng không được nêu cụ thể, nhưng nhiệt độ kéo sợi là 115°C.

Công bố sáng chế quốc tế số WO 96/07779 sử dụng dung môi hữu cơ, tốt hơn là glicol polyetylen, làm dung dịch kéo sợi. Bột giấy được sử dụng hoặc các đặc tính cơ học của vải dệt của các sợi thu được không được nêu chi tiết. 110°C được biểu thị là nhiệt độ kéo sợi.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 96/07777, các tơ đơn ép đùn được cho tiếp xúc trong khe không khí với rượu béo tạo trong dạng khí. Loại bột giấy sử dụng không được nêu cụ thể, nhưng nhiệt độ kéo sợi là 115°C.

Công bố sáng chế quốc tế số WO 96/20301 mô tả phương pháp trong đó dung dịch đúc được chuyển vào hướng liên tục qua ít nhất hai môi trường kết tủa, với mức độ đông tụ thấp hơn của xenluloza xuất hiện trong môi trường kết tủa thứ nhất so với môi trường kết tủa thứ hai. Trong các ví dụ này, tốt hơn là rượu cấp cao được sử dụng làm môi trường kết tủa thứ nhất. Bột giấy sử dụng không được chỉ ra, nhiệt độ kéo sợi lên tới 115°C.

Công bố sáng chế quốc tế số WO 96/21758 mô tả phương pháp trong đó dung dịch đúc được phun trong khe không khí trong vùng trên bằng không khí có độ ẩm cao hơn và trong vùng dưới bằng không khí có độ ẩm thấp hơn. Các bột giấy đơn nhất có mức độ polyme hóa khác nhau được sử dụng làm bột giấy, nhiệt độ kéo sợi lên tới 115°C.

Công bố sáng chế châu Âu số EP 0 853 146 mô tả phương pháp hai tầng trong đó thời gian ngâm các sợi trong giai đoạn kết tủa thứ nhất được điều chỉnh sao cho chỉ tính dính của bề mặt của dung dịch đúc thành các sợi được ngăn ngừa và các sợi này được làm đông tụ mà không có lực kéo trong giai đoạn kết tủa sau. Theo các ví dụ, nhiệt độ kéo sợi nằm trong khoảng từ 109 tới 112°C.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 97/23669, việc kéo sợi diễn ra trong dung dịch kéo sợi có hàm lượng NMMO lớn hơn 60%. Bột giấy đơn nhất được sử dụng.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 97/35054, sự kết hợp các thông số để thu được sợi có mức độ hóa sợi thấp được mô tả, cụ thể là nồng độ của chất phụ gia, bội số kéo dài trong khe không khí cũng như đường kính của lỗ vòi

phun. Bột giấy đơn nhất được sử dụng, nhiệt độ kéo sợi nằm trong khoảng từ 80 tới 120°C.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 97/38153, sự kết hợp các thông số để thu được sợi có mức độ hóa sợi thấp là tương tự như đã mô tả, cụ thể là chiều dài của khe không khí, tốc độ kéo sợi, thời gian ngâm trong khe không khí, tốc độ thổi không khí trong khe không khí, độ ẩm của không khí thổi cũng như tích số của thời gian ngâm trong khe không khí nhân với độ ẩm của không khí thổi. Bột giấy đơn nhất được sử dụng làm bột giấy.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 97/36028, các sợi được xử lý bằng dung dịch chứa từ 40 tới 80% NMMO, một cách tùy ý có phụ gia được bổ sung, khi ra khỏi dung dịch kết tủa.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 97/36029, các sợi được xử lý bằng dung dịch kẽm clorua khi ra khỏi dung dịch kết tủa.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 97/46745, các sợi được xử lý bằng dung dịch NaOH khi ra khỏi dung dịch kết tủa.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 98/02602, các sợi được xử lý bằng dung dịch NaOH khi ra khỏi dung dịch kết tủa trong trạng thái không căng.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 98/06745, hỗn hợp bột giấy được sử dụng thu được bằng cách hòa trộn các dung dịch gồm các bột giấy có mức độ polyme hóa khác nhau. Các chi tiết liên quan đến nhiệt độ kéo sợi không được chỉ ra.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 98/09009, việc bổ sung các chất phụ gia (các polyankylen, các glicol polyetylen, các polyacrilat) vào khối kéo sợi được mô tả. Bột giấy đơn nhất được sử dụng làm bột giấy.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 98/22642, hỗn hợp bột giấy có mức độ polyme hóa thấp được sử dụng. Nhiệt độ kéo sợi nằm trong khoảng từ 110 tới 120°C.

Hơn nữa trong công bố sáng chế quốc tế số WO 98/30740, hỗn hợp bột giấy được sử dụng, khối kéo sợi được kéo theo quá trình kéo sợi ly tâm. Nhiệt độ kéo sợi nằm trong khoảng từ 80 tới 120°C.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 98/58103, các chi tiết về kiểu phân bố trọng lượng phân tử của bột giấy trong khối kéo sợi từ hỗn hợp bột giấy được chỉ ra, sẽ giúp ổn định sự kéo sợi. Tuy nhiên, tài liệu này không đề cập đến tính chất hóa sợi của các sợi/ các tơ đơn thu được.

Trong DE 19753190, các sợi được xử lý bằng dung dịch NMMO đậm đặc khi ra khỏi dung dịch kết tủa.

Trong GB 2337990, đồng dung môi được sử dụng để hòa tan bột giấy đơn nhất. Dung dịch mới sinh được kéo ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 tới 70°C.

Trong US 6471727, khối kéo sợi từ bột giấy đơn nhất với hàm lượng hemiaxenluloza và licnin cao lần lượt được xử lý theo quá trình kéo sợi thổi nóng chảy hoặc khô/ ướt.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 01/81663, đĩa phun được mô tả trong đó ống mao dẫn kéo sợi được gia nhiệt trực tiếp gần với mặt cắt ngang của cửa xả. Biện pháp này được cho là để giảm xu hướng hóa sợi của các sợi Lyocell, tuy nhiên, các điều kiện kiểm tra không được chỉ rõ cho biện pháp này.

Công bố sáng chế quốc tế số WO 01/90451 mô tả phương pháp kéo sợi được đặc trưng bởi mối tương quan toán học bao gồm mật độ dòng nhiệt trong khe không khí và tỷ lệ chiều dài với đường kính của rãnh ép đùn. Các sợi kéo theo sáng chế được đề xuất để có xu hướng hóa sợi thấp hơn, tuy nhiên, các chi tiết khác không được chỉ ra.

Trong US 6773648, quá trình thổi nóng chảy để sản xuất sợi có mức độ hóa sợi giảm được công bố. Do chuẩn số sợi không đều của chúng, các sợi thổi nóng chảy là không phù hợp để sử dụng cho sản phẩm dệt.

Trong DE 10203093, sợi có mức độ hóa sợi thấp được sản xuất bằng cách kéo hai chất phụ gia có các nồng độ xenluloza khác nhau từ bột giấy đơn nhất ra khỏi vòi phun thành phần sinh học. Không có ví dụ được đưa ra.

Trong DE 10304655, rượu polyvinyl được bổ sung NMMO để cải thiện chất lượng dung dịch. Các điều kiện để kéo sợi có mức độ hóa sợi nhỏ không được chỉ ra.

Kết cấu cụ thể của sợi Lyocell, một mặt, dẫn tới các đặc tính cơ học của vải dệt trội hơn như độ bền cao trong cả trạng thái ướt lẫn khô cũng như độ ổn

định kích thước cao của các cụm phẳng được sản xuất từ đó và, mặt khác, dẫn tới độ đàn hồi nhỏ (độ giòn cao) của các sợi, mà chính nó biểu hiện sự giảm độ bền mài mòn so với các sợi viscô trong cụm phẳng.

Thuật ngữ độ đàn hồi (tính mềm) được xác định, theo định luật Hooke, là thương số của độ giãn dài của vật thử nghiệm và tải trọng gây ra độ giãn dài này. Việc tăng độ đàn hồi của các sợi Lyocell là mục đích của rất nhiều công bố:

Sợi Lyocell mềm được mô tả trong công bố sáng chế châu Âu số EP 0 686 712. Sáng chế này bảo hộ sợi có mức NMR giảm, thu được bằng cách lần lượt bổ sung các chất thuộc nitơ như urê, caprolactam hoặc aminopropanol vào dung dịch polyme hoặc vào trong dung dịch kết tủa, tương ứng. Tuy nhiên, thu được sợi có độ bền ướt thấp; nhờ đó, sợi này khác với các sợi theo sáng chế như được mô tả dưới đây.

Trong công bố sáng chế quốc tế số WO 97/25462, phương pháp để sản xuất sợi có mức độ hóa sợi giảm và mềm được mô tả, trong đó, sau dung dịch kết tủa, sợi đúc được chuyển vào hướng qua dung dịch làm sạch và dung dịch sau xử lý chứa rượu béo, ngoài ra, một cách tùy ý, có phụ gia natri hydroxit. Các đặc tính của các sợi thu được được mô tả không đủ. Cụ thể là thiếu dữ liệu về các độ bền khô và ướt, mà sẽ cho phép phân loại trong "đồ thị Höller", như được mô tả chi tiết hơn bên dưới.

Tuy nhiên, có thể nói rằng, trong các ví dụ thực hiện sáng chế, sợi này thể hiện kẻ mức chênh lệch đáng kể so với các độ giãn dài sợi chỉ ra trong tài liệu có dữ liệu tương ứng của các sợi theo sáng chế và do các giá trị thấp của độ giãn dài như được chỉ ra trong tài liệu này, độ đàn hồi của sợi không thể rất cao theo định nghĩa về độ đàn hồi nêu trên. Việc cải thiện tính chất hóa sợi như đã nêu trong tài liệu này không được xác nhận bởi dữ liệu bất kỳ.

Tài liệu sáng chế EP 1 433 881, EP 1 493 753, EP 1 493 850, EP 1 841 905, EP 2 097 563 và EP 2 292 815 lần lượt mô tả các sợi và các tơ đơn, tốt hơn là cho ứng dụng dây lợp, được sản xuất bằng cách bổ sung rượu polyvinyl vào NMMO/chất phụ gia. Các sợi/ các tơ đơn này được đặc trưng bởi độ bền cao, nhưng độ giãn dài nhỏ. Nhờ đó, độ đàn hồi của chúng có thể rất nhỏ theo định nghĩa nêu trên.

Ngoài ra các công bố mà chỉ ra rằng, bằng cách bổ sung các chất phụ gia vào khối kéo sợi, có thể gây ra ảnh hưởng tới tính chất hóa sợi và/hoặc độ đàn hồi của sợi, là Chanzy H, Paillet m, Hagege R „Spinning of cellulose from N-methylmorpholine N-oxide in the presence of additives“ Polymer 1990, 31, p 400-5 Weigel P, Gensrich J, Fink H-P „Strukturbildung Cellulosefasern aus Aminoxidlösungen“ Lenzinger Berichte 1994; 74(9), p 31-6 and Mortimer SA, Peguy AA „Methods for reducing the tendency of lyocell fibers to fibrillate“ J.appl.Polym.Sci. 1996, 60, p 305-16.

WO 2014/029748 (không công bố trước) bộc lộ việc sản xuất các sợi xenluloza kéo nhờ dung môi, đặc biệt là từ các dung dịch trong các chất lỏng ion. Ngoài ra, tình trạng của giải pháp kỹ thuật này là đã biết từ DE 10 2011 119 840 A1, AT 506 268 A1, US 6,153,136, CN 102477591A, công bố sáng chế quốc tế số WO 2006/000197, công bố sáng chế châu Âu số EP 1 657 258 A1, US 2010/0256352 A1, công bố sáng chế quốc tế số WO 2011/048608 A2, JP 2004/159231 A và CN 101285213 A.

Sáng chế về các sợi viscô (Cross và Bevan 1892, GB 8700) xuất hiện hơn một trăm năm trước. Mặc dù có các nhược điểm trong sản xuất (các vấn đề môi trường) và các đặc tính (tính chất làm sạch kém của kiểu thông thường), nhưng vẫn có hơn một triệu tấn loại sợi này được sản xuất mỗi năm.

Sự phát triển thêm nữa của quá trình cũ sau chiến tranh thế giới thứ hai (các sợi polynosic và các sợi modal) dẫn đến các sợi có tính chất làm sạch tốt hơn và độ ổn định kích thước cao hơn, nhưng không thể thay đổi các đặc tính nội tại của phương pháp (môi trường thích hợp cũng như, do số lượng lớn các bước quá trình, nên phương pháp này cực kỳ phức tạp).

Ngược lại, trong quá trình phát triển loại sợi mới "Lyocell" đã nhận thấy rõ ràng rằng, do sự thay đổi kết cấu của nó, sợi này yêu cầu các điều kiện quá trình đặc biệt và, do đó, các phương pháp có sẵn để xử lý sợi viscô hoặc sợi modal không thể được áp dụng trong dây chuyền dệt. Các máy và các điều chỉnh quá trình đặc biệt mà được làm thích ứng với sợi này là cần thiết đặc biệt là đối với việc hoàn thiện khô và ướt. Ngày nay, hơn 20 năm sau khi sợi Lyocell được đưa ra thị trường, nó vẫn có nhược điểm.

Ngày nay, có mong muốn truyền các đặc tính cụ thể của sợi viscô sợi như

- xu hướng hóa sợi thấp hơn trong trạng thái ướt
- độ đàn hồi cao hơn (độ giòn thấp hơn)

vào sợi Lyocell trong khi duy trì các đặc tính trội của sợi Lyocell (như, chẳng hạn, độ bền ướt cao, môđun ướt cao và, do đó, khả năng giặt sạch và độ ổn định kích thước mà, so với các sợi viscô, được cải thiện đáng kể).

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất sợi Lyocell có các giống với sợi viscô nhờ đó quá trình xử lý sợi này theo các phương pháp có sẵn và đã biết của quá trình xử lý sợi viscô có thể được thực hiện.

Sự thay đổi các đặc tính sẽ đạt được chỉ bằng cách chọn các thông số xử lý phù hợp để sản xuất sợi, mà không phải cần tới các hóa chất không liên quan tới quá trình này như các chất phụ gia với cả khối kéo sợi, dung dịch kéo sợi hoặc trong quá trình sau xử lý. Mọi hóa chất bổ sung trong hệ thống, như phụ gia với khối kéo sợi hoặc với dung dịch kéo sợi, cần phải có các hiệu quả tăng để thu hồi và thiết lập hệ số chi phí.

Mục đích của sáng chế đạt được bằng sợi xenluloza loại Lyocell mà có chuẩn số sợi nằm trong khoảng từ 0,8 dtex tới 3,3 dtex và được đặc trưng bởi các mối tương quan sau:

hệ số Höller F2 ≥ 1 , tốt hơn là ≥ 2 ;

hệ số Höller F1 $\geq -0,6$;

hệ số Höller F2 ≤ 6 và

hệ số Höller F2 trừ 4.5* hệ số Höller F1 ≥ 1 , tốt hơn là ≥ 3 .

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện đồ thị Höller của các sợi có bán trên thị trường từ xenluloza tái sinh trước khi phát triển sợi Lyocell;

Fig.2 thể hiện vùng trong đồ thị Höller trong đó các sợi theo sáng chế được định vị; và

Fig.3 thể hiện đồ thị Höller trong đó sợi theo sáng chế được tương phản với sợi Lyocell thông thường.

Mô tả chi tiết các phương án thực sáng chế

Dưới đây, các sợi Lyocell mới theo sáng chế được mô tả bằng cách viện dẫn tới "Hệ số Höller" F1 và F2 và được phân biệt với các sợi nhân tạo xenluloza đã biết của giải pháp kỹ thuật đã biết.

Trong khi cấu trúc hóa học cơ bản của các sợi xenluloza nhân tạo như, chẳng hạn, các sợi viscô, mà cũng gồm các sợi Lyocell, là gần như tương tự (xenluloza), các sợi này có các hệ trong khisố khác nhau như, chẳng hạn, độ kết tinh hoặc hơn nữa, sự định hướng, cụ thể là của các vùng vô định hình. Sẽ gặp khó khăn để phân biệt theo cách định lượng các hệ số này với nhau.

Cũng rõ ràng với chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này rằng sợi Lyocell khác với, ví dụ, sợi viscô sợi về các thông số cơ học của vải dệt (như, chẳng hạn, các giá trị độ bền), mà hơn nữa, về các đặc tính mà có thể được xác định ít rõ ràng hơn, chẳng hạn, "kẹp" vải dệt. Tương tự, có các chênh lệch đáng kể giữa các loại sợi xenluloza khác nhau sản xuất theo quá trình tạo sợi viscô như, chẳng hạn, sợi viscô (thông thường), sợi modal hoặc sợi polynosic.

Trong thí nghiệm thực hiện bởi R. Höller "Neue Methode zur Charakterisierung von Fasern aus Regeneratcellulose" Melland Textilberichte 1984 (65) p. 573-4, sự khác nhau rõ ràng giữa các loại sợi khác nhau làm bằng xenluloza tái sinh đã biết ở thời điểm, chẳng hạn, các sợi được sản xuất theo quá trình tạo sợi viscô, có thể có trên trên cơ sở các dấu hiệu định lượng.

Theo sự gợi ý này, sự phức tạp của việc so sánh số lượng các đặc tính sợi lớn hơn có thể được đơn giản hóa một cách đáng kể bằng cách tạo thành một vài thông số tách các sợi thành các nhóm có các đặc tính tương tự nhờ phân tích hệ số. Phân tích hệ số là phương pháp thống kê đa biến mà có thể giảm nhóm các dấu hiệu có tương quan với nhau tới số lượng các hệ số không tương quan với nhau nhỏ hơn.

Các đặc tính cơ học dệt sử dụng bởi Höller để phân tích hệ số là lực kéo lớn nhất được xử lý (FFk) và ướt (FFn), độ giãn dài bởi lực kéo lớn nhất được

xử lý (FDk) và ướt (FDn), môđun ướt (NM), độ bền vòng được xử lý (SFk) cũng như độ bền nút được xử lý (KFk).

Tất cả các đối tượng đo này cũng như cách xác định chúng đã được biết bởi chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này, xem, cụ thể là, quy tắc BISFA "Testing methods viscose, modal, lyocell and acetate staple fibers and tows" Edition 2004 Chapters 6 và 7, và sẽ được mô tả chi tiết hơn bên dưới.

Trong nhóm sợi cung cấp sẵn cho Höller, có từ 87% tới 92% sự thay đổi giữa các mẫu thử có thể được tìm thấy bởi chỉ hai hệ số (xem Fig.1). Hai hệ số này được tính toán như sau:

$$\text{Hệ số Höller F1} = -1,109 + 0,03992 \times \text{FFk} - 0,06502 \times \text{FDk} + 0,04634 \times \text{FFn} - 0,04048 \times \text{FDn} + 0,08936 \times \text{NM} + 0,02748 \times \text{SFk} + 0,02559 \times \text{KFk}$$

$$\text{Hệ số Höller F2} = -7,070 + 0,02771 \times \text{FFk} + 0,04335 \times \text{FDk} + 0,02541 \times \text{FFn} + 0,03885 \times \text{FDn} - 0,01542 \times \text{NM} + 0,2891 \times \text{SFk} + 0,1640 \times \text{KFk}.$$

Như có thể thấy trên Fig.1, sự phân hóa rõ ràng giữa các loại sợi khác nhau có thể được minh họa bằng cách phân tích này – xây dựng trên cơ sở các thông số đo được rõ ràng.

Fig.1 thể hiện trên hệ tọa độ của các hệ số Höller F1 và F2, nhóm sợi gồm trên 70 mẫu thử gồm các sợi có bán trên thị trường bằng xenluloza tái sinh mà đã được kiểm tra bởi Höller. Cùng với hệ số F1, có thể xác định việc chia thành các sợi viscô (thông thường) và các sợi modal, mà cũng được liệt kê bởi BISFA như các loại sợi khác nhau (mặc dù chúng được sản xuất theo cùng phương pháp cơ bản, cụ thể là quá trình tạo sợi viscô). Ở bên trái trục tung, vùng của các sợi viscô (thông thường) được thể hiện (biểu thị là "V" trên Fig.1). Gần như ở bên phải trục tung, vùng của các sợi modal được thể hiện, mà còn được kết cấu thành hai nhóm con, nghĩa là, các sợi loại HWM ("HWM" – môđun ướt cao) và các sợi loại polynosic ("PN"). Ngoài ra, đường giới hạn (nét đứt) được vẽ trên đồ thị, quá đường này, không có các sợi làm bằng xenluloza tái sinh và được kiểm tra ở thời điểm được định vị. Tuy nhiên, ở thời điểm công bố này, các sợi Lyocell vẫn trong giai đoạn thử nghiệm và không có bán trên thị trường.

Các sợi Lyocell mà hiện nay là có bán trên thị trường có các giá trị Höller F1 nằm trong khoảng từ 2 tới 3 và các giá trị F2 nằm trong khoảng từ 2 tới 8.

Trên "đồ thị Höller" theo Fig.1, do đó, các sợi này sẽ được định vị quá đường giới hạn nêu trên, từ đó mức chênh lệch đáng kể giữa các sợi thuộc nhóm viscô và các sợi Lyocell được nhìn thấy rõ ràng.

Bây giờ, sợi theo sáng chế được định vị trong vùng thuộc đồ thị Höller mà có thể được minh họa bởi hình vuông.

Các cạnh của hình vuông tương ứng với các giá trị hoặc các mối tương quan sau, một cách tương ứng:

Giới hạn dưới $F2 = 1$

Giới hạn trái $F1 = -0,6$

Giới hạn trên $F2 = 6$

Giới hạn phải xác định qua mối tương quan:

Hệ số Höller $F2$ trừ $4.5 \times$ hệ số Höller $F1 \geq 1$, tốt hơn là ≥ 3

Kết cấu của sợi Lyocell theo sáng chế trên đồ thị Höller thu được từ mối tương quan được thể hiện trên Fig.2. Nói chung, do đó sợi theo sáng chế chiếm trên đồ thị Höller khoảng trống bên trên trục hoành và quanh trục tung cũng như ở bên trái trục tung và được phân biệt rõ ràng với các sợi Lyocell mà hiện nay có bán trên thị trường và, trên đồ thị Höller, được định vị, nói chung, (đáng kể) ở bên phải trục tung.

Ngược lại, sợi Lyocell theo sáng chế được định vị trên đồ thị Höller gần với vùng của sợi viscô (thông thường). Trên thực tế, đã được thể hiện rằng sợi Lyocell theo sáng chế có, liên quan đến khả năng xử lý của nó, các đặc tính mà "tương tự hơn nhiều với sợi viscô" so với các đặc tính của các sợi Lyocell mà hiện nay có bán trên thị trường.

Trong thực tế của ngành dệt, các đặc tính "tương tự sợi viscô hơn" này dẫn tới các thay đổi đặc tính sau:

- Sợi theo sáng chế có thể được nhuộm dưới dạng cụm phẳng tương tự sợi viscô trong danh sợi (các sợi Lyocell đã biết chỉ phù hợp cho việc nhuộm chiều rộng hở).

- các cụm phẳng (như các vải dệt kim) làm bằng sợi theo sáng chế, mà không trải qua quá trình hoàn thiện chất lượng cao với nhựa hoàn thiện, sẽ duy trì dạng bên ngoài vải không thay đổi trong thời gian dài hơn khi được giặt.

- các cụm phẳng làm bằng sợi theo sáng chế có độ bền mài mòn tương tự với các cụm phẳng làm bằng sợi viscô và do đó thể hiện sự cải tiến gấp đôi so với các sợi Lyocell đã biết.

Tuy nhiên, sợi theo sáng chế vẫn duy trì độ ổn định kích thước cao trong quá trình làm sạch mà là đặc tính của sợi Lyocell.

Mặc dù các vùng của sợi theo sáng chế và của các sợi viscô (thông thường) cũng như, một phần, của các sợi modal xếp chồng trên đồ thị Höller, tuy nhiên, các loại sợi này có thể được phân biệt rõ ràng với nhau dựa trên các khác biệt cơ bản trong quá trình sản xuất, do sợi theo sáng chế có thể được phân biệt theo cách phân tích một cách rõ ràng từ các sợi được sản xuất theo quá trình tạo sợi viscô như các sợi viscô (thông thường) và các sợi modal:

- Lượng dư của dung môi kết hợp với sợi kiểu Lyocell được dò thấy (cụ thể là các phần dư của NMMO trong trường hợp các sợi được sản xuất theo quá trình amin oxit).

- Không giống với sợi được sản xuất theo quá trình tạo sợi viscô, sợi này không chứa lưu huỳnh.

Theo phương pháp được mô tả dưới đây, tính chất mòn ướt của sợi theo sáng chế nằm trong khoảng từ 300 tới 5000 vòng quay lên tới điểm đứt sợi, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 500 tới 3000 vòng quay.

Độ đàn hồi (nghĩa là, thương số FDK/FFk) của sợi theo sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,55 tới 1,00, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,65 tới 1,00.

Đã được thể hiện rằng sự mòn khô theo Martindale của một vải dệt kim một mặt phải là 150 g/m² làm bằng sợi được kéo sợi trên máy kéo sợi kiểu nổi khuyên Nm 50/1 của sợi theo sáng chế có thể nằm trong khoảng từ 30 000 tới 60 000 vòng xoắn lên tới điểm tạo lỗ.

Tốt hơn là, sợi theo sáng chế được đặc trưng trong đó nó được sản xuất theo quá trình amin oxit.

Tốt hơn là, sợi theo sáng chế được tạo dưới dạng sợi cắt ngắn, nghĩa là, dưới dạng các sợi cắt.

Sự thay đổi đặc tính theo sáng chế của các sợi Lyocell về phía sợi Lyocell tương tự với sợi viscô và do đó đạt được sự tái định vị của dữ liệu sợi trên đồ thị Höller, theo sáng chế, bằng cách điều chỉnh cẩn thận vật liệu thô và các điều kiện quá trình:

1) Bột giấy

Sự phân bố trọng lượng phân tử xác định của vật liệu thô sử dụng được yêu cầu để sản xuất sợi theo sáng chế. Điều này đạt được cụ thể là bằng cách hòa trộn hai hoặc nhiều hơn hai bột giấy riêng lẻ. Nhờ đó, tốt hơn là sợi theo sáng chế được đặc trưng trong đó nó được sản xuất từ hỗn hợp của ít nhất hai bột giấy khác nhau.

Phân bố trọng lượng phân tử được đặc trưng bởi các thông số sau:

a) Lượng xenluloza hoặc các chất kèm theo của xenluloza (các pentosan và các hexosan polyme như xylan, glucomanan, beta-1,4-glucan thấp phân tử) với mức độ polyme hóa nhỏ hơn 50 là dưới 2% (dựa trên hỗn hợp bột giấy), tốt hơn là dưới 1,5 % (việc quyết định phân bố trọng lượng phân tử với GPC/SEC bởi MALLS detection in DMAC/LiCl, Bohrn, R., A. Potthast, et al. (2004). "A novel diazo reagent for fluorescence labeling of carboxyl groups in pulp." *Lenzinger Berichte* 83: 84-91).

b) Lượng từ 70% tới 95% hỗn hợp bột giấy có độ nhớt giới hạn nằm trong khoảng từ 250 tới 500 ml/g, tốt hơn là từ 390 tới 420 ml/g (đo theo SCAN-CM 15:99), được xem như "thành phần thấp phân tử".

c) Lượng từ 5% tới 30% hỗn hợp bột giấy có độ nhớt giới hạn từ 1000 tới 2500 ml/g, tốt hơn là từ 1500 tới 2100 ml/g, được xem như "thành phần cao phân tử".

d) Tốt hơn là, lượng thành phần thấp phân tử bằng từ 70 tới 75%, nếu thành phần cao phân tử độ nhớt giới hạn từ 1000 tới 1800 ml/g, và, lần lượt, từ 70 tới 95%, nếu thành phần cao phân tử có độ nhớt giới hạn > 2000 ml/g.

e) Hơn nữa, độ sạch của bột giấy sử dụng là quan trọng: Độ sạch được xác định như giá trị trung bình của các độ chịu kiềm R10 và R18 theo DIN 54355 (1977), nghĩa là, quyết định sức chịu của bột giấy chống lại natri hydrat

(độ chịu kiềm). Giá trị này gần như tương ứng với hàm lượng xenluloza anpha theo TAPPI T 203 CM-99.

Độ sạch của thành phần thấp phân tử là > 91%, tốt hơn là > 94%, độ sạch của thành phần cao phân tử là > 91%, tốt hơn là > 96%.

Đã được thể hiện rằng, cụ thể là bằng cách sử dụng bột giấy có độ sạch cao như bột giấy có xơ nhưng trên hạt bông, có thể dễ dàng sản xuất các sợi có các đặc tính theo sáng chế hơn.

Hơn nữa, đã được thể hiện rằng các bột giấy làm bằng các vải bông tái sinh ("các sợi bông tái sinh" – RCF) là phù hợp để sản xuất các sợi theo sáng chế. Bột giấy này có thể là được sản xuất theo sự hướng dẫn trong công bố publication "Process for pretreating reclaimed cotton fibres to be used in the production of moulded bodies from regenerated cellulose " (Research Disclosure, www.researchdisclosure.com, database number 609040, published digitally December 11, 2014).

2) Các điều kiện kéo sợi

Cùng với việc chọn thành phần bột giấy thích hợp, các điều kiện kéo sợi để sản xuất sợi theo sáng chế cũng rất quan trọng:

i) Lưu lượng của khối kéo sợi sẽ nằm trong khoảng từ 0,01 và 0,05 g/lỗ vòi phun/ phút, tốt hơn là từ 0,015 tới 0,025 g/lỗ vòi phun/ phút.

ii) Chiều dài khe không khí: Quá trình sản xuất sợi theo sáng chế khác với giải pháp kỹ thuật đã biết (công bố sáng chế quốc tế số WO 95/02082, WO 97/38153) trong đó chiều dài khe không khí không cấu thành thông số thích hợp. Các sợi theo sáng chế đã đạt được bằng chiều dài khe không khí bắt đầu từ 20 mm.

iii) Môi trường trong khe không khí: Việc chế tạo sợi theo sáng chế cũng khác với giải pháp kỹ thuật đã biết (công bố sáng chế quốc tế số WO 95/02082, WO 97/38153) trong đó độ ẩm và nhiệt độ của không khí thổi không cấu thành các thông số thích hợp. Các giá trị độ ẩm của không khí thổi nằm trong khoảng từ 0 g/kg không khí tới 30 g/kg không khí là áp dụng được, và nhiệt độ của không khí thổi có thể nằm trong khoảng từ 10°C và 30°C (đã biết với chuyên gia

trong lĩnh vực kỹ thuật này, để giá trị độ ẩm đã cho của không khí thổi, nhiệt độ không khí nhỏ nhất tương ứng với độ ẩm tương đối 100% không thể đạt tới).

Tốc độ của không khí thổi trong khe không khí nhỏ hơn để sản xuất các sợi Lyocell mà hiện nay có bán trên thị trường và sẽ nhỏ hơn 3 m/giây, tốt hơn là khoảng từ 1 tới 2 m/giây.

iv) Bội số kéo dài trong khe không khí: Giá trị của bội số kéo dài trong khe không khí (thương số của tốc độ kéo từ dung dịch kéo sợi với tốc độ ép đùn từ vòi phun) sẽ nhỏ hơn 7. Căn cứ vào chuẩn số sợi xác định của sợi, sẽ đạt được bội số kéo dài nhỏ nhờ sử dụng các vòi phun có các đường kính lỗ nhỏ. Các vòi phun có đường kính lỗ $\leq 100 \mu\text{m}$ được sử dụng được, các vòi phun có đường kính lỗ nằm trong khoảng từ 40 μm tới 60 μm được ưu tiên.

v) Nhiệt độ kéo sợi: Sự kéo sợi sẽ xuất hiện ở nhiệt độ cao nhất có thể, mà được giới hạn chỉ bởi tính chịu nhiệt của dung môi. Tuy nhiên, không thể đạt tới giá trị 130°C.

vi) Nhiệt độ dung dịch kéo sợi có thể nằm trong khoảng từ 0°C tới 40°C, các giá trị nằm trong khoảng từ 0°C tới 10°C được ưu tiên.

vii) Trong quá trình vận chuyển sợi từ dung dịch kéo sợi vào trong dung dịch sau xử lý và trong quá trình sau xử lý, các tơ đơn sẽ được làm lộ ra, theo công bố sáng chế quốc tế số WO 97/33020, với tải kéo theo chiều dọc không lớn hơn 5,5 cN/tex.

Đã được thể hiện rằng, nếu các thông số trên đây được thỏa mãn, các sợi Lyocell mà tuân theo các mối tương quan theo sáng chế liên quan đến hai hệ số Höller F1 và F2 và nhờ đó thu được các đặc tính “tương tự sợi viscô” cao hơn theo cách tái sản xuất được này.

Sáng chế cũng đề cập tới bó sợi bao gồm các sợi theo sáng chế. "Bó sợi" được hiểu là các sợi, ví dụ, các sợi cắt ngắn, đánh sợi gồm các tơ đơn liên tục hoặc bó gồm các sợi.

Các phương pháp định lượng:

Kiểm tra các đặc tính cơ học dệt:

Việc xác định chuẩn số sợi của các sợi (mật độ thẳng) được thực hiện quy tắc BISFA "Testing methods viscose, modal, lyocell and acetate staple fibers and tows" Edition 2004 Chapter 6 nhờ máy nghiệm rung, kiểu Lenzing Technik.

Việc xác định lực kéo lớn nhất (khả năng chống đứt), của độ giãn dài bởi lực kéo lớn nhất (độ giãn dài ở điểm đứt) trong trạng thái được xử lý và trạng thái ướt, và của môđun ướt được thực hiện, theo quy tắc BISFA nêu trên, Chapter 7, nhờ thiết bị kiểm tra độ bền kéo Lenzing Vibrodyn (thiết bị để kiểm tra lực kéo trên các sợi đơn ở tốc độ biến dạng không đổi).

Độ bền vòng được xác định trên cơ sở DIN 53843, phần 2, theo cách sau:

Các chuẩn số sợi của hai sợi sử dụng để kiểm tra được xác định trên máy nghiệm rung. Để xác định độ bền vòng, sợi thứ nhất được tạo thành vòng và được kẹp với cả hai đầu vào quả cân có tải trọng đặt trước (kích thước của quả cân có tải trọng đặt trước theo quy tắc BISFA nêu trên, chương 7). Sợi thứ hai được kéo vào trong vòng của sợi thứ nhất và các đầu được đặt vào trong kẹp trên (đầu định lượng) của thiết bị kiểm tra độ bền kéo theo cách mà sự giao nhau được bố trí ở giữa hai kẹp. Sau khi tải trọng đặt trước đã được làm cho bằng nhau, kẹp dưới được đóng kín và kiểm tra độ bền kéo được bắt đầu (chiều dài kẹp 20 mm, tốc độ kéo 2 mm/phút). Cần phải đảm bảo rằng sự đứt của sợi xuất hiện ở vòng cung. Như độ bền vòng liên quan tới chuẩn số sợi, giá trị lực kéo lớn nhất đã đo, mà đã thu được, được chia bởi chuẩn số sợi nhỏ hơn trong số hai chuẩn số sợi của sợi.

Độ bền nút được xác định trên cơ sở DIN 53842, phần 1, theo cách sau:

Vòng được tạo từ sợi được kiểm tra, một đầu của sợi được kéo qua vòng và, nhờ đó, nút lỏng được tạo ra. Sợi được đặt vào trong kẹp trên của thiết bị kiểm tra độ bền kéo theo cách mà nút được đặt ở giữa giữa các kẹp. Sau khi tải trọng đặt trước đã được làm cho bằng nhau, kẹp dưới được đóng kín và kiểm tra độ bền kéo được bắt đầu (chiều dài kẹp 20 mm, tốc độ kéo 2 mm/phút). Để đánh giá, chỉ các kết quả được sử dụng trong đó sợi đã đứt trên thực tế ở nút.

Xác định tính chất kết thành thớ theo phương pháp mài mòn ướt:

Phương pháp mô tả trong công bố của Helfried Stöver: "Zur Fasernassscheuerung von Viskosefasern" Faserforschung und Textiltechnik 19 (1968) Issue 10, p. 447-452, được sử dụng.

Nguyên tắc này dựa trên sự mòn của các sợi đơn trong trạng thái ướt nhờ sử dụng trục thép quay phủ ống sợi viscô. Ống này được làm ướt một cách liên tục bằng nước. Số vòng quay cho đến khi sợi bị mòn hết và quả cân có tải trọng đặt trước gây ra sự tiếp xúc được xác định và liên quan tới chuẩn số sợi sợi tương ứng.

Thiết bị: Máy mài mòn Delta 100 của Lenzing Technik Instruments

Ra khỏi công bố nêu trên, trục thép được di chuyển một cách liên tục theo chiều dọc trong quá trình đo để ngăn ngừa sự tạo thành các rãnh trong ống sợi.

Nguồn cấp ống sợi: Vom Baur GmbH & KG. Marktstraße 34, D-42369 Wuppertal

Các điều kiện kiểm tra:

Lưu lượng nước: 8,2 ml/phút

Tốc độ quay: 500 U/phút

Góc mài mòn: 40° cho chuẩn số sợi 1,3 dtex, 50° cho chuẩn số sợi 1,7 dtex, 50° cho chuẩn số sợi 3,3 dtex

Quả cân có tải trọng đặt trước: 50mg cho chuẩn số sợi 1,3 dtex, 70mg cho chuẩn số sợi 1,7 dtex, 150mg cho chuẩn số sợi 3,3 dtex

Xác định khả năng chống mòn của các cụm phẳng theo Martindale:

Các phương pháp theo tiêu chuẩn "Xác định độ bền mài mòn của cụm vải phẳng bằng phương pháp Martindale - phần 2: Definition of the Destruction of Samples (ISO 12947-2:1998+Cor.1:2002; German version EN ISO 12947-2:1998+AC:2006).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các bột giấy và hỗn hợp bột giấy, lần lượt, được mô tả dưới đây trong Bảng 1 được xử lý trong các khối kéo sợi của hợp phần biểu thị trên Bảng 2 và kéo thành các sợi có chuẩn số sợi nằm trong khoảng từ 1,2 tới 1,6 dtex bằng

phương pháp kéo sợi theo công bố sáng chế quốc tế số WO 93/19230 ở các điều kiện trên Bảng 2.

Các thông số không đổi không được biểu thị trên bảng là:

- đầu ra khối kéo sợi 0,02 g/lỗ/phút
- khe không khí bằng 20 mm
- độ ẩm của không khí thổi bằng từ 8 tới 12 g H₂O/kg không khí
- nhiệt độ của không khí thổi bằng từ 28 tới 32°C
- tốc độ của không khí thổi trong khe không khí bằng 2 m/giây

Dữ liệu cơ học vải của sợi thu được được chỉ ra trong bảng 3. Các hệ số Höller tính từ dữ liệu vải, giá trị mài mòn ướt và độ đàn hồi của các sợi có thể xem trên bảng 4. Các kết quả thể hiện rõ ràng tác động của bột giấy và sự tối quan trọng của nhiệt độ kéo sợi.

Bảng 1

Bột giấy	Mã	độ nhớt giới hạn	hàm lượng anpha	lượng DP <50	DP>2000
		ml/g	%	%	
Solucell 250	So 250	270	91,8	1,3	2,8
Borregard Derivative HV	Bo HV	1030	n.b.	1,4	49,1
Saiccor	Sai	383	90,4	6,6	14,9
Borregard Derivative VHV	Bo VHV	1500	92,7	n.b.	n.b.
Solucell 400	So 400	415	94,9	1,9	11,8
Cotton Linters low MW	Co LV	396	97,1	0,6	0
Cotton Linters high MW	Co HV	2030	99,1	0	98,3
Reclaimed cotton fibers, low MW	RCF LV	423	97,1	0,45	7,7
Reclaimed cotton fibers, high MW	RCF HV	1840	97,8	0	68,7

Các bột giấy “RCV LV” và “RCV HV” được sản xuất theo hướng dẫn trong công bố "Process for pretreating reclaimed cotton fibres to be used in the production of moulded bodies from regenerated cellulose" Research Disclosure, www.researchdisclosure.com, database number 609040, published digitally December 11, 2014).

Bảng 2

	bột giấy hoặc hỗn hợp bột giấy, tương ứng	tỷ lệ lượng cao phân tử/ lượng thấp phân tử	khối kéo sợi	kéo sợi	vòi phun	bội số kéo dài	nhệt độ kéo sợi	kéo sợi
			%	%	μ		°C	°C
Mẫu thử 1	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	40	1,54	131	0
Mẫu thử 2	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	50	2,41	131	0
Mẫu thử 3	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	60	3,47	130	0
Mẫu thử 4	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	80	6,17	130	0
Mẫu thử 5	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	60	3,47	130	20
Mẫu thử 6	Co HV/Co LV	10 / 90	11	10,5	50	2,41	132	0
Mẫu thử 7	Co HV/Co LV	10 / 90	11	10,5	50	2,41	132	20
Mẫu thử 8	Co HV/Co LV	10 / 90	13	11,7	50	2,85	131	0
Mẫu thử 9	Co HV/Co LV	5 / 95	13,5	10	50	2,96	130	20
Mẫu thử 10	Co HV/Co LV	5 / 95	13,5	10	50	2,96	131	0
Mẫu thử 11	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	40	1,54	130	20
Mẫu thử 12	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	50	2,41	130	20
Mẫu thử 13	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	60	3,47	130	20
Mẫu thử 14	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	70	4,73	130	20
Mẫu thử 15	Bo VHV/So 400	24 / 76	11	12	50	2,41	132	20
Mẫu thử 16	RCF HV /	10 / 90	11	12	50	2,41	130	0

	bột giấy hoặc hỗn hợp bột giấy, tương ứng	tỷ lệ lượng cao phân tử/ lượng thấp phân tử	khối kéo sợi	kéo sợi	vòi phun	bội số kéo dài	hiệu độ kéo sợi	kéo sợi
			%	%	μ		°C	°C
	RCF LV							
Mẫu thử 17	Bo VHV / RCF LV	10 / 90	11	12	50	2,41	132	0
So sánh Mẫu thử 1	Co HV/Co LV	5 / 95	13,5	10	50	2,96	122	0
So sánh Mẫu thử 2	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	100	9,64	130	20
So sánh Mẫu thử 3	Sai		12,8	10,5	40	1,80	132	20
So sánh Mẫu thử 4 (sợi Lyocell thương mại)	Sai		13	10,5	100	11,4	124	20

Bảng 3

	chuẩn số sợi	FFk	FDk	FFn	FDn	NM	SFk	KFk
	dtex	cN/tex	%	cN/tex	%	cN/tex, 5%	cN/tex	cN/tex
Mẫu thử 1	1,37	21,8	15,2	16,7	22,8	4,2	14,8	21,3
Mẫu thử 2	1,37	25,1	21,5	17,8	28,2	3,9	15,7	23,3
Mẫu thử 3	1,37	26,4	17,4	19,0	22,2	4,8	16,3	23,3
Mẫu thử 4	1,37	26,3	16,5	20,8	22,8	5,4	17,5	25,1
Mẫu thử 5	1,36	26,0	14,0	17,5	20,5	4,7	14,5	22,7

	chuẩn số sợi	FFk	FDk	FFn	FDn	NM	SFk	KFk
	dtex	cN/tex	%	cN/tex	%	cN/tex, 5%	cN/tex	cN/tex
Mẫu thử 6	1,23	24,5	19,0	18,7	25,5	4,4	16,1	22,5
Mẫu thử 7	1,34	24,7	17,5	20,0	24,4	5,5	16,7	24,1
Mẫu thử 8	1,54	26,4	16,1	19,5	21,7	4,7	17,4	23,6
Mẫu thử 9	1,29	27,5	14,9	20,5	21,0	5,8	20,6	24,9
Mẫu thử 10	1,37	24,8	17,8	19,4	24,2	4,5	19,1	23,6
Mẫu thử 11	1,34	21,3	14,1	14,9	22,8	3,6	11,5	19,2
Mẫu thử 12	1,30	24,1	15,2	15,4	19,2	4,4	10,2	19,4
Mẫu thử 13	1,37	22,9	15,9	18,1	22,7	4,4	11,1	20,3
Mẫu thử 14	1,30	25,3	14,6	19,4	21,8	5,0	12,0	20,5
Mẫu thử 15	1,30	27,5	16,9	22,7	22,8	6,0	13,2	23,8
Mẫu thử 16	1,36	24,6	16,0	18,5	23,9	4,2	14,8	22,4
Mẫu thử 17	1,32	23,1	16,5	17,9	24,5	4,0	14,1	20,9
So sánh Mẫu thử 1	1,30	28,8	15,0	21,1	23,6	5,3	20,9	25,2
So sánh Mẫu thử 2	1,43	27,7	11,1	21,6	16,1	8,1	16,7	25,0
So sánh Mẫu thử 3	1,31	30,1	13,5	22,3	16,4	6,9	11,3	21,1
So sánh Mẫu thử 4 (sợi Lyocell thương mại)	1,37	39,3	13,6	34,9	18,6	10,6	18,9	31,7

Bảng 4

	Hệ số Höller	Hệ số Höller	giá trị mài mòn ướt	độ đàn hồi
--	-----------------	-----------------	------------------------	------------

	F 1	F 2	số vòng quay cho đến khi đứt	FDk/FFk
Mẫu thử 1	-0,05	3,20	1951	0,70
Mẫu thử 2	-0,45	4,39	1947	0,86
Mẫu thử 3	0,27	4,22	664	0,66
Mẫu thử 4	0,51	4,88	370	0,63
Mẫu thử 5	0,40	3,33	244	0,54
Mẫu thử 6	-0,12	4,16	1427	0,78
Mẫu thử 7	-0,07	5,02	1455	0,71
Mẫu thử 8	0,42	4,53	511	0,61
Mẫu thử 9	0,84	5,61	303	0,54
Mẫu thử 10	0,17	5,15	635	0,72
Mẫu thử 11	-0,28	1,82	336	0,66
Mẫu thử 12	-0,04	1,45	585	0,63
Mẫu thử 13	-0,09	2,06	410	0,70
Mẫu thử 14	0,27	2,36	312	0,58
Mẫu thử 15	0,52	3,49	443	0,62
Mẫu thử 16	0,08	3,59	1153	0,65
Mẫu thử 17	-0,14	3,13	821	0,71
So sánh				
Mẫu thử 1	1,21	5,94	332	0,52
So sánh				
Mẫu thử 2	1,45	4,16	125	0,40
So sánh				
Mẫu thử 3	1,05	2,17	30	0,45
So sánh				
Mẫu thử 4 (sợi Lyocell thương mại)	2,72	6,17	40	0,34

Fig.3 thể hiện vị trí của các mẫu thử/ các mẫu thử so sánh trong đồ thị Höller cũng như vùng của đồ thị mà được bảo hộ theo sáng chế. Trong đó, các mẫu thử từ 1 tới 17 (theo sáng chế) được biểu thị bằng các chữ số tương ứng của chúng, trong khi các mẫu thử so sánh từ 1 tới 4 được biểu thị bằng “V” cố định trước, một cách tương ứng.

Mẫu thử so sánh 1 chứng minh rằng mục đích theo sáng chế không đạt được nếu nhiệt độ kéo sợi, mà, ở 122°C, nhỏ hơn giá trị yêu cầu ít nhất 130°C ngay cả khi giữ nguyên tất cả các thông số sản xuất tương ứng với các thông số để sản xuất sợi theo sáng chế.

Mẫu thử so sánh 2 chứng minh rằng mục đích theo sáng chế không đạt được nếu bội số kéo dài, mà, bằng 9,64, lớn hơn giá trị yêu cầu nhỏ hơn 8,00, ngay cả khi giữ nguyên tất cả các thông số sản xuất tương ứng với các thông số để sản xuất sợi theo sáng chế.

Mẫu thử so sánh 2 chứng minh sự quan trọng của bột giấy. Mục đích theo sáng chế không đạt được nếu thành phần bột giấy, mà, với bột giấy đơn nhất, không có tỷ lệ cần thiết của trọng lượng phân tử thấp và rất cao, ngay cả khi giữ nguyên tất cả các thông số sản xuất tương ứng với các thông số để sản xuất sợi theo sáng chế.

Mẫu thử so sánh 2 thể hiện các đặc tính và vị trí trên đồ thị Höller của sợi Lyocell thương mại (Tencel® of Lenzing AG).

Ví dụ xử lý

130kg bó sợi 1,3 dtex/38 mm theo mẫu thử 11 được xử lý thành chỉ vòng Nm 50. Vải dệt kim một mặt phải đơn với khối lượng trên mỗi đơn vị diện tích bằng 150 g/m² được sản xuất từ chỉ này. Mẫu thử của một vải dệt kim một mặt phải này được nhuộm bằng Novacronmarine FG 4%, tỷ lệ dung dịch 1:30, ở 60°C trong phòng thí nghiệm trong 45 phút và sau đó phải trải qua 15 lần làm sạch ở 60°C.

Bảng 5 thể hiện tính chất ăn mòn và làm sạch của vải dệt kim một mặt phải này so với cụm phẳng có cấu trúc tương tự lần lượt làm bằng sợi viscô hoặc sợi Lyocell thương mại

Bảng 5

	Sợi theo mẫu thử 11	sợi viscô 1,3 dtex	Lyocell tiêu chuẩn 1,3 dtex
Độ bền mòn theo Martindale Số vòng xoắn cho đến khi tạo lỗ	57 500	58 750	15 500
Các thử nghiệm làm sạch thang đo độ xám*			
Độ sau khi làm sạch lần thứ nhất	4-5	4	3-4
Độ sau khi làm sạch lần thứ năm	4-5	4	1
Độ sau khi làm sạch lần thứ mười	3	4-5	2
Độ sau khi làm sạch lần thứ mười năm	2-3	4-5	1

* Các độ từ 1 tới 5, độ tốt nhất là 5

Yêu cầu bảo hộ

1. Sợi xenluloza loại Lyocell mà có chuẩn số sợi nằm trong khoảng từ 0,8 dtex tới 3,3 dtex và được đặc trưng bởi các mối tương quan sau:
 hệ số Höller $F2 \geq 1$, tốt hơn là ≥ 2 ;
 hệ số Höller $F1 \geq -0,6$;
 hệ số Höller $F2 \leq 6$ và
 hệ số Höller $F2$ trừ 4,5* hệ số Höller $F1 \geq 1$, tốt hơn là ≥ 3 .
2. Sợi theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, độ bền mài mòn ướt nằm trong khoảng từ 300 tới 5000 vòng quay.
3. Sợi theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, độ đàn hồi nằm trong khoảng từ 0,55 tới 1,00.
4. Sợi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vải dệt kim một mặt phải đơn nhất 150g/m^2 được sản xuất từ sợi được kéo sợi trên máy kéo sợi kiểu nổi khuyên Nm 50/1 của sợi này có độ bền mài mòn theo Martindale nằm trong khoảng từ 30 000 tới 60 000 vòng xoắn lên tới điểm tạo lỗ.
5. Sợi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, nó được sản xuất theo quá trình amin oxit.
6. Sợi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, nó được sản xuất từ hỗn hợp của ít nhất hai bột giấy khác nhau.
7. Bó sợi bao gồm các sợi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.

FIG. 1

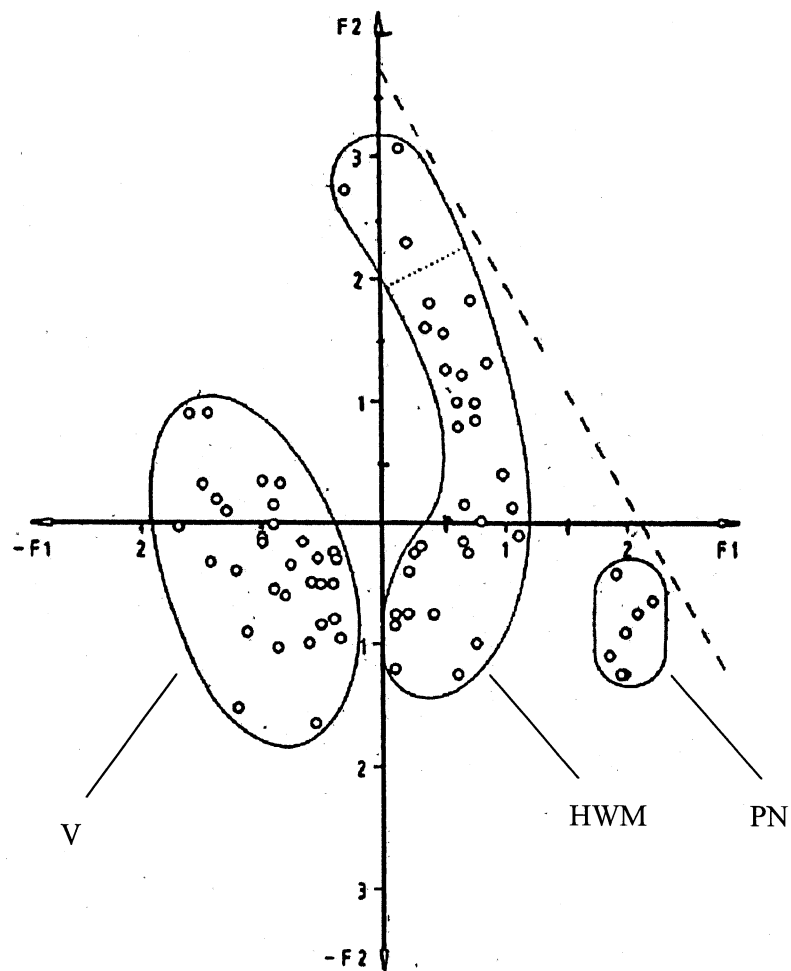


FIG. 2

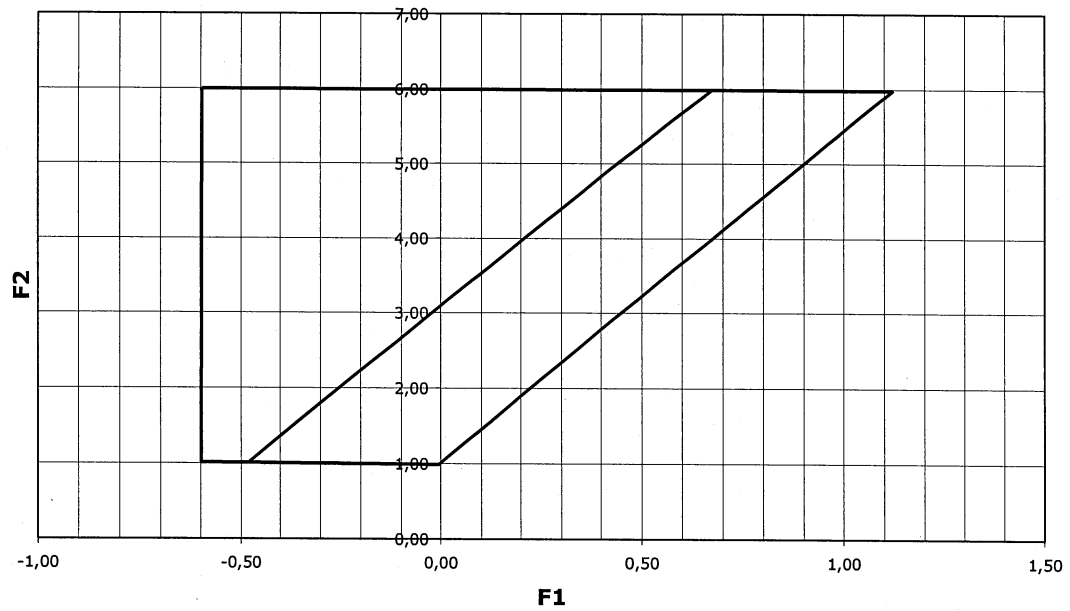


FIG. 3

