

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **044544**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2023.08.31**

(51) Int. Cl. **D21C 5/00** (2006.01)  
**D21B 1/04** (2006.01)

(21) Номер заявки  
**202291498**

(22) Дата подачи заявки  
**2021.03.09**

---

(54) **РАЗДЕЛЕНИЕ ПОЛИКОТТОННЫХ СМЕСЕЙ**

---

(31) **20205250**

(32) **2020.03.09**

(33) **FI**

(43) **2022.11.03**

(86) **PCT/FI2021/050171**

(87) **WO 2021/181007 2021.09.16**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:

**ИНФИНИТЕД ФАЙБЕР КОМПАНИ  
ОЙ (FI)**

(72) Изобретатель:

**Харлин Али, Сирен Сакари, Мякеля  
Яни (FI)**

(74) Представитель:

**Нилова М.И. (RU)**

(56) **WO-A1-2018197756**  
**WO-A1-2018073177**  
**WO-A1-2014041251**  
**WO-A1-2015198218**

---

(57) В соответствии с иллюстративным аспектом настоящего изобретения предложен способ разделения целлюлозных волокон и нецеллюлозных волокон из смешанного волокнистого текстильного материала, содержащего целлюлозные и нецеллюлозные волокна. Предложенный способ включает механическое измельчение текстильного материала для раскрытия текстильных структур в материале, приведение в контакт механически раскрытых структур с кислотой на первой химической стадии и приведение в контакт механически раскрытых структур со щелочью на второй химической стадии.

**B1**

**044544**

**044544**

**B1**

### Область техники

В соответствии с иллюстративным аспектом настоящего изобретения предложен способ разделения целлюлозных волокон и нецеллюлозных волокон из смешанного волокнистого текстильного материала, содержащего целлюлозные и нецеллюлозные волокна.

### Уровень техники

В настоящее время почти все текстильные отходы после потребления направляются на сжигание или на свалки, несмотря на то, что примерно 95 процентов текстильных изделий могут быть переработаны. Лишь небольшую часть отходов производства подвергается механической переработке. С начала 2016 года в Европейском Союзе (ЕС) запрещено выбрасывать использованные текстильные изделия на свалку. Таким образом, в странах ЕС текстильные материалы и их сырье, которые не могут быть повторно использованы или переработаны, обычно сжигают на предприятиях по производству энергии.

Естественно, вторичная переработка была бы предпочтительнее. Рынок текстиля для одежды преимущественно основан на хлопке или полиэстере, оба из которых оказывают воздействие на окружающую среду. Выращивание хлопка, например, требует огромного количества воды, а также пестицидов и искусственных удобрений. Глобальный спрос на хлопок серьезно превышает ресурсы планеты для производства первичного материала. Поэтому важно перерабатывать бывшие в употреблении текстильные отходы. Обработка текстильных материалов с получением пригодных для повторного применения волокон известна, например, из WO 2013/124265 A1, где описана регенерация материала, содержащего целлюлозу, посредством диспергирования и осаждения.

Один процесс, используемый для вторичной переработки текстильных отходов на основе хлопка, описан в WO 2018/197756, в котором текстильный материал подвергают щелочной экстракции, а затем дополнительно обрабатывают кислотой, чтобы вызвать по меньшей мере частичное растворение текстильного материала на основе хлопка.

Другая известная технология, используемая для вторичной переработки, представляет собой гидролиз волокон. Обычно ей предшествует механическое удаление металлических и твердых полимерных элементов, таких как пуговицы и молнии. Например, в WO 2010/124944 A1 описан способ гидролиза целлюлозы.

Технология Lyocell представляет собой процесс, в котором целлюлозу регенерируют посредством растворения целлюлозного исходного материала в ионной жидкости первого поколения, NMMP. Ioncell-F, разработанный на основе технологии Lyocell, представляет собой процесс регенерации, включающий растворение исходного материала с применением недавно разработанной ионной жидкости в качестве растворителя (WO 2014/162062 A1). В свою очередь, в технологии BioCelSol используют ферментативную обработку исходного материала. Однако обе указанные технологии сконцентрированы на получении текстильных материалов из древесины.

Затем химически выделенную фракцию целлюлозных волокон можно использовать для различных целей, включая карбамирование или прядение.

Из US 7662953 известен способ получения карбаматной целлюлозы из высококачественных сырьевых материалов на основе необработанной целлюлозы, таких как растворимая целлюлоза. Многостадийная технология растворения для получения карбаматной целлюлозы представлена в US 8066903, где описано, как при растворении используют низкую температуру и как получают раствор посредством первоначального смачивания массы в слабозабавленной щелочи, а затем в высококонцентрированной и сильно охлажденной щелочи.

Способ разделения, включающий сочетание механических и химических процессов для выделения целлюлозных волокон из текстильного материала, содержащего целлюлозные волокна и другие волокна и неволокнистые элементы, описан в EP 3 511448 A1. В таком способе текстильные материалы сначала разрезают для удаления более крупных неволокнистых посторонних элементов. Затем оставшиеся волокнистые компоненты механически обрабатывают для отделения целлюлозных волокон от нецеллюлозных волокон, затем подвергают целлюлозные волокна химической обработке для удаления любых нецеллюлозных волокон, оставшихся в целлюлозных волокнах.

Способ выделения целлюлозной части из композиции полиэстера и целлюлозы описан в публикации международной заявки на патент WO 2020 013755 A1. В указанной заявке описан способ выделения целлюлозной части из композиции сырьевого материала, содержащей полиэстер и композицию, содержащую целлюлозу, целлюлозную композицию, которая может быть в процессе разделения, смеси, содержащей продукты гидролиза полиэстера, получаемые в процессе разделения, пульпу, растворимую целлюлозу, бумажную целлюлозу, продукт регенерации целлюлозных волокон и бумажный продукт. В указанном способе разделения композицию полиэстера/целлюлозы приводят в контакт с гидролизующей жидкостью, содержащей щелочной раствор.

В патенте США 4345039 описан способ выделения сложных полиэфирных волокон из текстильных отходов, содержащих полиэстер/хлопок. В указанном способе смешанный текстиль обрабатывают безводным газообразным HCl, который, не повреждая полиэстер, разрушает целлюлозный материал с образованием целлюлозного порошка и обеспечивает получение хлорированных углеводов.

### **Краткое описание изобретения**

Изобретение определяется признаками независимых пунктов формулы изобретения. Некоторые конкретные варианты реализации определены в зависимых пунктах формулы изобретения.

В соответствии с иллюстративным аспектом настоящего изобретения предложен способ разделения целлюлозных волокон и нецеллюлозных волокон из смешанного волокнистого текстильного материала, содержащего целлюлозные и нецеллюлозные волокна. Предложенный способ включает стадии механического измельчения текстильного материала для раскрытия текстильных структур в материале, приведения в контакт механически раскрытых структур с кислотой на первой химической стадии и приведения в контакт механически раскрытых структур со щелочью на второй химической стадии.

В соответствии со вторым аспектом настоящего изобретения предложен материал типа растворимой целлюлозы, который может быть получен способом разделения целлюлозных волокон и нецеллюлозных волокон из смешанного волокнистого текстильного материала, содержащего целлюлозные и нецеллюлозные волокна. Предложенный способ включает стадии механического измельчения текстильного материала для раскрытия текстильных структур в материале, приведения в контакт механически раскрытых структур с кислотой на первой химической стадии и приведения в контакт механически раскрытых структур со щелочью на второй химической стадии.

В соответствии с иллюстративным аспектом настоящего изобретения предложен способ разделения целлюлозных волокон и нецеллюлозных волокон из смешанного волокнистого текстильного материала, содержащего целлюлозные и нецеллюлозные волокна. Предложенный способ включает стадии механического измельчения текстильного материала для раскрытия текстильных структур в материале, приведения в контакт механически раскрытых структур с кислотой на первой химической стадии и приведения в контакт механически раскрытых структур со щелочью на второй химической стадии.

Значительные преимущества достигаются с помощью настоящего изобретения. Простая, легкая в применении, недорогая переработка, применимая в промышленности в умеренных условиях, обеспечивает отделение целлюлозы от нецеллюлозных элементов текстиля из смешанных волокон. Такая переработка может быть осуществлена с применением существующей инфраструктуры, например, такую переработку можно осуществлять на целлюлозных заводах. Полученная целлюлоза легко поддается дальнейшей химической обработке, например, карбамированию.

Другие признаки и преимущества станут понятны из следующего описания.

### **Варианты реализации**

Для целей настоящего изобретения кислотная обработка означает обработку, которая имитирует условия предварительного гидролиза, используемые в производстве растворяющей целлюлозы, используя, например, технологию предварительного гидролиза крафт-целлюлозы.

Материал типа растворимой целлюлозы следует понимать как материал, полученный с применением вариантов реализации предложенного способа, который представляет собой по существу химически чистую целлюлозу, которая не содержит нецеллюлозных примесей, таких как пигменты, неорганические вещества, лигнин, гемицеллюлоза, текстильные аппреты и добавки, а также по существу не содержит нецеллюлозных волокон. По существу не содержащий нецеллюлозных волокон означает, что неизбежно остается некоторое количество примесей.

Сортировка означает, что материал отобран вручную или механически отобран по его составу. Указанный материал состоит из 50% по массе или более материала основного компонента, который представляет собой целлюлозу или целлюлозные волокна. Сортировка дополнительно включает отбраковку загрязненных материалов на основе визуального или сенсорного осмотра, машинного зрения, спектрального анализа, гиперспектральной визуализации или любого другого соответствующего метода определения состава.

Исходная масса текстильного материала относится к массе текстильного материала после удаления большей части нетекстильных элементов, таких как этикетки и некоторые печатные изображения, металлические элементы, резиновые элементы, кожаные элементы и пластиковые элементы, такие как пуговицы и молнии. Другими словами, исходная масса текстильного материала по существу относится к массе только целлюлозных и нецеллюлозных волокнистых компонентов.

Щелочная обработка, в свою очередь, означает обработку, в ходе которой материалы приводят в контакт с водным раствором щелочи или щелочей.

Для целей настоящего изобретения при измерении температуры ее измеряют при атмосферном давлении, если не указано иное.

Задача настоящего изобретения заключается в преодолении по меньшей мере некоторых проблем, связанных с известным уровнем техники, и обеспечении усовершенствованного способа разделения целлюлозы из текстиля со смешанными волокнами, содержащего целлюлозные волокна и нецеллюлозные волокна, такие как полиэстер, полиамид, полиуретан и т.д. и т.п., и в указанном способе, после удаления посторонних элементов, таких как пуговицы, молнии и т.п. (очистки текстильных отходов) и механического измельчения, регулируют степень полимеризации целлюлозы до требуемой степени, подходящей для получения материала типа растворимой целлюлозы посредством приведения в контакт измельченного текстиля с кислотой. Неожиданно было обнаружено, что приведение в контакт массы механически

измельченного текстиля со смешанными волокнами с кислотой обеспечивает удаление нецеллюлозных примесей, таких как металлы и растворимые в кислотах вещества, например, пигменты, поверхностно-активные вещества и другие органические остатки, присутствующие в текстильном материале. Кислотная стадия также инициирует гидролиз целлюлозы, предпочтительный для регулирования степени полимеризации целлюлозы, чтобы она подходила для целевого применения. Затем свойства полученных фрагментов регулируют на второй химической стадии, на которой массу, приведенную с контакт с кислотой, приводят в контакт со щелочью. Приведение в контакт массы со щелочью обеспечивает набухание целлюлозы, повышая ее активность для дальнейшего растворения. Кроме того, было обнаружено, что приведение в контакт указанной массы со щелочью является эффективным для удаления некоторых белковых волокон, а именно шерсти, животного волоса, шелка и белка, например, кератина. Происходит также удаление некоторой части олигомерной целлюлозы.

#### **Подробное описание изобретения**

В соответствии с иллюстративным аспектом настоящего изобретения предложен способ разделения целлюлозных волокон и нецеллюлозных волокон из смешанного волокнистого текстильного материала, содержащего целлюлозные и нецеллюлозные волокна. В одном варианте реализации текстильные материалы поставляют и сортируют для удаления текстильных материалов, не содержащих целлюлозу, а также для удаления фрагментов металла, таких как пуговицы и молнии. Сортировку можно осуществлять до поставки текстиля, например, на целлюлозный завод, или ее можно осуществлять на месте, при этом измельчение и разделение смешанного текстиля происходит, например, на целлюложном заводе. В соответствии с одним вариантом реализации, предложенный способ включает механическое измельчение текстильного материала для раскрытия текстильных структур в материале. Текстильный материал можно измельчать с помощью различных механических устройств с получением частиц измельченного текстильного материала с размером частиц около 0,01-1,00 см<sup>2</sup>. В одном варианте реализации текстильный материал измельчают посредством разрезания, дробления, растирания или размола текстильного материала для раскрытия текстильных структур в материале. В дополнительном варианте реализации измельчение посредством разрезания, дробления, растирания или размола текстильного материала обеспечивает раскрытие структуры нити в материале. Предпочтительно, получают волокна, имеющие размер до 40 мм. Оптимально, частицы текстильного материала измельчают на отдельные частицы, имеющие длину волокна  $\leq 25$  мм, предпочтительно  $\leq 10$  мм, в частности, от 1 до 5 мм в длину. Измельчение текстиля до указанных размеров обеспечивает получение волокон с площадью поверхности и размером, оптимальными для приведения в контакт с жидкостями на следующих химических стадиях. Как упомянуто выше, материал сортируют с получением смешанного волокнистого материала, содержащего целлюлозу. В одном варианте реализации смешанный волокнистый текстильный материал имеет содержание целлюлозы 50% по массе материала или более, в частности, 60% по массе материала или более, в частности, 70% по массе материала или более, предпочтительно 80% по массе материала, наиболее предпочтительно смешанный волокнистый текстильный материал содержит 80% по массе целлюлозного материала и менее 20% нецеллюлозного волокна, в частности, нецеллюлозный волокнистый компонент представляет собой полиэстер. Материал может дополнительно содержать другие нецеллюлозные компоненты, такие как эластан, полиуретан и т.д. Механически раскрытые структуры приводят в контакт с кислотой на первой химической стадии с получением волокон, обработанных кислотой. Приведение в контакт механически раскрытой структуры с кислотой обеспечивает получение суспензии или слоя волокон. Кислота действует на целлюлозные волокна, регулируя степень полимеризации целлюлозы, в частности, снижая степень полимеризации, например, в одном варианте реализации от максимальной вязкости в диапазоне от 500 до 2500, предпочтительно от 600 до 100, более предпочтительно от 700 до 900 мл/г, в частности, от 800 мл/г, до минимальной вязкости в диапазоне от 200 до 500 мл/г, предпочтительно от 250 до 500, в частности, от 250 до 450, в частности, от 300 до 350 мл/г. В одном варианте реализации кислота дополнительно действует на мономерные нецеллюлозные и неорганические и органические компоненты, растворяя указанные компоненты для их вымывания на следующей стадии. При измерении вязкости поликоттона учитывают только целлюлозную часть; нецеллюлозная часть не влияет на вязкость. Затем волокна, обработанные кислотой, приводят в контакт со щелочью на второй химической стадии. Приведение в контакт со щелочью обеспечивает вымывание нецеллюлозных компонентов из суспензии с получением суспензии, по существу содержащей очищенные целлюлозные волокна, несмотря на то, что может оставаться небольшое количество нецеллюлозных материалов. В подходящем варианте реализации волокна, обработанные кислотой, промывают водой перед приведением их в контакт со щелочью на второй химической стадии. В одном варианте реализации волокна, обработанные кислотой, прессуют до приведения в контакт со щелочью на второй химической стадии. В дополнительном варианте реализации кислотную варочную жидкость с первой химической стадии заменяют на щелочную варочную жидкость для второй химической стадии.

В одном варианте реализации механическое измельчение текстильного материала включает разрезание текстильного материала или дробление текстильного материала, или разрезание текстильного материала и дробление разрезанного материала. Скорость разрезания (т.е. физический размер волокна, раскрытие структуры нити/ткани, рыхлость/объемная плотность материала) отсортированных и очищенных

текстильных отходов оказывает существенное влияние на свойства материала во время химической предварительной обработки, например, в отношении наполнения варочных котлов, перекачки суспензии и свойств, связанных с тепло/массообменом. Обычно получают волокна, имеющие размер до 40 мм. Однако в идеале текстильный материал измельчают и/или разрезают до получения частиц, имеющих волокна размером  $\leq 25$  мм, предпочтительно  $\leq 10$  мм, в частности, от 1 до 7 мм в длину, например, от 1 до 6 или от 1 до 5 мм в длину.

Как упомянуто выше, в одном варианте реализации механически обработанные частицы затем подвергают первой химической стадии. Первая химическая стадия включает приведение в контакт измельченного текстильного материала с кислотой, выбранной из группы, состоящей из минеральных кислот, таких как  $H_2SO_4$  и надсерная кислота, органических кислот, таких как муравьиная кислота, уксусная кислота, надмуравьиная кислота, надуксусная кислота, или кислотных побочных потоков других промышленных процессов, включая отходящие потоки целлюлозного завода, и их смесей. Смесь может содержать комбинацию минеральных кислот, комбинацию органических кислот, комбинацию надкислот или комбинацию любых минеральных кислот, органических кислот и надкислот, как органических, так и неорганических. В предпочтительном варианте реализации измельченный текстильный материал приводят в контакт с  $H_2SO_4$ . В одном варианте реализации исходная загрузка кислоты составляет от 2 до 30 г/л. В одном варианте реализации концентрация кислоты по окончании кислотной варки составляет от 1 до 25 г/л. Различные кислоты обеспечивают различные преимущества, например, кислоты-окислители, такие как надкислоты, улучшают удаление красителей, сильные минеральные кислоты улучшают кислотный гидролиз. С другой стороны, органические кислоты являются биоразлагаемыми и, кроме того, экологически безопасными, поэтому сульфатные выбросы сохраняются на нулевом уровне.

В дополнительном варианте реализации измельченный текстильный материал приводят в контакт с кислотой при температуре от 50 до 200°C, предпочтительно от 60 до 170°C, в частности, от 65 до 100°C, такой как от 60 до 95°C, в частности,  $> 70^\circ C$ . По мере повышения температуры выше 50°C увеличивается скорость, с которой снижается степень полимеризации целлюлозы. Оптимальный диапазон составляет от 50 до 100°C.

В дополнительном варианте реализации измельченный текстильный материал приводят в контакт с кислотой в течение от 30 до 240, предпочтительно от 30 до 120, обычно 40-90 мин.

Помимо снижения степени полимеризации целлюлозной фракции, первая химическая стадия обеспечивает преимущество растворения металлов. Так, в одном варианте реализации первая химическая стадия включает растворение металлов, присутствующих в измельченном текстильном материале, и начало снижения степени полимеризации (DP) целлюлозной фракции. После растворения металлов они могут быть вымыты из суспензии на следующих стадиях промывания. В одном варианте реализации первая химическая стадия дополнительно включает растворение дополнительных примесей, растворимых в кислотах, которые присутствуют в измельченном текстильном материале, для вымывания их из суспензии.

В дополнительном варианте реализации первая химическая стадия включает прокачивание кислоты через измельченный текстильный материал, например, кислоту можно прокачивать через слой волокон, благодаря чему механически раскрытые текстильные волокна не путаются друг с другом и не образуют структуры типа жгутов и узлов, не пригодные для переработки, что поддерживает доступность волокон для реагентов во время следующих химических процессов. В подходящем варианте реализации измельченный текстильный материал и кислота образуют суспензию, которую перемешивают в подходящем реакторе.

Один тип подходящего реактора представляет собой смесительный реактор, в котором смешивают волокна с варочной жидкостью.

Дополнительный тип реактора может представлять собой один варочный котел или группу варочных котлов, в которой получают суспензию посредством циркуляции волокон и варочной жидкости (т.е. кислотного или щелочного раствора) с помощью насоса. Другой пример группы реакторов, в которых можно осуществлять циркуляцию суспензии, представляет собой контур средней консистенции. Для применения в различных вариантах реализации также подходят реакторы непрерывного действия шнекового типа.

При рассмотрении промышленной применимости в каждом реакторе важна пригодность суспензии к перекачиванию насосом. Спутывания волокон друг с другом и образования жгута можно избежать посредством оптимального измельчения сырьевого материала и/или оптимизации насосных и перемешивающих устройств. В конкретном варианте реализации циркуляцию суспензии в подходящем реакторе обеспечивают с помощью насоса.

Среднюю консистенцию следует понимать как описание густой суспензии волокон, воды и химических реагентов, которую все еще можно транспортировать с помощью насосов, специально предназначенных для этой цели. Обычно такие суспензии могут содержать 3-15% волокна, чаще 6-12% волокна в форме пульпы или пульпы, полученной из вторично переработанного хлопка. Средняя консистенция также может описывать густую суспензию волокон, воды и химических реактивов, которую все еще

можно транспортировать с помощью насосов, специально предназначенных для этой цели. Обычно такие суспензии могут содержать 1-15% волокна, чаще 6-2% волокна из вторично переработанного текстиля.

Для целей настоящего изобретения "варочный котел" следует понимать как емкость под давлением или без давления, в которой выдерживают суспензию волокон в течение продолжительного периода времени для протекания предполагаемых химических реакций. Сырье может быть в верхней или в нижней части емкости, а выгрузка волокон может быть ускорена с помощью разгрузочного устройства. Такие варочные котлы могут быть оснащены внутренними решетками для вытеснения жидкости при удерживании волокон внутри варочного котла. Емкости могут быть вертикальной и горизонтальной конструкции и могут работать в периодическом или непрерывном режиме.

В одном варианте реализации, при эксплуатации при температурах ниже или до 100°C, например, во время кислотной обработки, используют емкость без давления. В одном варианте реализации, при эксплуатации при температурах выше 100°C, например, во время щелочной обработки (ср. ниже), используют емкость под давлением.

В одном варианте реализации предложенный способ включает вторую химическую стадию. В одном варианте реализации вторая химическая стадия включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, со щелочью, выбранной из группы, состоящей из NaOH, KOH, органических (неионогенных) супероснований и их смесей. В дополнительном варианте реализации щелочь, выбранная из группы, состоящей из NaOH, KOH, органических (неионогенных) супероснований и их смесей, находится в серосодержащей варочной жидкости из традиционного процесса варки целлюлозы. В конкретном варианте реализации супероснования представляют собой эффективный катализатор гидролиза нецеллюлозных материалов, таких как сложные полиэферы. В одном варианте реализации используют NaOH, необязательно содержащийся в серосодержащей варочной жидкости из традиционного процесса варки целлюлозы. Одним из преимуществ применения NaOH является его доступность на целлюлозных заводах. В одном варианте реализации исходная загрузка щелочи, измеренная после нейтрализации кислотных остатков, оставшихся в материале, обработанном кислотой, составляет от 25 до 100 г/л. Приведение волокон в контакт со щелочью обеспечивает ряд эффектов. Во-первых, нецеллюлозные компоненты, например, полимерные нецеллюлозные компоненты и кератин, включая остатки шерсти, волос и кожи, вымываются из целлюлозы, а во-вторых, целлюлоза набухает, увеличивая доступность для реагентов для дальнейших процессов. Щелочная варка продолжает процесс очистки целлюлозы в щелочной среде для удаления большей части цветных пигментов, удаления полиэстера вследствие щелочного гидролиза, удаления неорганических соединений, таких как частицы диоксида кремния, и регулирования молекулярно-массового распределения целлюлозы, начатого при кислотной обработке, до требуемого уровня для дальнейшего процесса карбамирования. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что волокна, обработанные кислотой, приводят в контакт со щелочью при температуре от 50 до 200°C, предпочтительно от 95 до 140°C, обычно от 100 до 120°C, в частности, 110°C. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что волокна, обработанные кислотой, приводят в контакт со щелочью в течение от 30 до 240, обычно от 60 до 180, предпочтительно от 60 до 120 мин. Шерсть, шелк и животный волос или другие кератины и склеропотеины, в основном, уже удалены во время сортировки и очистки текстильных отходов. Однако присутствие указанных волокон в потоке отходов является допустимым. Удаление полиэстера щелочным гидролизом является одним из важнейших эффектов щелочной варки для выделения химических волокон. Кроме того, происходит регуляция степени полимеризации и молекулярно-массового распределения целлюлозной фракции. В одном варианте реализации вязкость текстильного сырьевого материала составляет от 500 до 2500, предпочтительно от 600 до 1000, более предпочтительно от 700 до 900 мл/г, в частности, 800 мл/г, а конечная вязкость после кислотной стадии и щелочной стадии составляет от 200 до 500, предпочтительно от 250 до 500 мл/г, в частности, от 250 до 450 мл/г, в частности, от 300 до 350 мл/г.

В дополнительных вариантах реализации возможно последующее химическое отбеливание материала после кислотной и щелочной варки. Например, в одном варианте реализации используют полностью бесхлорное отбеливание с применением последовательности отбеливания с помощью озона и пероксида водорода/перуксусной кислоты для одновременного регулирования степени полимеризации целлюлозной фракции. В дополнительном варианте реализации озон может быть заменен на диоксид хлора в случае использования последовательности без элементарного хлора для одновременного регулирования степени полимеризации целлюлозной фракции.

На практике нецеллюлозные материалы, такие как полиуретан, подобный эластану, становятся хрупкими при термической обработке после первой и второй химических стадий, например, при карбаминировании, и могут быть выделены во время растворения и фильтрования прядильного раствора карбамата целлюлозы.

В одном варианте реализации щелочь прокачивают через волокна, обработанные кислотой, например, щелочь можно прокачивать через слой волокон, благодаря чему волокна, обработанные кислотой, не спутываются друг с другом и не образуют структуры типа жгутов и узлов, не пригодные для переработки, что поддерживает доступность волокон для реагентов во время следующих химических процес-

сов. В подходящем варианте реализации суспензию волокон, обработанных кислотой, и щелочи смешивают в подходящем реакторе, таком как реактор, описанный выше как подходящий для применения на первой химической стадии. В конкретном варианте реализации циркуляцию смеси щелочной суспензии в подходящем реакторе или группе реакторов обеспечивают с помощью насоса.

В дополнительном варианте реализации вторая химическая стадия дополнительно включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с поверхностно-активным веществом. В подходящем варианте реализации вторая химическая стадия дополнительно включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с поверхностно-активным веществом, выбранным из группы катионных поверхностно-активных веществ, неионогенных поверхностно-активных веществ и анионных поверхностно-активных веществ, предпочтительно с неионогенным поверхностно-активным веществом, выбранным из группы, состоящей из алкилполиглюкозида, цетомакрогала 1000, цетостеарилового спирта, цетилового спирта, кокамида ДЭА, кокамида МЭА, децилглюкозида, децилполиглюкозида, моностеарата глицерина, IGEPAL CA-630, Isoceteth-20, лаурилглюкозида, мальтозидов, монолаурина, микосубтилина, этоксилата узкого диапазона, Nonidet P-40, ноноксинола-9, ноноксиолов, NP-40, монододецилового эфира октаэтиленгликоля, N-октил-бета-D-тиоглюкопиранозиды, октилглюкозида, олеилового спирта, глицеридов ПЭГ-10 подсолнечного масла, монододецилового эфира пентаэтиленгликоля, полидоканола, поллоксамера, поллоксамера 407, полиэтиоксилированного амина таллового масла, полирицинолеата полиглицерина, полисорбата, полисорбата 20, полисорбата 80, сорбитана, сорбитанмонолаурата, сорбитанмоностеарата, сорбитантристеарата, стеарилового спирта, сурфактина, тритона X-100, твина 80, додецилсульфата натрия (SDS), хлоридов бензалкония, хлорида бензил-С<sub>8</sub>-С<sub>18</sub>-алкилдиметиламмония, любого поверхностно-активного вещества из групп подобных материалов и их смесей. Неионогенные поверхностно-активные вещества предпочтительны в качестве смачивающих агентов. В одном варианте реализации катионные поверхностно-активные вещества, такие как хлорид бензил-С<sub>8</sub>-С<sub>18</sub>-алкилдиметиламмония, являются предпочтительными, поскольку обеспечивают сильное взаимодействие со смешанными текстильными материалами, такими как поликоттон, увеличивая гидрофобность смеси.

В одном варианте реализации вторая химическая стадия включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с  $\leq 1,0$  мас.% поверхностно-активного вещества по массе текстильного материала, обычно 0,05-0,5 мас.% поверхностно-активного вещества по исходной массе текстильного материала.

В одном варианте реализации вторую химическую стадию осуществляют с использованием одного варочного котла или группы варочных котлов такого типа, как описан выше в отношении стадии кислотной обработки, в которых обеспечивают циркуляцию суспензии, обработанной из волокон и варочной жидкости, с помощью насоса. Как описано выше, другой пример группы реакторов, в которых можно осуществлять циркуляцию суспензии, представляет собой контур средней консистенции. Для применения в различных вариантах реализации также подходят реакторы непрерывного действия шнекового типа.

В дополнительном варианте реализации материал, обработанный кислотой и щелочью, промывают водой с получением материала, который по существу относится к типу растворимой целлюлозы, для процесса получения карбамата целлюлозы.

В одном варианте реализации смешанный волокнистый текстильный материал представляет собой смешанный волокнистый текстильный материал смешанных цветов. Смешанный волокнистый текстильный материал, необязательно имеющий смешанные цвета и содержащий целлюлозные и нецеллюлозные волокна, в одном варианте реализации приводят в контакт с кислотой и щелочью. В частности, указанный материал по отдельности приводят в контакт с кислотой и щелочью, например, сначала с кислотой, а затем со щелочью, или сначала со щелочью, а затем с кислотой. Затем полученный материал промывают водой. Наконец, полученный материал в одном варианте реализации подвергают отбеливанию, в частности, озоном и необязательно озоном и пероксидом водорода.

В одном варианте реализации материал, обработанный кислотой и щелочью, а затем отбеленный озоном и необязательно пероксидом, промывают водой с получением материала целлюлозной массы, в частности, материала целлюлозной массы, который по существу относится к типу растворимой целлюлозы, например, для процесса получения карбамата целлюлозы.

Некоторые текстильные материалы содержат нежелательные красители и цветные пигменты, которые могут быть удалены в вариантах реализации настоящего изобретения. В одном варианте реализации вторая химическая стадия дополнительно включает удаление цветных пигментов, красителей и других примесей, растворимых в щелочах. В одном варианте реализации цветные пигменты, красители и другие примеси, растворимые в щелочах, удаляют посредством горячей щелочной экстракции на второй химической стадии.

Использование вариантов реализации предложенного способа обеспечивает возможность получения пульпы для применения в следующих процессах. В конкретном варианте реализации сырьевой материал, который относится к типу растворимой целлюлозы, выделяют для дальнейшей переработки. Например, пульпа может быть выделена фильтрацией и сушкой. В одном варианте реализации сырьевой материал, который относится к типу растворимой в щелочах целлюлозы, нейтрализуют перед сушкой. В одном варианте реализации сырьевой материал, который относится к типу растворимой целлюлозы, под-

ходящим образом обезвоживают и сушат сформированное полотно в форме сетки или листа (высушенный продукт можно собирать в форме рулона или листа) для транспортировки. В качестве альтернативы также возможна сушка с помощью испарительной сушилки или сушилки с перегретым паром, или распылительной сушилки, или аналогичной технологии. В дополнительном варианте реализации сырьевой материал, который относится к типу растворимой целлюлозы, можно напрямую использовать в качестве влажной пульпы, высушенной соответствующим образом для процессов карбамирования на предприятии, работающем на своем сырье. Как упомянуто выше, в различных вариантах реализации весь процесс можно осуществлять на целлюлозном заводе.

Дополнительные варианты реализации предложенного способа обеспечивают получение продукта на основе карбамата целлюлозы. В одном варианте реализации предложенный способ включает дополнительные стадии приведения в контакт щелочного материала, обработанного кислотой и щелочью, с 5-25 мас.% мочевины по массе высушенной в печи целлюлозы, содержащейся в щелочном материале, обработанном кислотой и щелочью, взаимодействия указанной смеси материал/мочевина при перемешивании при температуре в диапазоне от 100 до 170°C, предпочтительно от 130 до 165°C, в частности, от 133 до 150°C, с получением продукта на основе карбамата целлюлозы, выделения продукта на основе карбамата целлюлозы и дробления выделенного продукта. В дополнительном варианте реализации выделенный и измельченный продукт на основе карбамата целлюлозы необязательно промывают перед обезвоживанием или сушкой. Если продукт на основе карбамата целлюлозы затем обрабатывают для выделения любых оставшихся нецеллюлозных материалов, то карбамат целлюлозы, полученный в процессе карбамирования, сначала измельчают, затем очищают перед обезвоживанием или сушкой. В одном варианте реализации степень полимеризации материала, обработанного кислотой и щелочью, регулируют с помощью пероксида водорода в процессе карбамирования или другими подходящими способами, например, электронной бомбардировкой перед добавлением мочевины. В одном варианте реализации добавляют 29-435 ммоль пероксида водорода на килограмм материала, обработанного кислотой и щелочью. Альтернативно, степень полимеризации можно регулировать до конечного требуемого уровня с помощью процесса химической предварительной обработки (включая или исключая процесс отбеливания).

Таким образом, предложенные варианты реализации обеспечивают получение продукта на основе карбамата целлюлозы из смешанного волокнистого текстильного материала в одном непрерывном процессе.

В некоторых вариантах реализации во время первой химической стадии и второй химической стадии растворяется/удаляется не весь нецеллюлозный материал. В одном варианте реализации любой оставшийся нецеллюлозный материал отделяют посредством дополнительного процесса двухфазной экстракции из тонкоизмельченного материала на основе карбамата целлюлозы. В альтернативном варианте реализации оставшийся нецеллюлозный материал отделяют посредством фильтрации растворенного карбамата целлюлозы до, например, процесса мокрого прядения. В дополнительном варианте реализации оставшийся нецеллюлозный материал отделяют разделением под действием силы тяжести, предпочтительно с помощью одного или более гидроциклонов, т.е. центробежного сепаратора и/или во флотационной камере. Целлюлоза (особенно хлопок) имеет более высокую плотность, чем нецеллюлозные материалы, такие как полиэстер, например, полиэтилентерефталат (ПЭТ), который, в свою очередь, имеет более высокую плотность, чем эластан. Для повышения эффективности разделения несколько гидроциклонов могут быть соединены последовательно. Механическое разделение волокнистых материалов, осуществляемое согласно варианту реализации, в качестве альтернативы или в дополнение к обработке в одном или нескольких гидроциклонах, также может быть осуществлено во флотационной камере. Во флотационной камере, в частности, могут быть выполнены следующие процедуры: а) образование пузырьков газа в суспензии, б) приведение в контакт пузырьков газа с волокнистыми материалами из суспензии, в) прикрепление или прилипание волокнистых материалов, подлежащих выделению, к пузырькам газа, г) обеспечение возможности подъема комбинаций газ/твердое вещество к поверхности, где их можно снять благодаря их более низкой плотности, во флотационной камере, причем более легкие нецеллюлозные материалы, такие как частицы полиэстера, например, ПЭТ, и эластана, поднимают преимущественно, и могут быть сняты с более тяжелых частиц целлюлозы, которые остаются во флотационной камере.

Описанную обработку во флотационной камере можно осуществлять непрерывно или периодически.

Карбамат целлюлозы, полученный описанным способом, может быть использован в качестве сырьевого материала для производства текстильных штапельных волокон или нитей, нетканых волокон, пленок, губок и оболочек.

Следующие неограничивающие примеры иллюстрируют по меньшей мере некоторые варианты реализации настоящего изобретения.

### Примеры

Пример 1. Химическая предварительная обработка в варочном котле с принудительной циркуляци-

ей.

Переработанные отсортированные хлопковые текстильные отходы смешанных цветов с вязкостью, измеренной с использованием CED (медь-этилендиаминового комплекса)  $800 \pm 200$  мл/г (модифицированный стандарт ISO 5351), содержащие  $4,0 \pm 2,8\%$  нецеллюлозных волокон (главным образом, полиэстер, а также следовые количества нейлона, материала, содержащего изопрен (резинка), полиэтилена/полипропилена), механически измельчали для разрушения структуры ткани с получением частиц, имеющих размер волокон  $\leq 25$  мкм 135-155 кг высушенных на воздухе разрезанных текстильных отходов) подвергали химической предварительной обработке в варочном котле с принудительной циркуляцией, используя двухстадийную процедуру варки: На первой кислотной стадии измельченный материал обрабатывали серной кислотой при  $90^\circ\text{C}$  в течение 60 мин, используя отношение жидкости к твердому веществу 10 к 1, исходная загрузка кислоты составляла  $5,4 \pm 0,4$  г/л ( $n=35$ ), конечная концентрация кислоты в конце варки составляла  $4,7 \pm 0,6$  г/л ( $n=35$ ), значение pH последнего промывочного раствора составляло  $6,4 \pm 1,2$  ( $n=35$ ) при измерении в промывочном фильтрате после выдерживания 1 кг предварительно обработанной пульпы в 20 л воды в течение ночи. Средний выход кислотной стадии составлял 88% твердого вещества в расчете на материал, высушенный в печи. На второй щелочной стадии промытый материал, обработанный кислотой, подвергали химической предварительной обработке гидроксидом натрия при  $110^\circ\text{C}$  в течение 120 мин, использовали отношение жидкости к твердому веществу 13,5, исходная загрузка щелочи составляла  $83 \pm 5$  г/л ( $n=35$ ), конечная концентрация щелочи в конце варки составляла  $76 \pm 6$  г/л ( $n=35$ ), значение pH последнего промывочного раствора составляло  $8,3 \pm 0,5$  ( $n=35$ ) при измерении в промывочном фильтрате после выдерживания 1 кг предварительно обработанной пульпы в 75 л воды в течение 1 ч. Средний выход щелочной стадии составлял 92% твердого вещества в расчете на материал, высушенный в печи.

Вязкость предварительно химически обработанного материала составляла  $330 \pm 30$  мл/г ( $n=35$ ) (на основании измерения вязкости с использованием CED в соответствии с модифицированным стандартом ISO 5351). Проводили следующий элементный анализ (методом ИСП-ОЭС (оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой) после мокрого озоления образца), включая определение содержания золы: Содержание кальция составляло  $55 \pm 23$  м.д. в расчете на Ca ( $n=35$ ), содержание магния составляло  $6 \pm 3$  м.д. в расчете на Mg ( $n=35$ ), содержание железа составляло  $10 \pm 3$  м.д. в расчете на Fe ( $n=35$ ), содержание кремния составляло  $16 \pm 8$  м.д. в расчете на Si ( $n=35$ ). Содержание золы составляло  $0,10 \pm 0,03\%$  ( $n=35$ ) (ISO 1762).

Материал типа растворимой целлюлозы, полученный в процессе предварительной обработки, соответствующим образом обезвоживали для следующего процесса карбамирования. Процесс карбамирования осуществляли так, как описано в финских патентах FI 112869, FI 112795, а также в заявке на финский патент FI 20195717. Степень полимеризации целлюлозы регулировали, используя дозу пероксида водорода  $0,33 \pm 0,08\%$  ( $n=17$ ), до уровня  $248 \pm 17$  мл/г ( $n=17$ ) (как вязкость, измеренная с использованием CED в соответствии с ISO 5351) при измерении в промытом и высушенном карбамате целлюлозы.

Карбамат целлюлозы, полученный посредством карбамирования, дополнительно растворяли для получения волокон карбамата целлюлозы для формования по мокрому способу: Измельченный воздушно-сухой порошок карбамата целлюлозы суспендировали и растворяли в растворе цинката натрия (океана цинка) до конечного содержания карбамата целлюлозы  $6,5 \pm 0,2\%$  ( $n=10$ ), содержания гидроксида натрия  $6,5 \pm 0,2\%$  ( $n=10$ ). Полученный в результате способа растворения расплав карбамата целлюлозы впоследствии фильтровали посредством способа двухстадийной фильтрации с обратной промывкой, применяя на второй стадии фильтрации фильтрующий материал размером 20 мкм. Формование из отфильтрованного и деаэрированного карбамата целлюлозы по мокрому способу проводили с применением осадительной ванны, оптимизированной для способа карбамата целлюлозы, содержащей, например, сульфат натрия и свободную серную кислоту. В условиях растяжения в горячей ванне приложенный предел прочности на сдвиг составил  $86 \pm 8\%$  ( $n=56$ ). Филаментная лента, полученная в результате формования, была разрезана на штапельные волокна с длиной резки 40 мм.

Конечный титр филамента составлял 1,3 дтекс. Упругость при разрыве штапельных волокон составила  $23 \pm 1$  сН/текс ( $n=56$ ), удлинение при разрыве -  $16,4 \pm 1,5\%$  ( $n=56$ ) (SFS-EN ISO 5079).

Пример 2. Химическая предварительная обработка в смесительном реакторе.

Переработанные отсортированные хлопковые текстильные отходы смешанных цветов с вязкостью, измеренной с использованием CED (медь-этилендиаминового комплекса)  $800 \pm 200$  мл/г (модифицированный стандарт ISO 5351), содержащие  $4,0 \pm 2,8\%$  нецеллюлозных волокон (главным образом, полиэстер, а также следовые количества нейлона, материала, содержащего изопрен (резинка), полиэтилена/полипропилена), механически разрезали для разрушения структуры ткани с получением как можно более неповрежденных волокон или структуры пряжи.

Для кислотной стадии в смесительный реактор загружали 178 кг воды, добавляли 1,26 кг серной кислоты (93% раствор мас./мас.) и нагревали разбавленный раствор серной кислоты до требуемой температуры  $90^\circ\text{C}$ . Включив режим перемешивания, в реактор добавляли 22,3 кг высушенных на воздухе тек-

стильных отходов (содержание сухого вещества 89,3%). Плотность пульпы составляла 10% (мас./мас.), измеренное содержание серной кислоты в кислотной варочной жидкости составляло 6,5 г/л. Смесь варили при 90°C в течение 60 мин. В течение следующих 30 мин реактор соответствующим образом охлаждали для безопасной выгрузки суспензии волокон из реактора. Обработанное кислотой волокно делили на четыре порции и промывали водой порцию за порцией, пока значение pH выходящего промывочного раствора не устанавливалось на уровне приблизительно pH 6.

Для щелочной стадии в смесительный реактор загружали 100 кг воды, добавляли 34 кг гидроксида натрия (50% раствор мас./мас.) и нагревали разбавленный раствор гидроксида натрия до 50°C. При одновременном перемешивании в реактор добавляли 83,5 кг промытой и влажной суспензии волокон, обработанных кислотой, содержащей 19,5 кг волокна. Плотность пульпы составляла 9,0% (мас./мас.), исходная измеренная загрузка гидроксида натрия составляла 84,8 г/л. Щелочную суспензию волокон нагревали до 100°C в течение следующих 140 мин. Через 100 мин варки при 100-107°C реактор соответствующим образом охлаждали в течение следующих 100 мин для безопасной выгрузки суспензии волокна из реактора, в результате чего общее время пребывания волокна в щелочных условиях при температуре выше 50°C составляло 340 мин, и при температуре 100°C-100 мин. Конечная концентрация гидроксида натрия в варочной жидкости в конце варки составляла 106 г/л вследствие испарения во время продолжительной варки.

Выход на кислотной и щелочной стадиях составлял 83%. Вязкость предварительно химически обработанного материала составляла 365 мл/г (на основании измерения вязкости с использованием CED в соответствии с модифицированным стандартом ISO 5351).

Материал типа растворимой целлюлозы, полученный в процессе предварительной обработки, соответствующим образом обезвоживали для следующего процесса карбамирования. Степень полимеризации целлюлозы регулировали, используя дозу пероксида водорода 0,4%, до уровня 248 мл/г (как вязкость, измеренная с использованием CED в соответствии с ISO 5351) при измерении в промытом и высушенном карбамате целлюлозы. Процесс карбамирования осуществляли так, как описано в финских патентах FI112869, FI112795, а также в заявке на финский патент FI20195717. Общее содержание азота в промытом и высушенном в печи карбамате целлюлозы составляло 1,8% (модифицированный SFS 5505:1988).

Пример 3. Химическая предварительная обработка в варочном котле.

Переработанные отсортированные хлопковые текстильные отходы смешанных цветов с вязкостью, измеренной с использованием CED (медь-этилендиаминового комплекса) 750 мл/г (модифицированный стандарт ISO 5351), содержащие 8,8% нецеллюлозных волокон (главным образом, полиэстер и следовые количества нейлона), механически разрезали для разрушения структуры ткани с получением частиц, имеющих средний размер волокон 6 мм 295 кг высушенных на воздухе измельченных текстильных отходов) подвергали кислотной предварительной обработке в варочном котле с контуром средней консистенции, выполненном с возможностью переработки пульпы средней консистенции на основе древесных волокон. Главная часть контура состояла из напорной трубы и соответствующего насоса для средней консистенции. На первой кислотной стадии разрезанный материал обрабатывали серной кислотой при 95°C в течение 70 мин; использовали отношение жидкости к твердому веществу 10 к 1, исходная загрузка кислоты составляла 5,0 г/л, и конечная концентрация кислоты в конце варки составляла 4,3 г/л. Значение pH последнего промывочного раствора составляло 3,2 при измерении в промывочном фильтрате, что соответствует 0,6 г свободной серной кислоты на килограмм сухого материала, обработанного кислотой. Волокнистую суспензию средней консистенции в кислотной варочной жидкости пропускали через химический смеситель и возвращали в верхнюю часть питающей трубы. Поток в контуре контролировали, регулируя скорость насоса и обходя контур, направляя часть потока обратно в нижнюю часть напорной трубы. Обходной поток регулировали регулирующим клапаном, подходящим для суспензии волокон. Вязкость материала, обработанного кислотой, составляла 315 мл/г (на основании измерения вязкости с использованием CED в соответствии с модифицированным стандартом ISO 5351). Средний выход кислотной стадии составлял 78% твердых веществ в расчете на материал, высушенный в печи.

На второй, щелочной стадии промытый материал, обработанный кислотой, подвергали химической обработке в реакторе высокого давления, оснащенный насосом средней консистенции, гидроксидом натрия при 110°C в течение 120 мин, использовали отношение жидкости к твердому веществу 13 к 1, исходная загрузка щелочи составляла 71,7 г/л, конечная концентрация щелочи в конце варки составляла 63,7 г/л, значение pH последнего промывочного раствора составляла 9,9 при измерении в промывочном фильтрате после выдерживания 1 кг предварительно обработанной пульпы в 75 л воды в течение 1 ч. Средний выход щелочной стадии составлял 92% твердых веществ в расчете на материал, высушенный в печи. Вязкость материала, обработанного кислотой и щелочью, составляла 305 мл/г (на основании измерения вязкости с использованием CED в соответствии с модифицированным стандартом ISO 5351).

Пример 4. Озоновое и пероксидное отбеливание пульпы, обработанной кислотой и щелочью.

Промытый материал, обработанный кислотой и щелочью (полученный в соответствии с примером № 3), с исходной белизной по ISO (ISO 2470) 57,6 подвергали озоновому отбеливанию при следующих технологических условиях: Пульповую среду подкисляли серной кислотой до достижения содержания

серной кислоты 0,45% по массе сухой целлюлозы, консистенцию волокнистой суспензии доводили до среднего уровня консистенции 10% по массе, доза озона составляла 0,50% по массе сухой целлюлозы, и озоновое отбеливание проводили при температуре 60°C. В реакции отбеливания израсходовано 0,45% озона относительно массы сухой целлюлозы, и белизна по ISO (ISO 2470) увеличилась с 57,6 до 79,5, индекс белизны составил 72,8, и индекс желтизны составил 2,7-2,9. Отбеленный озоном материал промывали и затем отбеливали с использованием пероксида водорода при следующих условиях: Пульповую среду подщелачивали гидроксидом натрия до достижения содержания гидроксида натрия 0,3% по массе сухой целлюлозы. Консистенцию волокнистой суспензии доводили до среднего уровня консистенции 10% по массе, доза пероксида водорода составляла 0,50% по массе сухой целлюлозы, и отбеливание пероксидом водорода проводили при температуре 70°C в течение 90 мин, pH составлял 9,1. В реакции отбеливания израсходовано 0,38% пероксида водорода относительно массы сухой целлюлозы, и белизна по ISO (ISO 2470) увеличилась с 79,5 до 82,4, индекс белизны составил 79,0, и индекс желтизны составил 0,8-1,1.

Материал типа растворимой целлюлозы, полученный в процессе отбеливания, соответствующим образом обезвоживали для следующего процесса карбамирования. Процесс карбамирования осуществляли так, как описано в финских патентах FI 112869, FI 112795, а также в заявке на финский патент FI 20195717. Степень полимеризации целлюлозы в отбеленном материале составляла 215 мл/г (ISO 5351) при измерении в промытом и высушенном карбамате целлюлозы. В процессе карбамирования не использовали пероксид водорода.

Карбамат целлюлозы, полученный посредством карбамирования, дополнительно растворяли для получения волокон карбамата целлюлозы для формования по мокрому способу: Измельченный и высушенный на воздухе порошок карбамата целлюлозы суспендировали и растворяли в растворе цинката (оксан цинка) натрия до требуемого содержания карбамата целлюлозы 7,0%, содержания гидроксида натрия 6,5%. Затем фильтровали прядительный раствор карбамата целлюлозы, полученный в процессе растворения, используя фильтровальную среду с размером пор 15 мкм на второй стадии фильтрования. Мокрое прядение из отфильтрованного и деаэрированного прядельного раствора карбамата целлюлозы осуществляли с использованием осадительной ванны, оптимизированной для процесса на основе карбамата целлюлозы, содержащей, например, сульфат натрия и свободную серную кислоту. Используемое напряжение вытяжки волокна между прядельными дисками составляло 80% в условиях растяжения в горячей ванне. Филаментная лента, полученная в результате формования, была разрезана на штапельные волокна с длиной резки 40 мм. Конечный титр филамента составлял 1,3 дтекс. Удельная разрывная нагрузка волокна, измеренная на штапельных волокнах, составляла >22 сН/текс с удлинением при разрыве 16,3±1,5% (SFS-EN ISO 5079).

Следует понимать, что описанные варианты реализации настоящего изобретения не ограничены конкретными структурами, технологическими стадиями или материалами, описанными в настоящем документе, а распространяются на их эквиваленты, как понятно специалистам в соответствующей области техники. Следует также понимать, что терминология, применяемая в настоящем документе, применяется только для описания конкретных вариантов реализации и не является ограничивающей.

Ссылка по всему описанию настоящего изобретения на один из вариантов реализации или вариант реализации означает, что конкретный признак, структура или характеристика, описанные в связи с вариантом реализации, включены по меньшей мере в один вариант реализации настоящего изобретения. Таким образом, фразы "в одном варианте реализации" или "в варианте реализации", встречающиеся в различных местах описания настоящего изобретения, не обязательно относят к одному и тому же варианту реализации. В тех случаях, когда дают ссылку на числовое значение с применением такого термина, как, например, около или по существу, точное числовое значение также раскрывают.

Применимые в данном документе множество признаков, структурных элементов, композиционных элементов и/или материалов могут быть представлены в общем перечне для удобства. Однако эти перечни должны толковаться так, как если бы каждый аналог перечня был индивидуально идентифицирован как отдельный и уникальный аналог. Таким образом, ни один отдельный признак такого списка не должен быть истолкован как фактический эквивалент любого другого признака того же списка только на основании их представления в общей группе без указаний на обратное. Кроме того, в настоящем документе могут быть упомянуты различные варианты реализации и примеры настоящего изобретения, а также альтернативные варианты различных его компонентов. Следует понимать, что такие варианты реализации, примеры и альтернативы не следует рассматривать как фактические эквиваленты друг друга, а следует рассматривать как отдельные и автономные примеры настоящего изобретения.

Кроме того, описанные признаки, структуры или характеристики могут быть объединены любым подходящим способом в одном или нескольких вариантах реализации. В последующем описании приведены многочисленные конкретные детали, такие как примеры длины, ширины, формы и т.д., чтобы обеспечить глубокое понимание вариантов реализации изобретения. Однако специалисты в данной области техники поймут, что изобретение может быть реализовано без одной или нескольких конкретных деталей или с применением других способов, компонентов, материалов и т.д. В других случаях извест-

ные структуры, материалы или способы не показаны или не описаны подробно, чтобы избежать неясности аспектов изобретения.

Хотя приведенные примеры демонстрируют принципы настоящего изобретения в одном или нескольких конкретных применениях, специалистам в данной области будет очевидно, что многочисленные изменения формы, применения и деталей реализации могут быть сделаны без применения изобретательского таланта и без отхода от принципов и концепций изобретения. Соответственно, не предполагается ограничивать изобретение, кроме как в соответствии с приведенной ниже формулой изобретения.

Глаголы "содержать" и "включать" применяют в настоящем документе как открытые ограничения, которые не исключают и не требуют существования также не перечисленных признаков. Признаки, приведенные в зависимых пунктах формулы изобретения, свободно комбинируются друг с другом, если явно не указано иное. Кроме того, следует понимать, что в настоящем описании применение неопределённого артикля, который обозначает форму единственного числа, не исключает форму множественного числа.

### **Промышленная применимость**

По меньшей мере некоторые варианты реализации настоящего изобретения находят промышленное применение в текстильной промышленности, в частности, для вторичной переработки отходов производства и бывших в употреблении текстильных отходов для получения материала типа растворимой целлюлозы для дальнейших процессов, используемых для производства новых текстильных материалов. Варианты реализации настоящего изобретения удобно осуществлять на целлюлозных заводах, используя существующую инфраструктуру и используя доступность химических отходов с целлюлозных заводов на стадиях химического разделения, описанных в настоящем документе.

### **ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ**

1. Способ разделения целлюлозных волокон и нецеллюлозных волокон из смешанного волокнистого текстильного материала, содержащего целлюлозные и нецеллюлозные волокна, включающий стадии механического измельчения посредством разрезания, дробления, растирания или размола текстильного материала для раскрытия текстильных структур в материале,

приведения в контакт механически раскрытых структур с кислотой при температуре от 50 до 100°C в течение от 30 до 240 мин на первой химической стадии с получением волокон, обработанных кислотой, включая приведение в контакт измельченного текстильного материала с кислотой, выбранной из группы, состоящей из минеральных кислот, таких как  $H_2SO_4$  и надсерная кислота, или органических кислот, таких как муравьиная кислота, уксусная кислота, надмуравьиная кислота, надуксусная кислота, кислотных побочных потоков других промышленных процессов, включая отходящие потоки целлюлозного завода, и их смесей; и

приведения в контакт волокон, обработанных кислотой, с щелочью при температуре от 50 до 200°C в течение от 30 до 240 мин на второй химической стадии, включающей приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с щелочью, выбранной из группы, состоящей из NaOH, KOH или неионогенных органических супероснований и их смесей.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что механическое измельчение текстильного материала включает

разрезание текстильного материала или дробление текстильного материала, или разрезание текстильного материала и дробление разрезанного материала.

3. Способ по п. 1 или 2, отличающийся тем, что измельченный текстильный материал приводят в контакт с кислотой при температуре от 60 до 95°C, в частности >70°C.

4. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что измельченный текстильный материал приводят в контакт с кислотой в течение от 30 до 120 мин, обычно от 40 до 90 мин.

5. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что первая химическая стадия включает растворение металлов, присутствующих в измельченном текстильном материале, и инициацию снижения степени полимеризации (DP) целлюлозной фракции.

6. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что первая химическая стадия включает смешивание кислоты и измельченного текстильного материала с получением суспензии и пропускание суспензии через варочный котел или группу варочных котлов с помощью насоса, необязательно при средней консистенции.

7. Способ по пп. 1-6, отличающийся тем, что вторая химическая стадия включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с щелочью, выбранной из группы, состоящей из NaOH, KOH в форме варочных растворов целлюлозного завода и их смесей.

8. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что волокна, обработанные кислотой, приводят в контакт с щелочью при температуре от 95 до 140°C, обычно от 100 до 120°C, в частности 110°C.

9. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что волокна, обработанные кислотой, приводят в контакт с щелочью в течение от 60 до 180, предпочтительно от 60 до 120 мин.

10. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что вторая химическая стадия включает смешивание щелочи и материала, обработанного кислотой, с получением суспензии и пропускание суспензии через варочный котел или группу варочных котлов с помощью насоса, необязательно при средней консистенции.

11. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что вторая химическая стадия дополнительно включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с поверхностно-активным веществом.

12. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что вторая химическая стадия дополнительно включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с поверхностно-активным веществом, выбранным из группы катионных поверхностно-активных веществ, неионогенных поверхностно-активных веществ и анионных поверхностно-активных веществ, предпочтительно с неионогенным поверхностно-активным веществом, обычно выбранным из группы, состоящей из алкилполиглюкозида, цетомакрогола 1000, цетостеарилового спирта, цетилового спирта, кокамида ДЭА, кокамида МЭА, децилглюкозида, децилполиглюкозида, моностеарата глицерина, IGEPAL CA-630, Isoceteth-20, лаурилглюкозида, мальтозидов, монолаурина, микосубтилина, этоксилата узкого диапазона, Nonidet P-40, ноноксинола-9, ноноксиолов, NP-40, монододецилового эфира октаэтиленгликоля, N-октил-бета-D-тиоглюкопиранозид, октилглюкозида, олеилового спирта, глицеридов ПЭГ-10 подсолнечного масла, монододецилового эфира пентаэтиленгликоля, полидоканола, полоксамера, полоксамера 407, полиэтоксифирированного амина таллового масла, полирицинолеата полиглицерина, полисорбата, полисорбата 20, полисорбата 80, сорбитана, сорбитанмонолаурата, сорбитанмоностеарата, сорбитантристеарата, стеарилового спирта, сурфактина, тритона X-100, твина 80, додецилсульфата натрия (SDS), хлоридов бензалкония, хлорида бензил-С<sub>8</sub>-С<sub>18</sub>-алкилдиметиламмония, любого поверхностно-активного вещества из подобных групп и их смесей.

13. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что вторая химическая стадия включает приведение в контакт волокон, обработанных кислотой, с  $\leq 1,0$  мас.% поверхностно-активного вещества по массе текстильного материала, обычно 0,05-0,5 мас.% поверхностно-активного вещества по исходной массе текстильного материала.

14. Способ по любому из предшествующих пунктов, включающий промывание водой материала, обработанного кислотой и щелочью, с получением материала, который по существу относится к типу растворимой целлюлозы, для процесса получения карбамата целлюлозы.

15. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что вторая химическая стадия включает удаление цветных пигментов, красителей и других примесей, растворимых в щелочах, например, посредством горячей щелочной экстракции.

16. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что текстильный материал из смешанных волокон представляет собой текстильный материал из смешанных волокон смешанного цвета.

17. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что текстильный материал из смешанных волокон, который необязательно имеет смешанный цвет и содержит целлюлозные и нецеллюлозные волокна, по отдельности приводят в контакт с кислотой и щелочью, например, сначала с кислотой, а затем с щелочью, и затем промывают водой, а затем подвергают озоновому отбеливанию и необязательно отбеливанию пероксидом водорода.

18. Способ по любому из предшествующих пунктов, включающий промывание водой материала, обработанного кислотой и щелочью, а затем отбеленного озоном и необязательно отбеленного пероксидом, с получением материала, который по существу относится к типу растворимой целлюлозы, для процесса получения карбамата целлюлозы.

19. Способ по любому из предшествующих пунктов, включающий стадию выделения сырьевого материала типа растворимой целлюлозы для дальнейшей переработки.

20. Способ по любому из предшествующих пунктов, включающий дополнительные стадии приведения в контакт щелочного материала, обработанного кислотой и щелочью, с 5-25 мас.% мочевины относительно массы высушенной в печи целлюлозы в щелочном материале, обработанном кислотой и щелочью, взаимодействия полученной смеси материал/мочевина при перемешивании при температуре от 100 до 170°C, предпочтительно от 130 до 160°C, в частности, от 133 до 150°C, с получением продукта, карбамата целлюлозы,

выделения продукта, карбамата целлюлозы, и дробления выделенного продукта.

21. Способ по п.20, отличающийся тем, что степень полимеризации материала, обработанного кислотой и щелочью, регулируют во время процесса карбамирования с помощью пероксида водорода.

22. Способ по п.20 или 21, отличающийся тем, что степень полимеризации материала, обработанного кислотой и щелочью, регулируют электронной бомбардировкой до добавления мочевины.

23. Способ по любому из пп.1-22, отличающийся тем, что механическая стадия включает измельче-

ние и/или разрезание текстильного материала до получения частиц, имеющих размер волокон  $\leq 25$ , предпочтительно  $\leq 10$  мм, в частности, от 1 до 7 мм в длину.

24. Способ по любому из пп.1-23, отличающийся тем, что оставшийся нецеллюлозный материал отделяют от тонкоизмельченного материала на основе карбамата целлюлозы посредством дополнительного разделения под действием силы тяжести, предпочтительно с помощью одного или более гидроциклонов, т.е. центробежного сепаратора и/или во флотационной камере.

25. Способ по любому из пп.1-24, отличающийся тем, что оставшийся нецеллюлозный материал отделяют посредством фильтрации растворенного карбамата целлюлозы до, например, процесса мокрого прядения.

