



(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)



1-0025519

(51)⁸ D01F 2/06; D01F 2/08; C08J 11/04;
D01F 13/02

(13) B

(21) 1-2017-02556

(22) 03/02/2016

(86) PCT/AT2016/000006 03/02/2016

(87) WO2016/123643 11/08/2016

(30) A 58/2015 06/02/2015 AT

(45) 25/09/2020 390

(43) 27/11/2017 356A

(73) LENZING AG (AT)

Werkstraße 2, 4860 Lenzing, Austria

(72) SPERGER, Christian (AT).

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

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT VẬT ĐÚC TỪ XENLULOZA NHÂN TẠO

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất vật đúc từ xenluloza nhân tạo bằng cách sử dụng nguyên liệu xenluloza nhân tạo, gồm có các bước: tạo ra dung dịch xenluloza bằng cách hòa tan nguyên liệu xenluloza, ép đùn dung dịch xenluloza thu được để tạo ra vật đúc, và làm đông tụ và tái sinh xenluloza này để thu được vật đúc từ xenluloza nhân tạo, trong đó nguyên liệu xenluloza nhân tạo được trộn với nguyên liệu xenluloza thứ hai trước khi tạo ra dung dịch xenluloza.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế này đề cập tới quy trình sản xuất vật đúc từ xenluloza nhân tạo bằng cách sử dụng nguyên liệu xenluloza nhân tạo, gồm các bước: tạo ra dung dịch xenluloza bằng cách hòa tan nguyên liệu xenluloza, ép đùn dung dịch xenluloza thu được để tạo ra vật đúc và làm đông tụ và tái sinh xenluloza này để thu được vật đúc từ xenluloza nhân tạo, trong đó nguyên liệu xenluloza nhân tạo được trộn với nguyên liệu xenluloza thứ hai trước khi tạo ra dung dịch xenluloza. Các sản phẩm thu được như vậy là các vật đúc xenluloza có chất lượng cao được tái tạo từ phế liệu tái sử dụng, thích hợp để sản xuất hàng dệt và hàng không dệt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Patent US 4,145,533 bộc lộ phương pháp tái sử dụng các mảnh vụn xenluloza như giấy bóng kính trần và xơ rayon thu được từ quy trình viscose. Trong quy trình này, các mảnh vụn xenluloza trước tiên được cắt nhỏ trước khi được xanthat hóa tạo nhũ tương trong dung dịch nước chứa natri hydroxit và cacbon đisulfua ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 18°C tới 30°C. Dung dịch viscose thu được từ các mảnh vụn như vậy với lượng tối đa là 15% khối lượng sau đó được trộn với dung dịch viscose trong quy trình sản xuất thông thường để tạo ra các sản phẩm xenluloza tái sinh. Dung dịch xanthat hóa tạo nhũ tương ban đầu chứa xấp xỉ 10,8% khối lượng là natri hydroxit và ít nhất 40% khối lượng là cacbon đisulfua tính theo khối lượng xenluloza. Tối đa 8% khối lượng của tổng lượng xenluloza trong hỗn hợp này là xenluloza từ các mảnh vụn. Ngoài ra, dung dịch này còn chứa chất hoạt động bề mặt hoặc chất nhũ hóa. Quy trình này cần hai dây chuyền độc lập để thực hiện các bước kiềm hóa và xanthat hóa.

Patent US 2,184,586 đề cập tới quy trình biến đổi xenluloza phế liệu tái sinh thành xenluloza xanthat. Các sợi chỉ phế liệu thu được từ quy trình sản xuất xơ rayon trước tiên được xử lý bằng dung dịch natri hydroxit có nồng độ từ 16% tới 17,5% trong khoảng thời gian từ 1,0 tới 1,5 giờ. Sau khi vắt các xơ đã ngâm trong dung dịch, tiến hành bước làm rã trong máy nghiền trong hai giờ ở nhiệt độ từ 18°C tới 29°C trước khi thực hiện

bước làm chín trong khoảng thời gian từ 25 tới 35 giờ. Bước xanthat hóa được thực hiện với 7 lit cacbon đisulfua trên 100 kg xenluloza kiềm trong khoảng thời gian từ 1,5 tới 2 giờ. Sau khi hòa tan 100 kg xanthat này trong 130 lit xút ăn da nồng độ từ 0,4% tới 0,5%, thu được dịch đặc để kéo sợi viscose thích hợp để kéo sợi. Mức độ polyme hóa của các xơ thu được như vậy nói chung là quá thấp để có thể tạo ra các đặc tính cơ học tốt cho xơ.

Patent US 3,914,130 và US 3,817,983 mô tả việc ứng dụng các nguyên liệu xenluloza khác nhau, gồm cả xenluloza tái sinh, để sản xuất sợi viscose. Các tài liệu này bộc lộ quy trình trong đó nguyên liệu xenluloza thu được sau khi nghiền bi được bổ sung vào xenluloza kiềm được điều chế theo cách thông thường từ bột giấy trước hoặc sau khi hóa già. Xenluloza kiềm thu được như vậy được xử lý tiếp như được mô tả trong US 3,817,983 bằng quy trình viscose cổ điển để tạo ra dung dịch viscose. Dung dịch viscose thu được có thể được sử dụng để đúc thành vật xốp, kéo thành màng mỏng hoặc tạo thành xơ, tuy nhiên mức độ polyme hóa của các xơ thu được như vậy nói chung là quá thấp để có thể tạo ra các đặc tính cơ học tốt cho xơ.

Công bố đơn sáng chế quốc tế WO 2007/070904 bộc lộ quy trình sản xuất xơ hoặc màng xenluloza được nhuộm bằng thuốc nhuộm hoàn nguyên từ xenluloza nguyên liệu có chứa thuốc nhuộm hoàn nguyên (vat dye) ở dạng phân tán phân tử cùng với ít nhất một xenluloza nguyên liệu khác. Xenluloza nguyên liệu này có thể được chọn từ bột giấy, các loại xơ xenluloza tự nhiên hoặc nhân tạo hoặc phế liệu của công đoạn kéo sợi trong quy trình sản xuất xơ. Tuy nhiên, tài liệu này hoàn toàn không đề cập gì tới các vấn đề phát sinh khi sử dụng phế liệu của công đoạn kéo sợi như vậy và cách thức giải quyết chúng.

Chưa có giải pháp tái sử dụng nguyên liệu nào bộc lộ bước xử lý sơ bộ hóa học nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế trước khi sử dụng chúng trong quy trình viscose hoặc chỉ ra khả năng sử dụng lượng lớn nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế để tạo ra vật đúc xenluloza có đặc tính cơ học tốt.

Hơn nữa, khả năng ứng dụng của nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế có thể bị hạn chế do việc vải dệt, ngoài xenluloza, thường còn có chứa các hóa chất khác như các chất tạo màu, nhựa, chất làm sáng quang học v.v.. và có thể còn bị nhiễm tạp tiếp trong thời gian sử dụng chẳng hạn như bởi các chất làm mềm hoặc chất tẩy trắng trong quá

trình giặt. Ngoài ra, một lượng đáng kể kim loại cũng có thể có mặt trong vải bông phế liệu trước và sau khi sử dụng. Các kim loại này có thể xuất hiện từ sự mài mòn của khuy cúc hoặc khóa kéo.

Sự có mặt của hóa chất bất kỳ trong số các hóa chất này đều có thể gây trở ngại và hạn chế việc ứng dụng nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế trong quy trình Viscose. Ví dụ, nhựa có thể tạo liên kết hóa học giữa các phân tử xenluloza, làm cho chúng trở thành không tan và không có hoạt tính. Không thể loại bỏ các chất này ra khỏi nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế bằng cách dùng phương pháp cơ học đơn giản để phân rã nguyên liệu xenluloza nhân tạo này.

Tuy nhiên, các hóa chất này có thể tạo ra hàm lượng cao của thể hạt trong dung dịch đặc kéo sợi, do đó cần có công suất lọc cao hơn, dẫn đến làm tăng chi phí mua thiết bị và làm giảm năng suất. Nếu hàm lượng của thể hạt này là quá cao, thì hệ thống lọc có thể bị mất ổn định và trong trường hợp xấu nhất có thể bị tắc nghẽn hoàn toàn. Ngoài ra, một lượng lớn các hạt nhỏ không thể được loại ra khỏi dung dịch đặc kéo sợi bằng cách lọc có thể gây ra nhiều vấn đề tại các đầu kéo sợi do chúng gây tắc các lỗ kéo sợi và do đó làm giảm thời hạn làm việc của các đầu kéo sợi, dẫn tới làm giảm năng suất và/hoặc làm giảm chất lượng các sợi xơ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Trên cơ sở tình trạng kỹ thuật như vậy, vấn đề cần giải quyết của sáng chế là đề xuất quy trình cho phép có thể sử dụng càng nhiều càng tốt nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế để sản xuất vật đúc từ xenluloza nhân tạo, nhờ đó mở ra hướng mới cho việc tái sử dụng một cách có hiệu quả nguyên liệu xenluloza nhân tạo trong sản xuất các sản phẩm có chất lượng cao thích hợp để làm các loại hàng dệt và hàng không dệt.

Các vấn đề nêu trên được giải quyết bằng quy trình sản xuất vật đúc từ xenluloza nhân tạo bằng cách sử dụng nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế và nguyên liệu xenluloza mới, quy trình này gồm có các bước sau:

- a) tùy ý cắt nhỏ nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế bằng phương pháp cơ học,

- b) tùy ý xử lý sơ bộ nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế trong công đoạn loại bỏ kim loại, công đoạn khử màu và/hoặc công đoạn loại bỏ liên kết ngang trước khi tiến hành bước kiềm hóa,
- c) tiến hành bước kiềm hóa bằng cách ngâm nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế vào xút ăn da và sau đó vắt,
- d) hóa già sơ bộ xenluloza kiềm thu được như vậy,
- e) xanthat hóa xenluloza kiềm này trong bước xanthat hóa và sau đó hòa tan xenluloza xanthat thu được,
- f) ép đùn dung dịch xenluloza xanthat thu được để tạo ra vật đúc,
- g) làm đông tụ và tái sinh xenluloza này để thu được vật đúc từ xenluloza nhân tạo,

trong đó, trước bước e) còn có bước kết hợp bổ sung, trong đó xenluloza kiềm có nguồn gốc từ nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế được kết hợp với xenluloza kiềm có nguồn gốc từ nguyên liệu xenluloza mới trong dây chuyền kiềm hóa thứ hai, và sau đó các xenluloza kiềm thu được sau khi kết hợp được xử lý tiếp cùng nhau trong bước xanthat hóa e).

Bước cắt nhỏ bằng phương pháp cơ học a) gồm có – khi có thể – bước nghiền, nếu nguyên liệu chứa các khối lớn, tấm vải, v. v... và bước tháo dỡ, chẳng hạn khi nguyên liệu được ép thành kiện, cũng như các bước khác cần thiết để phân nhỏ nguyên liệu tới cỡ hạt thích hợp cho việc thực hiện các bước tiếp theo một cách thuận lợi.

Trong khi hoặc trước khi thực hiện bước xử lý sơ bộ tùy ý b), hỗn hợp xơ nguyên liệu cần phải được phân tách để loại bỏ các xơ tạp không chứa xenluloza trước khi kiềm hóa. Trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết nhiều phương pháp để thực hiện việc tách như vậy, tùy thuộc chủ yếu vào bản chất của các xơ tạp không chứa xenluloza cần xử lý.

Việc xanthat hóa xenluloza kiềm trong bước xanthat hóa và sau đó hòa tan xenluloza xanthat thu được ở bước e) có thể được thực hiện bằng các quy trình viscose hoặc modal đã biết; thành phần (hàm lượng xenluloza, hàm lượng kiềm, ...) của dung dịch viscose tùy thuộc vào kiểu loại và chất lượng của sản phẩm cuối cần được sản xuất.

Nhằm mục đích của sáng chế này, thuật ngữ “nguyên liệu xenluloza nhân tạo” bao gồm tất cả các loại xơ xenluloza nhân tạo được sản xuất bằng quy trình viscose, modal hoặc lyocell. Nguyên liệu này có thể chứa các chất làm mờ (ví dụ TiO_2) mà không làm

ảnh hưởng tới quy trình theo sáng chế. Các nguyên liệu không màu hoặc có màu cũng có thể được sử dụng. Nếu muốn, các chất tạo màu có thể được loại bỏ bằng các phương pháp khử chất tạo màu chọn lọc đã biết. Các kim loại, chẳng hạn magie, có thể làm giảm khả năng lọc của dung dịch viscose và tốt hơn là nên được loại bỏ bằng cách dùng axit trong bước tiền xử lý, bằng cách dùng chất tạo phức hoặc kết hợp cả hai cách này. Trong trường hợp nguyên liệu xenluloza có liên kết ngang, thì cần loại bỏ liên kết ngang này trước khi tiến hành bước kiểm hóa. Việc này có thể được thực hiện chẳng hạn đối với các liên kết ngang kiểu ure (ví dụ DMDHEU) bằng các phương pháp phân giải thủy phân axit hoặc kiềm như đã được mô tả trong tài liệu (ví dụ Textile Research Journal, 1985, 55, 444-448). Tốt hơn nếu nguyên liệu tái chế này không chứa xenluloza có liên kết ngang. Điều này có thể được kiểm soát chẳng hạn bằng các phân tích cơ bản, trắc phổ IR trực tuyến, phương pháp Kjeldahl (Zeitschrift für Analytische Chemie, 1883, 366-382) hoặc các phương pháp khác mà về nguyên tắc là đã biết đối với người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Trong trường hợp nguyên liệu này có chứa thành phần không phải là xenluloza, ví dụ trong trường hợp dùng hỗn hợp xơ (ví dụ hỗn hợp với polyeste), thì các xơ không phải là xenluloza này cần phải được loại bỏ một cách cơ bản trước khi tiến hành bước kiểm hóa bằng các phương pháp đã biết trong tình trạng kỹ thuật của sáng chế. Để đảm bảo chất lượng nguyên liệu ban đầu, cụ thể để phân tử lượng trung bình của nguyên liệu xenluloza nhân tạo là cao nhất có thể, ưu tiên sử dụng các phương pháp nhẹ nhàng và có khả năng phá hủy các thành phần không phải xenluloza trong mọi bước xử lý sơ bộ cần thiết.

Theo một phương án ưu tiên của quy trình theo sáng chế, nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế này là loại thu được từ phế liệu trước và/hoặc sau khi sử dụng chứa xơ xenluloza nhân tạo được sản xuất bởi quy trình viscose, modal hoặc lyocell.

Theo một phương án ưu tiên của quy trình theo sáng chế, phế liệu trước và/hoặc sau khi sử dụng này còn chứa các xơ không phải là xenluloza và các xơ không phải là xenluloza này cần phải được tách một cách cơ bản ra khỏi nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế trước khi tiến hành bước kiểm hóa. Việc tách như vậy có thể được thực hiện bằng các phương pháp nói chung là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Theo một phương án ưu tiên hơn của quy trình theo sáng chế, công đoạn loại bỏ kim loại là công đoạn xử lý bằng dung dịch axit tẩy rửa và/hoặc xử lý bằng chất tạo phức. Tốt hơn nếu chất tạo phức này được dùng dưới dạng dung dịch nước.

Theo một phương án ưu tiên hơn nữa của quy trình theo sáng chế, việc xử lý bằng dung dịch axit tẩy rửa và xử lý bằng chất tạo phức trong công đoạn loại bỏ kim loại được kết hợp trong một bước bằng cách bổ sung chất tạo phức vào công đoạn xử lý bằng dung dịch axit tẩy rửa.

Công đoạn khử màu tùy ý theo sáng chế được thực hiện tùy thuộc vào kiểu loại của chất tạo màu bằng các phương pháp nói chung là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Trong công đoạn loại bỏ liên kết ngang tùy ý, các liên kết ngang, nhiều khả năng là thuộc loại ure, có thể được loại bỏ trong bước xử lý bằng axit hoặc kiềm.

Tốt hơn nếu vật đúc được sản xuất bằng quy trình theo sáng chế này là xơ ngắn (staple fibre), xơ dài (filament fibre), vật xốp hoặc tấm màng kiểu Viscose hoặc Modal. Tốt hơn nếu các vật đúc thu được được dùng để gia công tiếp thành các sản phẩm dệt hoặc không dệt.

Theo phương án đặc biệt ưu tiên của quy trình theo sáng chế, độ chênh lệch giữa các chỉ số độ nhớt giới hạn (GVZ) của xenluloza kiềm của nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế và xenluloza kiềm của nguyên liệu xenluloza mới là bằng hoặc nhỏ hơn 30mL/g, tốt hơn nếu nhỏ hơn 10mL/g. Theo một phương án ưu tiên khác của sáng chế, độ nhớt cần có của hai xenluloza kiềm này trước khi trộn phụ thuộc chủ yếu vào kiểu loại và chất lượng của sản phẩm mong muốn cũng như tỷ lệ của nguyên liệu xenluloza nhân tạo này trong sản phẩm cuối cùng.

Trong quy trình theo sáng chế, tốt hơn nếu nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế được dùng là xơ ngắn, xơ dài, vật xốp hoặc tấm màng kiểu Viscose hoặc Modal hoặc kiểu Lyocell.

Theo một phương án ưu tiên, trong bước kết hợp nêu trên tỷ lệ của nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế chiếm từ 10% tới 90%, tốt hơn nếu từ 20% tới 80%, tốt nhất là từ 40% tới 60%, tính theo tỷ lệ % khối lượng so với xenluloza tinh khiết, còn phần còn lại là nguyên liệu xenluloza mới.

Mô tả vắn tắt hình vẽ kèm theo

Fig. 1 là sơ đồ khối minh họa quy trình sản xuất vật đúc từ xenluloza nhân tạo theo sáng chế.

Mô tả chi tiết phương án thực hiện sáng chế

Như được thể hiện trên Fig. 1, nguyên liệu xenluloza (CRM - Cellulosic Raw Material) nhân tạo cấu thành 100% từ nguyên liệu xenluloza nhân tạo kiểu Lyocell, Modal hoặc Viscose dưới dạng các xơ hoặc vải dệt (trước hoặc sau khi sử dụng) đầu tiên được cắt nhỏ; các nguyên liệu xenluloza nhân tạo này có thể là mờ hoặc sáng, có màu hoặc có chứa các hóa chất khác từ các quy trình trước đó.

Bước tiền xử lý tùy ý, ví dụ để loại bỏ các kim loại, hóa chất xử lý làm mềm hoặc các hóa chất khác, có thể được tiến hành nếu cần thiết bằng các phương pháp đã biết trước khi tiến hành bước kiểm hóa. Các liên kết ngang có thể được loại bỏ dưới các điều kiện kiềm hoặc axit hoặc bằng các phương pháp khác đã biết trong tài liệu (ví dụ Textile Research Journal, 1985, 55, 444-448). Tốt hơn nếu không dùng nguyên liệu xenluloza có liên kết ngang. Việc loại bỏ các kim loại có thể được thực hiện với sự trợ giúp của chất tạo phức hoặc kết hợp các bước như vậy.

Việc xử lý bằng dung dịch axit tẩy rửa theo sáng chế này có thể được tiến hành ở độ pH nằm trong khoảng từ 1,5 tới 5, tốt hơn là trong khoảng từ 2 tới 3, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ nhiệt độ phòng tới 100°C, tốt hơn là trong khoảng từ 50 tới 70°C, trong khoảng thời gian từ 15 tới 120 phút, tốt hơn là trong khoảng từ 15 tới 60 phút.

Việc loại bỏ kim loại theo sáng chế này cũng có thể được tiến hành bằng cách xử lý nguyên liệu xenluloza tái chế bằng dung dịch nước của chất tạo phức. Tốt hơn nếu nồng độ của chất tạo phức trong dung dịch nước này là thấp hơn 5 kg trên 1 tấn bột giấy sấy khô (odtp), và tốt hơn nữa nếu thấp hơn 2 kg/odtp. Việc xử lý phế liệu xenluloza nhân tạo này bằng dung dịch nước của chất tạo phức có thể được tiến hành ở các nhiệt độ nằm trong khoảng từ nhiệt độ trong phòng tới 100°C, tốt hơn là từ 50 tới 80°C trong khoảng thời gian từ 15 tới 120 phút, tốt hơn là từ 15 tới 90 phút.

Việc xử lý bằng axit tẩy rửa và xử lý bằng dung dịch nước của chất tạo phức có thể được kết hợp vào một bước của quy trình, bằng cách bổ sung chất tạo phức vào dịch axit tẩy rửa.

Nếu muốn, các chất tạo màu cũng có thể được loại bỏ trong bước này bằng cách áp dụng các phương pháp khử chất tạo màu chọn lọc đã biết.

Độ nhớt tối thiểu của nguyên liệu xenluloza sau khi cắt nhỏ và áp dụng các bước rửa và/hoặc xử lý sơ bộ khác tùy thuộc vào kiểu loại xơ cần được sản xuất (Viscose hoặc Modal), chất lượng xơ mong muốn và tỷ lệ cần có của nguyên liệu xenluloza nhân tạo trong sản phẩm. Tốt hơn nếu độ nhớt của các xơ tái chế trước khi tiến hành bước kiểm hóa ít nhất phải ngang bằng hoặc cao hơn độ nhớt của xenluloza kiềm (AC - Alkali Cellulose) từ bột giấy thông thường thông thường sau khi hóa già sơ bộ. Độ nhớt ưu tiên, có ký hiệu là GVZ (viết tắt từ thuật ngữ tiếng Đức "Grenzyiskositäzahl", có nghĩa là "chỉ số độ nhớt giới hạn") với đơn vị đo là [ml/g], phải lớn hơn 380ml/g trong sản xuất xơ Modal và lớn hơn 220ml/g trong sản xuất xơ Viscose. Tỷ lệ thấp của nguyên liệu xenluloza nhân tạo trong sản phẩm cuối cùng cũng có thể làm cho độ nhớt của nguyên liệu tái chế này thấp hơn độ nhớt của AC từ bột giấy thông thường hòa tan mà không ảnh hưởng tiêu cực tới chất lượng của sản phẩm cuối; do đó độ nhớt của AC CRM phải không được thấp hơn 80% GVZ của bột giấy hòa tan. CRM đã được cắt nhỏ này sau đó sẽ được ngâm vào xút ăn da (theo patent AT 287905) và sau đó được vắt để thu được xenluloza kiềm ("AC CRM") tương ứng.

Tiếp theo bước ngâm có thể có bước hóa già sơ bộ tùy ý AC CRM (bằng các phương pháp đã biết trong tình trạng kỹ thuật của sáng chế): thời gian và nhiệt độ hóa già - tùy thuộc vào độ nhớt (GVZ) ban đầu của CRM - được điều chỉnh sao cho độ chênh lệch giữa chỉ số độ nhớt giới hạn của xenluloza kiềm của nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế (AC CRM) và của xenluloza kiềm của nguyên liệu xenluloza mới (AC từ bột giấy hòa tan được điều chế theo cách thông thường) là bằng hoặc nhỏ hơn 30ml/g, tốt hơn nếu nhỏ hơn 10ml/g sau khi hóa già sơ bộ; trong trường hợp hỗn hợp với bột giấy hòa tan tiêu chuẩn, có thể sử dụng các mức độ nhớt thấp hơn hoặc cao hơn so với độ nhớt của AC từ bột giấy thông thường hòa tan (tùy thuộc vào tỷ lệ trộn và chất lượng mong muốn của sản phẩm cuối). Độ nhớt cần có level also tùy thuộc vào the requirements và type của sản phẩm cuối. Ví dụ, sợi Viscose cần độ nhớt AC thấp hơn (GVZ từ 220 tới

280mL/g) so với sợi Modal chất lượng cao (GVZ từ 300 tới 400mL/g). Trong mọi trường hợp, độ nhót trung bình của AC cuối, cho dù từ nguyên liệu tái chế tinh khiết hay từ hỗn hợp tương ứng với bột giấy thông thường hòa tan, cần phải nằm trong khoảng từ 380 tới 470mL/g đối với sợi Modal và từ 240 tới 300mL/g đối với sợi Viscose. Trong trường hợp độ nhót cho trước của AC làm từ nguyên liệu xenluloza tái chế thấp hơn 380mL/g đối với sợi Modal hay thấp hơn 240mL/g đối với sợi Viscose, thì khoảng độ nhót trung bình ưu tiên của hỗn hợp này (từ 380 tới 450mL/g đối với sợi Modal và từ 240 tới 300mL/g đối với sợi Viscose) có thể được điều chỉnh bằng độ nhót tương ứng cao hơn của AC từ bột giấy thông thường hòa tan với tỷ lệ trộn cho trước hoặc khoảng độ nhót trung bình mong muốn của hỗn hợp AC này có thể được điều chỉnh bằng cách điều chỉnh tỷ lệ trộn.

Ví dụ thứ nhất: Nếu AC thông thường 80% và AC CRM 20% với GVZ bằng 350mL/g cần được trộn để thu được độ nhót cuối là 420mL/g của hỗn hợp, thì GVZ của AC thông thường cần phải được điều chỉnh đến ~438mL/g. Ví dụ thứ hai: nếu AC thông thường với GVZ bằng 450mL/g và AC CRM với GVZ bằng 400mL/g cần được trộn để thu được độ nhót trung bình của AV là 420mL/g, thì tỷ lệ trộn cần phải là 40% AC thông thường và 60% AC CRM.

Do khoảng độ nhót của AC CRM và của AC thông thường từ bột giấy hòa tan thường không giống nhau, nên theo sáng chế bước hóa già sơ bộ AC CRM và AC từ bột giấy thông thường cần phải được tiến hành tách biệt trên hai dây chuyền song song hoặc theo cách khác – theo một phương án ưu tiên khác của sáng chế - chỉ trong một thiết bị hóa già. Theo phương án cuối, AC CRM có thể được bổ sung vào thiết bị hóa già trong công đoạn sau khi bổ sung AC thông thường. Việc này cần được thực hiện theo cách sao cho AC CRM có được thời gian nghỉ cần thiết để đạt tới độ nhót cuối mong muốn. Dưới khía cạnh kinh tế thì việc này chỉ có nghĩa trong trường hợp tỷ lệ của AC CRM thấp dưới 10% trong hỗn hợp AC cuối.

Tỷ lệ của AC CRM được hóa già sơ bộ trong hỗn hợp AC cuối có thể biến thiên trong khoảng từ 1% tới 99%, tính theo lượng xenluloza tinh khiết. Việc sử dụng AC CRM không bị giới hạn ở các hỗn hợp chứa AC từ bột giấy hòa tan, mà dạng tinh khiết của nó cũng có thể được sử dụng. Để thích hợp thì tỷ lệ giữa AC CRM và AC thông thường trong hỗn hợp có thể được điều chỉnh đến giá trị có ý nghĩa về mặt kinh tế (>10%

AC CRM, tính theo lượng xenluloza tinh khiết) trong trường hợp có dây chuyền sản xuất AC thứ hai. Theo cách khác, nhất là trong trường hợp tỷ lệ của AC CRM thấp dưới 10% thì AC CRM có thể được bổ sung vào AC thông thường trong thiết bị hóa già ở giai đoạn muộn hơn để đảm bảo thời gian nghỉ cần thiết cho việc điều chỉnh khoảng độ nhớt của AC CRM. Trong trường hợp có hai dây chuyền sản xuất AC khác nhau thì bước trộn có thể được tiến hành trực tiếp trong thiết bị xanthat hóa, còn trong trường hợp chỉ có một dây chuyền sản xuất AC thì bước trộn được thực hiện trong thiết bị hóa già.

Hỗn hợp chứa AC CRM và AC thông thường (“hỗn hợp AC”) sau đó được biến đổi thành dung dịch đặc kéo sợi bằng quy trình viscose như đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, cụ thể là bằng các bước sau:

- xử lý hỗn hợp AC này bằng cacbon đisulfua,
- hòa tan xanthat này trong dung dịch xút ăn da,
- làm chín dung dịch viscose này, và cuối cùng
- khử khí trong dung dịch đặc kéo sợi.

Nồng độ xenluloza trong dung dịch đặc kéo sợi viscose và modal có thể được điều chỉnh theo cách sao cho khoảng độ nhớt, đo bằng phương pháp bi rơi, có thể nằm trong khoảng từ 60 tới 100 giây trong sản xuất sợi Viscose và từ 80 tới 150 giây trong sản xuất sợi Modal. Hàm lượng xenluloza dùng trong sản xuất sợi viscose cần phải nằm trong khoảng từ 8% tới 10% khối lượng, tính theo xenluloza tinh khiết trong dung dịch đặc kéo sợi cuối; trong sản xuất sợi Modal hàm lượng này phải nằm trong khoảng 5-8%. Đặc biệt, nếu một lượng lớn nguyên liệu xenluloza tái chế có độ nhớt thấp được sử dụng làm nguyên liệu, thì nồng độ xenluloza trong dung dịch đặc kéo sợi cuối có thể được tăng lên tới nồng độ ở ngưỡng trên để thu được độ nhớt của dung dịch đặc kéo sợi cuối khi đo bằng phương pháp bi rơi tương ứng với giá trị thích hợp để đảm bảo chất lượng xơ tốt.

Tùy thuộc vào thành phần của dung dịch đặc kéo sợi (nồng độ xenluloza, hàm lượng kiềm) và bề kết tủa (bề kéo sợi) tương ứng, có thể điều chế được các vật thể xenluloza khác nhau, ví dụ các xơ Modal hoặc xơ Viscose, các loại màng mỏng, các hợp thể đúc, vật xốp, v.v...; quy trình sản xuất xơ Viscose được mô tả chi tiết trong ấn phẩm Götze, “Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren”, 3rd edition, 1967; quy trình sản xuất xơ Modal được mô tả chi tiết trong patent Áo số AT 287905.

Nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế chứa các xơ xenluloza màu có thể được dùng trong các ứng dụng không quan trọng về màu sắc, như trong các xơ dùng làm bộ phận cách ly, chất độn, v.v...

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây sáng chế sẽ được minh họa bằng các ví dụ thực hiện. Các ví dụ này không hạn chế phạm vi của sáng chế theo cách bất kỳ. Sáng chế cũng bao gồm các phương án khác có cùng ý tưởng sáng tạo.

Ví dụ 1: Sử dụng 70% xơ viscose tái sử dụng để sản xuất xơ viscose

Các xơ ngắn Viscose sáng màu trước tiên được cắt nhỏ bằng phương pháp cơ học và sau đó được chiết bằng EtOH để loại bỏ chất làm mềm ra khỏi các xơ này. Ngâm các xơ viscose đã được cắt nhỏ này vào xút ăn da, sau đó vắt. Dịch AC với độ nhớt GVZ bằng 185mL/g sau đó được trộn, mà không cần hóa già sơ bộ, với 30% dịch AC được điều chế từ bột giấy thông thường hòa tan (bột giấy tiêu chuẩn Lenzing) để thu được độ nhớt của hỗn hợp AC bằng 225mL/g. Sau khi xanthat hóa, hòa tan và làm chín, thu được dịch đặc để kéo sợi viscose chứa 9,19% xenluloza và có độ nhớt đo theo phương pháp bi rơi bằng 47 giây. Các đặc tính của xơ viscose thu được sau khi kéo được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 2: Sử dụng 100% xơ Modal tái sử dụng để sản xuất xơ viscose

Dịch đặc để kéo sợi viscose được điều chế từ nguyên liệu là các xơ Modal sáng màu theo cùng cách như đã mô tả trong Ví dụ 1 mà không cần hóa già sơ bộ, dịch AC tương ứng thu được có độ nhớt bằng 231mL/g. Dịch đặc để kéo sợi viscose thu được, chứa 9,17% xenluloza có độ nhớt đo theo phương pháp bi rơi bằng 50 giây, sau đó được kéo thành xơ viscose với các đặc tính xơ như được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 3: Sử dụng 100% xơ Lyocell tái sử dụng để sản xuất xơ Modal

Xơ Lyocell sáng màu được cắt ngắn thành các đoạn 6mm, được xử lý sơ bộ và sau đó được biến đổi thành dịch AC tương ứng theo Ví dụ 1 với độ nhớt AC bằng 371mL/g mà không cần hóa già sơ bộ. Dung dịch đặc kéo sợi modal thu được, chứa 6,15%

xenluloza với độ nhớt đo theo phương pháp bi rơi bằng 75 giây, sau đó được kéo thành các xơ modal với các đặc tính như được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 4: Sử dụng 20% xơ Lyocell tái sử dụng để sản xuất xơ Modal

Xơ Lyocell được biến đổi thành dịch AC tương ứng theo ví dụ 3. Dịch AC thu được có độ nhớt GVZ bằng 382mL/g sau đó được trộn mà không cần hóa già sơ bộ với 80% dịch AC thông thường điều chế từ bột giấy hòa tan dùng trong nội bộ Lenzing để thu được độ nhớt của hỗn hợp AC bằng 412mL/g. Sau khi biến đổi hỗn hợp AC này thành dịch modal viscose (6,08% xenluloza, độ nhớt đo theo phương pháp bi rơi bằng 82 giây) dịch viscose này được kéo thành các xơ modal có các đặc tính như được nêu trong bảng 1.

Ví dụ 5: Sử dụng 10% vải Lyocell tái sử dụng (xanh da trời) để sản xuất xơ Modal

Vải màu xanh da trời chứa 100% Lyocell được cắt nhỏ bằng phương pháp cơ học và sau đó, không cần bước xử lý sơ bộ tiếp theo nào, được biến đổi trực tiếp thành dịch AC tương ứng theo Ví dụ 4. Dịch “AC-Lyocell” mới thu được, có độ nhớt của AC bằng 340mL/g, không cần hóa già sơ bộ, sau đó được trộn với AC thông thường điều chế từ bột giấy hòa tan dùng trong nội bộ Lenzing theo tỷ lệ 10% “AC-Lyocell” với 90% “AC-bột giấy” để thu được hỗn hợp AC có độ nhớt bằng 455mL/g. Hỗn hợp AC này được biến đổi tiếp thành dung dịch đặc kéo sợi modal (6,06% xenluloza, độ nhớt đo theo phương pháp bi rơi bằng 98 giây) theo Ví dụ 3 để thu được, sau khi kéo sợi, các xơ Modal có các đặc tính như được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 6: Sử dụng 55% vải Lyocell tái sử dụng (xanh da trời) để sản xuất xơ Modal

Quy trình theo sáng chế được thực hiện theo cùng cách như đã mô tả trong Ví dụ 5 với việc sử dụng hỗn hợp AC chứa bột giấy hòa tan và xơ Lyocell theo tỷ lệ là 55% “AC-Lyocell” và 45% “AC-bột giấy”. Độ nhớt của “AC-Lyocell” là 332mL/g, độ nhớt của hỗn hợp AC là 432mL/g. Hỗn hợp AC này được biến đổi tiếp thành dung dịch đặc kéo sợi modal, chứa 5,99% xenluloza với độ nhớt đo theo phương pháp bi rơi bằng 83 giây, theo Ví dụ 3. Xơ Modal thu được có các đặc tính như được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 7: Sử dụng 20% Lyocell mờ tái sử dụng để sản xuất xơ viscose

Xơ Lyocell mờ (chất làm mờ TiO_2) được biến đổi thành dịch AC tương ứng theo ví dụ 1. Dịch “AC Lyocell” thu được được hóa già sơ bộ tới độ nhớt GVZ bằng 235mL/g và được trộn với tỷ lệ 20% vào AC điều chế từ bột giấy hòa tan dùng trong nội bộ Lenzing để thu được độ nhớt của hỗn hợp bằng 230mL/g. Dịch đặc để kéo sợi viscose sau khi xanthat hóa, hòa tan và làm chín chứa 8,88% xenluloza với độ nhớt đo theo phương pháp bi rơi bằng 57 giây. Xơ viscose thu được có các đặc tính như được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 8 - Ví dụ so sánh: sử dụng 100% bột giấy hòa tan dùng trong nội bộ Lenzing để sản xuất xơ viscose

Xơ Viscose được sản xuất theo cùng cách như trong ví dụ 1, chỉ khác ở chỗ nguyên liệu được sử dụng là bột giấy hòa tan giống như bột giấy được sử dụng trong các ví dụ sản xuất xơ viscose. Xơ viscose thu được có các đặc tính như được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 9 - Ví dụ so sánh: sử dụng 100% bột giấy hòa tan dùng trong nội bộ Lenzing để sản xuất xơ Modal

Xơ Modal được sản xuất theo cùng cách như trong ví dụ 2, chỉ khác ở chỗ nguyên liệu được sử dụng là bột giấy hòa tan giống như bột giấy được sử dụng trong các ví dụ sản xuất xơ Modal. Xơ Modal thu được có các đặc tính như được thể hiện trong bảng 1.

Các ví dụ từ 3 tới 6 đã cho thấy một cách rõ ràng rằng quy trình theo sáng chế này có thể tạo ra được các loại xơ chất lượng cao bằng cách sử dụng một tỷ lệ lớn nguyên liệu tái sử dụng. Các xơ thu được theo sáng chế có đặc tính tương đương với các xơ làm từ bột giấy hòa tan thông thường.

Bảng 1: Đặc tính các loại xơ

Ví dụ	Nguyên liệu	Sản phẩm	Chỉ số sợi [dtex]	Độ dai [cN/tex]	Độ dẫn [%]	Đặc tính làm việc [cN/tex]
1	100% Viscose sáng màu	Viscose	1,37	27,42	17,67	486
2	100% Modal sáng màu	Viscose	1,35	27,33	18,14	504
3	100% Lyocell sáng màu	Modal	1,31	37,77	12,67	479
4	20% Lyocell sáng màu, 80% bột giấy	Modal	1,29	37,27	12,22	455
5	10% Lyocell xanh da trời, 90% bột giấy	Modal	1,29	37,90	14,20	538
6	55% Lyocell xanh da trời, 45% bột giấy	Modal	1,30	36,95	12,92	477
7	20% Lyocell mờ, 80% bột giấy	Viscose	1,36	24,07	20,31	491
8 (so sánh)	100% bột giấy	Viscose	1,34	26,99	17,20	464
9 (so sánh)	100% bột giấy	Modal	1,38	32,73	14,08	461

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình sản xuất vật đúc từ xenluloza nhân tạo bằng cách sử dụng nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế và nguyên liệu xenluloza mới, bao gồm các bước sau:
 - a) tùy ý cắt nhỏ nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế bằng phương pháp cơ học,
 - b) tùy ý xử lý sơ bộ nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế trong công đoạn loại bỏ kim loại, công đoạn khử màu và/hoặc công đoạn loại bỏ liên kết ngang trước khi tiến hành bước kiềm hóa,
 - c) tiến hành bước kiềm hóa bằng cách ngâm nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế vào xút ăn da và sau đó vắt,
 - d) tùy ý hóa già sơ bộ xenluloza kiềm thu được như vậy,
 - e) xanthat hóa xenluloza kiềm thu được trong bước xanthat hóa và sau đó hòa tan xenluloza xanthat thu được,
 - f) ép đùn dung dịch xenluloza xanthat thu được để tạo ra vật đúc,
 - g) làm đông tụ và tái sinh xenluloza này để thu được vật đúc từ xenluloza nhân tạo,

trong đó, trước bước e) còn có bước kết hợp bổ sung, trong đó xenluloza kiềm có nguồn gốc từ nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế được kết hợp với xenluloza kiềm có nguồn gốc từ nguyên liệu xenluloza mới trong dây chuyền kiềm hóa thứ hai và trong đó, xenluloza kiềm thu được sau khi kết hợp như vậy được xử lý tiếp cùng nhau trong bước xanthat hóa e).
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế thu được từ phế liệu trước và/hoặc sau khi sử dụng chứa các xơ xenluloza nhân tạo được sản xuất bởi quy trình viscose, modal hoặc lyocell.
3. Quy trình theo điểm 1, trong đó phế liệu trước và/hoặc sau khi sử dụng còn chứa các xơ không phải là xenluloza, và trong đó các xơ không phải là xenluloza này được tách một cách cơ bản ra khỏi nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế trước khi tiến hành bước kiềm hóa.

4. Quy trình theo điểm 1, trong đó công đoạn loại bỏ kim loại là công đoạn xử lý bằng dung dịch axit tẩy rửa và/hoặc công đoạn xử lý bằng chất tạo phức.
5. Quy trình theo điểm 4, trong đó công đoạn xử lý bằng dung dịch axit tẩy rửa và công đoạn xử lý bằng chất tạo phức trong công đoạn loại bỏ kim loại được kết hợp trong một bước bằng cách bổ sung chất tạo phức vào công đoạn xử lý bằng dung dịch axit tẩy rửa.
6. Quy trình theo điểm 1, trong đó vật đúc là xơ ngắn, xơ dài, vật xóp hoặc tấm màng kiểu Viscose hoặc Modal.
7. Quy trình theo điểm 1, trong đó độ chênh lệch giữa chỉ số độ nhớt giới hạn của xenluloza kiềm của nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế và của xenluloza kiềm của nguyên liệu xenluloza mới là bằng hoặc nhỏ hơn 30mL/g, tốt hơn nếu nhỏ hơn 10mL/g.
8. Quy trình theo điểm 1, trong đó nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế là xơ ngắn, xơ dài, vật xóp hoặc tấm màng kiểu Viscose hoặc Modal hoặc kiểu Lyocell.
9. Quy trình theo điểm 1, trong đó trong bước kết hợp nêu trên tỷ lệ của nguyên liệu xenluloza nhân tạo tái chế chiếm từ 10% tới 90%, tốt hơn nếu từ 20% tới 80%, tốt nữa nếu từ 40% tới 60%.

Fig. 1