



(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)



1-0026495

(51)⁷ D21H 17/55; D21H 17/49

(13) B

(21) 1-2016-00863

(22) 08/09/2014

(86) PCT/US2014/054536 08/09/2014

(87) WO 2015/035297 12/03/2015

(30) 61/875,490 09/09/2013 US

(45) 25/11/2020 392

(43) 25/08/2016 341A

(73) BASF SE (DE)

Carl Bosch Strasse 38, Ludwigshafen 67056, Germany

(72) WRIGHT, Matthew, D. (US).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẾ PHẨM CHỨA COPOLYME ĐƯỢC GLYOXAL HÓA DỄ PHẢN ỨNG VỚI XENLULOZA, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT GIẤY HOẶC CÁC-TÔNG

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa dễ phản ứng với xenluloza và phương pháp sản xuất chúng và bằng cách sử dụng chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, ví dụ, để làm tăng độ bền của giấy hoặc các-tông. Chế phẩm copolyme được glyoxal hóa bao gồm môi trường nước chứa copolyme được glyoxal hóa, trong đó copolyme được glyoxal hóa này thu được bằng phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước theo tỷ lệ khối lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation. Copolyme dạng cation này có thể có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton, copolyme dạng cation này có thể bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua và monome acrylamit, và tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa có thể bằng hoặc lớn hơn 4.000 hoặc nằm trong khoảng từ 4.000 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa có phân tử lượng cao phản ứng với xenluloza, điện tích cation cao được tạo thành từ monome acrylamit và monome dialyldimetylmoni halogenua. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất và sử dụng các copolyme được glyoxal hóa này.

Chế phẩm chứa các copolyme được glyoxal hóa tích điện có phân tử lượng cao phản ứng với xenluloza, tích điện dạng cation cao có thể được sử dụng là chất trợ độ bền khô và ẩm cho giấy và bìa và có thể được áp dụng cho bột nhào xenluloza hoặc giấy hoặc các-tông tạo thành ở cuối giai đoạn ẩm hoặc được áp dụng một cách trực tiếp cho giấy vải ẩm hoặc khô hoặc các-tông ẩm hoặc khô.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Polyacrylamit được glyoxal hóa (G-PAM) có thể được sử dụng trong nhiều loại giấy tạo ra giấy có độ bền khô và ẩm tạm thời. Ví dụ, polyacrylamit được glyoxal hóa có thể làm tăng độ bền ẩm ban đầu của nhiều loại giấy gia dụng khi sử dụng tiếp xúc với nước. Polyacrylamit được glyoxal hóa cũng có thể được sử dụng để làm tăng độ bền nén và độ ổn định kích thước của các sản phẩm giấy loại các-tông.

Polyacrylamit được glyoxal hóa đã được điều chế bằng cách cho glyoxal phản ứng với polyacrylamit dạng cation trong dung dịch kiềm nhẹ chứa nước và ổn định trong môi trường axit. Polyacrylamit được glyoxal hóa thường chứa lượng monome dạng cation tương đối thấp (khoảng 5% mol) để làm hạn chế sự phân bố điện tích cation của thành phần này.

Patent Mỹ số 8,435,382 đề cập đến polyme polyacrylamit được glyoxal hóa ổn định khi bảo quản. Polyme polyacrylamit được glyoxal hóa chứa acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 75% đến 10% và từ khoảng 25% đến 90%, theo khối lượng monome dạng cation, trong đó monome dạng cation có thể bao gồm monome dialyldimetylmoni clorua. Polyme polyacrylamit được glyoxal hóa này được dùng với lượng ít nhất là 10% trọng lượng để làm cải thiện độ ổn định khi bảo quản.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 2011/0056640 đề cập đến nhựa hữu ích để đem lại độ bền cho giấy, quy trình kết hợp các nhựa này vào giấy, và giấy được tạo ra chứa các nhựa này. Nhựa dạng cation phản ứng chứa copolyme được tạo ra từ comonome mà phản ứng với dialdehyt (acrylamit), comonome dạng cation (DADMAC), và dialdehyt (glyoxal), trong đó comonome dạng cation này chứa trên 10% mol copolyme trước khi phản ứng với dialdehyt.

Các G-PAM thông thường có phân tử lượng là 100.000 Dalton hoặc thấp hơn để tránh sự gel hóa trong quá trình glyoxal hóa. Ngoài ra, việc làm tăng tỷ lệ giữa monome DADMAC với monome acrylamit trong các G-PAM làm tăng tốc độ hiệu quả của việc loại nước bột giấy và cho phép các G-PAM được tạo ra với tổng nồng độ chất rắn cao hơn. Tuy nhiên, việc làm tăng tỷ lệ giữa DADMAC với acrylamit được mong đợi là làm giảm hiệu quả về độ bền, do hiệu quả về độ bền khô của G-PAM thông thường được cho rằng đạt được từ liên kết cộng hóa trị mà tạo thành giữa các nhóm pendant aldehyt liên quan đến glyoxal được liên kết với các nhóm amit từ phần acrylamit của polyme. Do sự cân bằng này, các G-PAM được tạo ra một cách thuận tiện từ acrylamit/copolyme DADMAC với phân tử lượng nằm trong khoảng từ 5.000 đến 15.000 Dalton, và tỷ lệ khối lượng giữa acrylamit/DADMAC với khối lượng của acrylamit/DADMAC là bằng 90-95% trọng lượng acrylamit đến 10-5% trọng lượng DADMAC.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa dễ phản ứng với xenluloza mà làm tăng tốc độ loại nước của bột nhão xenluloza đã được xử lý và đồng thời làm tăng độ bền khô của giấy/các-tông được tạo ra từ bột nhão này.

Sáng chế đề xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa phản ứng với xenluloza. Theo một phương án, chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa bao gồm: môi trường chứa nước chứa khoảng 0,25 đến 4% trọng lượng của copolyme được glyoxal hóa, tính theo tổng khối lượng của môi trường chứa nước, trong đó copolyme được glyoxal hóa này thu được bằng phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước theo tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong

khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation; trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa; trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa; và trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 4.000 hoặc nằm trong khoảng từ 4.000 đến 4.0000, Dalton/%khối lượng. Theo một phương án, chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa bao gồm copolyme được glyoxal hóa với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của dung dịch chứa nước. Theo một phương án, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 10 đến 35 glyoxal đến 90 đến 65 copolyme dạng cation. Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng.

Theo một phương án về chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 500.000 Dalton. Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 60% trọng lượng, và có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 150.000 đến 400.000 Dalton. Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 7.000 đến 12.000 Dalton/% trọng lượng. Theo một phương án, chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa có độ nhớt

thấp hơn hoặc bằng 100 centipoise (0,1 Pa.s), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 100 centipoise (0,005-0,1 Pa.s). Theo một phương án, chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa có độ nhớt thấp hơn hoặc bằng 30 (0,03 Pa.s), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 5 centipoise (0,03-0,005 Pa.s).

Sáng chế đề xuất các phương án về phương pháp sản xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa phản ứng với xenluloza. Theo một phương án, phương pháp sản xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza bao gồm: phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation để tạo thành copolyme được glyoxal hóa; trong đó copolyme được glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 0,25 đến 4% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước; trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton; và trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa. Theo một phương án của phương pháp này, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 10 đến 30 glyoxal khô đến 90 đến 70 copolyme dạng cation để tạo thành copolyme được glyoxal hóa, trong đó copolyme được glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước. Theo một phương án, phương pháp này còn bao gồm, trước bước phản ứng: polyme hóa hỗn hợp của monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng để tạo thành copolyme dạng cation này, trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là bằng hoặc lớn hơn 4.000 hoặc nằm trong khoảng từ 4.000 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng. Theo một phương án, phương pháp này còn bao gồm, trước bước phản ứng: polyme hóa hỗn hợp của monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60%

trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng để tạo thành copolyme dạng cation này, trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 150.000 đến 400.000 Dalton, và trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 7.000 đến 12.000 Dalton/% trọng lượng.

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất giấy. Theo một phương án, phương pháp sản xuất giấy hoặc các-tông bao gồm một trong các bước: (a) kết hợp chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza và các sợi xenluloza; và (b) áp dụng chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa vào web ẩm/khô hoặc giấy ẩm/khô hoặc các-tông ẩm/khô trong đó chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa bao gồm: khoảng 0,25 đến 4% trọng lượng của copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza trong môi trường chứa nước, tính theo tổng khối lượng của môi trường chứa nước, trong đó copolyme được glyoxal hóa này thu được bằng phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước theo tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation; trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton; trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation; và trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là lớn hơn hoặc bằng 4.000 Dalton/% trọng lượng hoặc từ 4.0 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng. Theo một phương án của phương pháp sản xuất giấy, bước kết hợp (a) được chọn từ nhóm bao gồm: (a-i) bổ sung chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa vào huyền phù chứa nước của các sợi xenluloza; (a-ii) bổ sung các sợi xenluloza vào chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa; (a-iii) bổ sung chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa và các sợi xenluloza vào dung dịch chứa nước; và (a-iv)

phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước chứa các sợi xenluloza, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation để tạo thành copolyme được glyoxal hóa, trong đó copolyme được glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 0,25 đến 4% trọng lượng tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước.

Sáng chế đề xuất các phương án chất phụ gia hoặc lớp bao tạo độ bền trong cho giấy hoặc các-tông. Theo một phương án giấy hoặc chất phụ gia hoặc lớp bao làm tăng độ bền trong của giấy hoặc các-tông bao gồm chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, như được bàn luận ở trên. Theo một phương án, giấy hoặc các-tông được phủ bằng hoặc bao gồm copolyme được glyoxal hóa, như được bàn luận ở trên. Theo một phương án, giấy hoặc các-tông này có thể được điều chế bằng phương pháp theo phương pháp bất kỳ nêu trên.

Thật bất ngờ đã phát hiện ra rằng khi tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là bằng hoặc lớn hơn 4.000 hoặc nằm trong khoảng từ 4.000 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng, thì các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được tạo thành từ copolyme dạng cation làm tăng sự rút nước trong quá trình xử lý giấy và làm tăng độ bền của giấy hoặc các-tông đã được xử lý bằng cách sử dụng chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa.

Cần hiểu rằng cả phần mô tả chung ở trên và phần mô tả chi tiết sáng chế sau đây mang tính minh họa và giải thích và được dự định để đưa ra giải thích khác về các hợp chất, các chế phẩm, và phương pháp đã được bộc lộ.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là biểu đồ cột thể hiện thời gian rút nước dựa vào trọng lượng cơ sở của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa theo ví dụ 1.

Fig. 2 là biểu đồ cột thể hiện chỉ số nghiền vòng dựa vào trọng lượng cơ sở đối với chế phẩm copolyme theo ví dụ 1.

Fig. 3 là biểu đồ cột thể hiện độ bền nén (STFI) dựa vào trọng lượng cơ sở đối

với chế phẩm copolyme theo ví dụ 1.

Fig. 4 là biểu đồ cột thể hiện Scott Bond dựa vào trọng lượng cơ sở đối với chế phẩm copolyme theo ví dụ 1.

Các hình vẽ chỉ mang tính minh họa, và không được hiểu là làm giới hạn yêu cầu bảo hộ và các phương án được đưa ra ở đây.

Mô tả chi tiết sáng chế

Định nghĩa

Thuật ngữ “khoảng” có nghĩa là số được mô tả có thể chênh lệch bằng cách cộng hoặc trừ năm phần trăm của số đó. Ví dụ, “khoảng 250 g” có nghĩa là từ 237,5-262,5 g. Khi sử dụng thuật ngữ “khoảng” trong một khoảng, thì giới hạn dưới có thể bằng giới hạn dưới trừ đi 5% và giới hạn trên có thể bằng giới hạn trên cộng thêm 5%. Ví dụ, nằm trong khoảng từ 100 đến 200 g có nghĩa khoảng mà nằm trong khoảng từ 95g cho đến 210 g.

Đối với các mục đích của sáng chế, phản ứng của các nhóm amit pendant của copolyme dạng cation với glyoxal được gọi là “phản ứng glyoxal hóa” hoặc đơn giản là “sự glyoxal hóa”. Sản phẩm của phản ứng glyoxal hóa nêu trên được gọi là “copolyme được glyoxal hóa.”

Thuật ngữ “copolyme dạng cation” đề cập đến copolyme ban đầu trước khi glyoxal hóa. Copolyme dạng cation có thể bao gồm monome dạng không ion và dạng anion với điều kiện là copolyme tích điện kết tụ của chất dạng cation.

“Phản ứng glyoxal hóa có xúc tác” là phản ứng glyoxal hóa được thực hiện trong môi trường sao cho các điều kiện lý học và/hoặc hóa học làm cho phản ứng diễn ra ở tốc độ từ trung bình đến cao, trong đó sản phẩm phản ứng mong muốn thu được dưới khoảng 12 giờ, hoặc tốt hơn nữa là dưới 6 giờ, dưới 3 giờ hoặc thậm chí dưới khoảng 1 giờ. Sự glyoxal hóa có thể bị ảnh hưởng trong các môi trường kiềm hoặc bằng cách bổ sung bazơ hoặc dung dịch đệm bazơ.

Thuật ngữ “môi trường nước” hoặc “môi trường phản ứng chứa nước” đề cập đến nước hoặc dung môi chứa nước, dầu, và /hoặc các tạp chất vết. Khối lượng được biểu hiện theo các thuật ngữ là tính theo tổng khối lượng của môi trường chứa nước”

đề cập đến khối lượng của nước hoặc dung môi chứa nước, dầu, và /hoặc các tạp chất vết, và không bao gồm khối lượng của chất phụ gia, như chất xúc tác và chất phản ứng.

Cho các mục đích của sáng chế, thuật ngữ “về cơ bản là môi trường nước” hoặc “về cơ bản là môi trường phản ứng chứa nước” có nghĩa là môi trường nước hoặc môi trường phản ứng chứa nước chứa dưới 50% dầu hữu cơ, bao gồm dưới 20% dầu hữu cơ, bao gồm dưới 10% dầu hữu cơ, bao gồm dưới 5% dầu hữu cơ, bao gồm dưới 1% dầu hữu cơ, dưới 0,5% hoặc 0,1% dầu hữu cơ theo khối lượng của copolyme được glyoxal hóa này. Cũng có thể là về cơ bản là môi trường phản ứng chứa nước là không có dầu. Ví dụ, được biết để glyoxal hóa polyme vinylamid trong vi nhũ tương nghịch đảo, bao gồm cả pha dầu và pha nước. Pha dầu này bao gồm ít nhất một hydrocarbon. Thông thường, pha dầu này sẽ là dầu khoáng, toluen, dầu nhiên liệu, kerosen, rượu khoáng không mùi vị, hoặc hỗn hợp của các chất tương tự.

Khoảng: trong suốt bản mô tả, các khía cạnh khác nhau của sáng chế có thể được trình bày ở dạng khoảng, cần hiểu rằng việc mô tả ở dạng trong khoảng chỉ để thuận tiện và ngắn gọn và không được cấu trúc làm giới hạn bất biến đối với phạm vi của sáng chế. Do vậy, việc mô tả một khoảng cần được xem là được bộc lộ cụ thể tất cả các khoảng dưới có thể có cũng như các giá trị số riêng trong khoảng đó. Ví dụ, việc mô tả khoảng như từ 1 đến 6 cần được xem là được bộc lộ cụ thể trong khoảng dưới như từ 1 đến 3, từ 1 đến 4, từ 1 đến 5, từ 2 đến 4, từ 2 đến 6, từ 3 đến 6 v.v., cũng như các số riêng trong khoảng đó, ví dụ, 1, 2, 2.7, 3, 4, 5, 5.3, và 6. Khoảng này áp dụng bất kể độ rộng của khoảng này.

Như được thấy trong sáng chế liên quan đến các chế phẩm được mô tả của chất và các phương pháp, theo một khía cạnh, các phương án của sáng chế bao gồm các thành phần và /hoặc các bước được bộc lộ ở đây. Theo một khía cạnh khác, các phương án của sáng chế chủ yếu bao gồm các thành phần và /hoặc các bước được bộc lộ ở đây. Theo một khía cạnh khác nữa, các phương án của sáng chế bao gồm các thành phần và /hoặc các bước được bộc lộ ở đây.

Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza

Sáng chế đề xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với

xenluloza chứa môi trường nước chứa copolyme được glyoxal hóa. Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme được glyoxal hóa chứa với lượng nằm trong khoảng từ 0,25 đến 4% trọng lượng, bao gồm khoảng 1 đến 3% trọng lượng, bao gồm 1,5 đến 2,5% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của môi trường chứa nước. Khi lượng copolyme được glyoxal hóa trong chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa vượt quá khoảng 4% trọng lượng, thì sự gel hóa trở thành vấn đề. Khi lượng copolyme được glyoxal hóa trong chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa nằm dưới 0,25% trọng lượng, thì chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa không có tác dụng làm chất phụ gia chế biến giấy.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme được glyoxal hóa thu được bằng phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước theo tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation (tức là, khoảng 5:95 đến 40:60), kể cả nằm trong khoảng từ 10 đến 30 glyoxal đến 90 đến 70 copolyme dạng cation (tức là, khoảng 10:90 đến 30:70), kể cả nằm trong khoảng từ 12 đến 18 glyoxal đến 88 đến 82 copolyme dạng cation (tức là, khoảng 12:88 đến 18:82). Phần trăm khối lượng của glyoxal và polyme dạng cation tính theo tổng khối lượng của các chất phản ứng khô trước bước glyoxal hóa.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton, bao gồm khoảng 120.000 đến 500.000 Dalton, bao gồm khoảng 150.000 đến 400.000 Dalton, bao gồm khoảng 180.000 đến 250.000 Dalton, bao gồm khoảng 200.000 đến 300.000 Dalton. Trừ khi có quy định khác, tất cả các trọng lượng phân tử là đo theo đơn vị Dalton và tất cả “phân tử lượng” mà không phát sinh thêm có nghĩa là phân tử lượng trung bình.

Như vậy, chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza chứa:

môi trường chứa nước chứa khoảng 0,25 đến 4% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng, tốt nhất là từ 1,5 đến 2,5% trọng lượng của copolyme được glyoxal hóa, tính theo tổng khối lượng của môi trường chứa nước,

trong đó copolyme được glyoxal hóa này thu được bằng phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước theo tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 35 glyoxal khô đến khoảng 90 đến 65 dạng cation;

trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 120.000 đến 500.000, tốt nhất là 150.000 đến 300.000, đặc biệt là 150.000 đến 400.000 Dalton tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa;

trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng, tốt nhất là monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 60% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa; và trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là bằng hoặc lớn hơn 4.000 hoặc 4.000 đến 40.000, tốt hơn là 5.000 đến 20.000, tốt nhất là 4.000 đến 20.000 và đặc biệt là 7.000 đến 12.000 Dalton/% trọng lượng.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme dạng cation để glyoxal hóa là copolyme dạng cation chứa ít nhất hai đơn vị monome khác nhau: vinylamit, ví dụ monome acrylamit, và monome dialyldimethylamoni halogenua. Theo một phương án, copolyme dạng cation này có thể bao gồm một, hai, ba, hoặc nhiều đơn vị monome dạng cation hoặc không phải dạng cation. Theo phương án khác, copolyme dạng cation này chỉ chứa monome vinylamit và monome dialyldimethylamoni halogenua. Theo một phương án, halogenua của monome dialyldimethylamoni halogenua có thể bao gồm Br, Cl, I, hoặc

F. Ví dụ, monome dialyldimetylmoni halogenua có thể là dialyldimetylmoni clorua (DADMAC).

Các monome dạng cation thích hợp hoặc các monome dạng cation hiệu nghiệm bao gồm các amin dialyldialkyl, 2-vinylpyridin, 2-(dialkylamino)alkyl(met)acrylat, dialkylamino alkyl(met) acrylamit, bao gồm các muối cộng axit và các muối amoni bậc bốn của nó. Các ví dụ cụ thể về các monome dạng cation hoặc các monome dạng cation hiệu nghiệm là (met)acryloyloxy etyl trimetylmoni clorua (muối bậc bốn dimetyl amino etyl(met)acrylat, metyl clorua), 2-vinyl-N-metylpyridini clorua, (p-vinylphenyl)- trimetylmoni clorua, (met)acrylat 2-etyltrimetylmoni clorua, 1-metacryloyl-4-metyl piperazin, Mannich poly acrylamit tức là polyacrylamit phản ứng với sản phẩm cộng dimetyl amin formaldehyt để tạo ra N-(dimetyl amino metyl) và (met)acrylamido propyltrimetyl amoni clorua.

Các monome dạng anion thích hợp có thể được chọn từ nguyên liệu vinyl có tính axit như axit acrylic, axit metacrylic, axit maleic, axit alyl sulfonic, axit vinyl sulfonic, axit itaconic, axit fumaric, các monome dạng anion hiệu nghiệm như anhydrit maleic và anhydrit itaconic và kim loại kiềm và các muối amoni của chúng, axit 2-acrylamido-2- metyl-propansulfonic và các muối của nó, natri styren sulfonat và các muối tương tự.

Các monome dạng ion thích hợp không phải là vinylamit có thể được chọn từ nhóm bao gồm các este (met) acrylic như octadexyl(met)acrylat, etyl acrylat, butyl acrylat, metylmetacrylat, hydroxyetyl(met)acrylat và 2-etylhexylacrylat; N-alkyl acrylamit, N- octyl(met)acrylamit, N-tert-butyi acrylamit, N-vinylpyrrolidon, N,N-dialkyl(met)acrylamit như N,N'-dimetyl acrylamit; styren, vinyl axetat, hydroxy alkyl acrylat và metacrylat như 2-hydroxy etyl acrylat và acrylonitril.

Copolymer dạng cation này có thể có liên kết ngang, mạch nhánh hoặc cấu trúc khác hoặc mạch thẳng. Ví dụ, copolymer dạng cation này có thể có cấu trúc mạch thẳng, liên kết ngang, sự chuyển trong chuỗi, hoặc liên kết ngang & sự chuyển trong chuỗi (có cấu trúc).

Tác nhân liên kết ngang thường là các tác nhân liên kết ngang không no dạng polyetylen. Các ví dụ là metylen bis(met)acrylamit, triallylmoni clorua; tetraallyl

amoni clorua, polyetylenglycol diacrylat; polyetylenglycol dimetacrylat; N-vinyl acrylamit; divinylbenzen; tetra(etylenglycol) diacrylat; dimethylalylaminoethylacrylat amoni clorua; axit dialyloxyaxetic, muối Na; dialyloctylamit; trimetylpropan etoxylat triacrylat; N- alylacrylamit N-metylalylacrylamit, pentaerythritol triacrylat và sự kết hợp của chúng. Các hệ thống khác để liên kết ngang có thể được sử dụng thay thế hoặc ngoài hệ thống này. Ví dụ, liên kết ngang cộng hóa trị qua các nhóm pendant có thể đạt được, ví dụ, bằng cách sử dụng epoxy không no về mặt etylen hoặc các monome silan, hoặc bằng cách sử dụng các tác nhân liên kết ngang đa chức như các silan, các epoxy, các hợp chất kim loại đa hóa trị hoặc các hệ liên kết ngang đã biết khác.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimetylamonit halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, bao gồm monome dialyldimetylamonit halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng, bao gồm monome dialyldimetylamonit halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 60% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa. Hàm lượng vinylamit của copolyme dạng cation này tạo ra các vị trí mà chất phản ứng với xenluloza hoặc các phân tử thể glyoxal có thể được gắn vào đó. Tỷ lệ tối thiểu của các đơn vị vinylamit mà cần có mặt cần phải đủ để sao cho polyme được glyoxal hóa phản ứng nhiệt, sao cho polyme được glyoxal hóa tạo thành màng không tan trong nước khi được cho xuống dung dịch nước trên tấm kính và được gia nhiệt trong 5 phút ở nhiệt độ khoảng 105°C.

Thật bất ngờ đã phát hiện ra rằng khi tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome

dialyldimetylamonit halogenua tạo ra tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là bằng hoặc lớn hơn 4.000 hoặc nằm trong khoảng từ

4.000 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng, thì các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được tạo thành từ copolyme dạng cation cả hai đều có thể làm tăng sự rút nước trong quá trình xử lý giấy và làm tăng độ bền của giấy hoặc các-tông được xử lý bằng cách sử dụng các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 4.000 đến 4.0000 Dalton/% trọng lượng, tốt hơn là 5.000 đến 20.000, tốt nhất là 4.000 đến 20.000 và đặc biệt là từ 7.000 đến 12.000 Dalton/% trọng lượng.

Theo một phương án khác nữa, tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 5.000 đến 15.000 Dalton/% trọng lượng.

Tính toán mẫu cho tỷ lệ này tiến hành như sau: copolyme dạng cation có phân tử lượng trung bình là 250.000 Dalton và 25% trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa, sẽ có tỷ lệ là (250.000 Dalton/25% trọng lượng) là 10.000 Dalton/% trọng lượng.

Bất ngờ đã phát hiện ra rằng, với điều kiện phân tử lượng trung bình của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là phân tử lượng trung bình của khoảng 120.000 Dalton đến 1 triệu Dalton và tỷ lệ phần trăm của monome dialyldimethylamoni halogenua trong copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng của dialyldimethylamoni, thì các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được tạo thành từ copolyme dạng cation cả hai đều có thể làm tăng sự rút nước trong quá trình xử lý giấy và làm tăng độ bền của giấy hoặc các-tông được xử lý bằng cách sử dụng các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, với điều kiện phân tử lượng trung bình của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là

phân tử lượng trung bình là nằm trong khoảng từ 150.000 đến 500.000, và tỷ lệ phần trăm của monome dialyldimethylamoni halogenua trong copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng của dialyldimethylamoni, bao gồm khoảng 20 đến 60% trọng lượng, bao gồm khoảng 20 đến 40% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa, thì các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được tạo thành từ copolyme dạng cation cả hai đều có thể làm tăng sự rút nước trong quá trình xử lý giấy và làm tăng độ bền của giấy hoặc các-tông được xử lý bằng cách sử dụng các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, với điều kiện phân tử lượng trung bình của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là phân tử lượng trung bình nằm trong khoảng từ 200.000 đến 300.000 Dalton, và tỷ lệ phần trăm của monome dialyldimethylamoni halogenua trong copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng của dialyldimethylamoni, bao gồm khoảng 20 đến 60% trọng lượng, bao gồm khoảng 20 đến 40% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa, thì các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được tạo thành từ copolyme dạng cation cả hai đều có thể làm tăng sự rút nước trong quá trình xử lý giấy và làm tăng độ bền của giấy hoặc các-tông được xử lý bằng cách sử dụng các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa.

Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa có độ nhớt bằng hoặc nhỏ hơn 100 centipoa (0,1 Pa.s), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 100 centipoa (0,005-0,1 Pa.s). Theo một phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa có độ nhớt bằng hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 30 (0,03 Pa.s), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 5 centipoa (0,03-0,005 Pa.s), bao gồm 30 đến 5 centipoa (0,03-0,005 Pa.s), bao gồm khoảng 25 đến 10 centipoa (0,025-0,01 Pa.s), khi được đo bằng cách sử dụng nhớt kế Brookfield.

Thật bất ngờ đã phát hiện ra rằng khi tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi

glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 4.000 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng, thì các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được tạo thành từ copolyme dạng cation cả hai đều có thể làm tăng sự rút nước trong quá trình xử lý giấy và làm tăng độ bền của giấy hoặc các-tông được xử lý bằng cách sử dụng các chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa.

Sáng chế còn đề xuất chất phụ gia hoặc lớp phủ làm tăng độ bền trong của giấy hoặc các-tông, bao gồm các phương án bất kỳ của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được thảo luận ở trên.

Sáng chế còn đề xuất giấy hoặc các-tông được phủ bằng hoặc bao gồm phương án bất kỳ trong số các phương án của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được thảo luận ở trên. Cần hiểu rằng phần chứa nước của chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa về cơ bản sẽ không có giấy hoặc các-tông thành phẩm được phủ bằng hoặc chứa chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, trong khi copolyme được glyoxal hóa giữ nguyên.

Copolyme được glyoxal hóa có thể được bổ sung trong nguyên liệu đặc hoặc loãng. Khi bổ sung vào nguyên liệu loãng nó có thể được bổ sung trước khi bơm quạt.

Lượng cơ bản của độ bền ẩm hoặc khô được phổ biến khi ít bằng khoảng 0,1 đến 20 (0,05-10 kg/tấn) pao polyme khô cho một tấn thành phẩm khô, khoảng 1 đến 12 (0,5-6 kg/tấn) khoảng 1 đến 9 (0,5-4,5 kg/tấn), khoảng 1 đến 8 (0,5-4kg/tấn) pao polyme khô cho một tấn thành phẩm iđiô được nhìn thấy.

Thông thường hơn, khoảng từ 1,5 đến 6 (1,0-3 kg/tấn) pao polyme khô cho một tấn thành phẩm khô được nhìn thấy.

Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa bao gồm phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước, glyoxal: copolyme dạng cation để tạo thành chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa. Một phương án của phương pháp này bao gồm phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5:95 đến 40:60 (glyoxal: copolyme dạng cation), để tạo thành chế phẩm chứa

copolyme được glyoxal hóa. Một phương án khác của phương pháp này bao gồm phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5:95 đến 40:60, bao gồm từ khoảng 10:90 đến 30:70, bao gồm từ khoảng 12:88 đến 18:82, để tạo thành chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa.

Phản ứng của copolyme dạng cation với glyoxal được thực hiện trong các điều kiện tương tự với các điều kiện được mô tả trong patent Mỹ số 7,875,676 được đưa vào đây bằng cách viện dẫn. Phản ứng glyoxal hóa của polyvinylamit được thực hiện ở những nồng độ của polyvinylamit khi sự gel hóa được ngăn chặn.

Bổ sung bazơ hoặc thay đổi độ pH đến trên 7 là phương pháp thông dụng nhất xúc tác phản ứng glyoxal hóa. Tốt hơn là, khoảng pH nằm trong khoảng từ 7 đến 13 nhìn chung được xem là môi trường chất xúc tác thích hợp cho phản ứng. Ví dụ, khoảng pH nằm trong khoảng từ 8 đến 12 là đặc biệt thích hợp. Theo cách khác, dung dịch đệm đặc pH có thể được bổ sung để duy trì độ pH.

Theo một phương án của phương pháp này, copolyme được glyoxal hóa là có mặt trong hợp phần với lượng nằm trong khoảng từ 0,25 đến 4% trọng lượng, bao gồm khoảng 1 đến 3 khối lượng, bao gồm 1,5 đến 2,5% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của môi trường chứa nước.

Theo một phương án của phương pháp này, copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton, bao gồm khoảng 120.000 đến 500.000 Dalton, bao gồm khoảng 150.000 đến 400.000 Dalton, bao gồm khoảng 180.000 đến 250.000 Dalton, bao gồm khoảng 200.000 đến 300.000 Dalton.

Theo một phương án của phương pháp này, copolyme dạng cation để glyoxal hóa là copolyme chứa ít nhất hai đơn vị monome khác nhau: monome vinylamit và monome dialyldimethylamoni halogenua. Theo một phương án của phương pháp này, copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85 % trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome

acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng, bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 60% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa.

Theo một phương án của phương pháp này, tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là bằng hoặc lớn hơn 4.000 hoặc nằm trong khoảng từ 4.000 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng, tốt hơn là 5.000 đến 20.000, tốt nhất là 4.000 đến 20.000 và đặc biệt là 7.000 đến 12.000 Dalton/% trọng lượng.

Theo một phương án khác nữa của phương pháp này, tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 5.000 đến 15.000 Dalton/% trọng lượng.

Do vậy, sáng chế hướng đến phương pháp sản xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa bao gồm:

phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal:

copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation để tạo thành copolyme được glyoxal hóa dễ phản ứng với xenluloza trong môi trường chứa nước;

trong đó copolyme được glyoxal hóa nằm trong khoảng từ 0,25 đến 4% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng, tốt nhất là từ 1,5 đến 2,5% trọng lượng tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước;

trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton, tốt nhất là 120.0 đến 500.000, đặc biệt là 150.000 đến 400.000 Dalton tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa;

và trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng, tốt nhất là monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 60% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa.

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất giấy hoặc các-tông, phương pháp này bao gồm bước kết hợp chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa và bột nhão sợi xenluloza hoặc áp dụng chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa vào giấy vải ẩm/khô hoặc các-tông ẩm/khô. Chế phẩm copolyme được glyoxal hóa có thể là một hoặc nhiều trong số các phương án được mô tả ở trên. Theo một phương án của phương pháp sản xuất giấy hoặc các-tông, trình tự trong đó các sợi xenluloza được kết hợp với chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, phương pháp này có thể bao gồm việc bổ sung chế phẩm copolyme được glyoxal hóa vào huyền phù chứa nước của các sợi xenluloza; bổ sung các sợi xenluloza vào chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa; bổ sung chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa và các sợi xenluloza vào dung dịch chứa nước; và/hoặc phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước chứa các sợi xenluloza, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5:95 đến 40:60 để tạo thành copolyme được glyoxal hóa, trong đó copolyme được glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 0,25 đến 4% trọng lượng tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước. Cần hiểu rằng bước phản ứng tạo thành copolyme được glyoxal hóa khi có mặt các sợi xenluloza còn có thể bao gồm các phương án tạo ra phương pháp của copolyme được glyoxal hóa, như được mô tả ở trên.

Theo dõi chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa

Thông thường độ nhớt được xác định trong quá trình phản ứng bằng cách sử dụng thiết bị tiếp hợp UL cho nhớt kế có sê-ri BROOKFIELD LV. Thiết bị tiếp hợp

UL không có số trục quay. Có thể có một thiết lập duy nhất. Đế của cốc thiết bị tiếp hợp được tháo bỏ và bộ lắp ráp được đặt trực tiếp vào trong hỗn hợp phản ứng. Các số đo độ nhớt được ghi tự động hàng giây trong quá trình phản ứng có chất xúc tác. Nhớt kế được thiết lập đến tốc độ là 60 vòng/phút và nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng được duy trì ở nhiệt độ 25°C.

Copolymer được glyoxal hóa cũng có thể được theo dõi bằng cách theo dõi sự tiêu thụ của glyoxal bằng cách sử dụng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực. Ví dụ, một phương pháp như vậy có thể bao gồm phương pháp được mô tả bởi Mitchel, R.E.J. et al. "The use of Girard-T reagent in a rapid and sensitive method for measuring glyoxal and certain other α -dicarbonyl compounds," *Analytical Biochemistry*, Volume 81, Issue 1, July 1977, các trang 47-56.

Phương pháp theo mẻ hoặc liên tục

Copolymer dạng cation phản ứng với xenluloza có thể được tổng hợp theo phương pháp theo mẻ hoặc liên tục. Các phương án ở đây là đặc biệt thích hợp để thực hiện trong bình phản ứng liên tục có khả năng đo độ pH ở nơi sản xuất giấy.

Bình phản ứng liên tục có thể bình phản ứng dạng ống.

Các yếu tố thay đổi khác mà ảnh hưởng đến tốc độ của sự glyoxal hóa bao gồm, nhưng không giới hạn ở, độ pH, nhiệt độ, trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolymer dạng cation, nồng độ hỗn hợp phản ứng, tỷ lệ mol giữa copolymer dạng cation và glyoxal, thành phần cấu thành amit phân tử của copolymer dạng cation, và sự có mặt của các chất mà cản trở phản ứng.

Phản ứng thông thường được chạy ở nhiệt độ môi trường. Tuy nhiên, phản ứng này có thể được thực hiện theo quy trình được mô tả trong khoảng nhiệt độ rộng.

Khoảng thời gian phản ứng cần để thu được sản phẩm mong muốn (ví dụ, 0,25 đến 4% trọng lượng copolymer được glyoxal hóa trong chế phẩm chứa nước) sẽ thay đổi tùy thuộc vào nồng độ, nhiệt độ và độ pH, cũng như các yếu tố khác.

Các chất phụ gia thông thường khác, mà có thể được bổ sung vào phản ứng glyoxal hóa là các tác nhân chelat hóa để loại bỏ các chất ức chế polyme hóa, các chất điều chỉnh độ pH, các chất khơi mào phản ứng, dung dịch đệm, các chất hoạt động bề

mặt và các chất phụ gia thông thường khác.

Sử dụng chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa

Chế phẩm copolyme được glyoxal hóa của sáng chế có thể được sử dụng có lợi trong phương pháp sản xuất giấy. Chế phẩm copolyme được glyoxal hóa có thể được áp dụng vào giấy đã được tạo thành trước bằng phương pháp bình hoặc ngâm, hoặc bằng cách bổ sung các dung dịch trực tiếp vào huyền phù chứa sợi sản xuất giấy ở điểm bất kỳ trong quy trình sản xuất giấy ở đó thường áp dụng nhựa có độ bền ẩm và khô.

Chế phẩm copolyme được glyoxal hóa có thể được áp dụng hoặc được đưa vào cuối quá trình ẩm của phương pháp sản xuất giấy hoặc được áp dụng cho giấy ẩm. Theo cách khác, chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa có thể được áp dụng vào giấy khô hoặc các- tông khô.

Chế phẩm copolyme được glyoxal hóa có thể được bổ sung vào nguyên liệu gốc đặc hoặc loãng. Khi bổ sung vào nguyên liệu loãng, nó có thể được bổ sung trước khi dùng sức gió.

Lượng cơ bản có độ bền ẩm hoặc khô được phổ biến khi ít bằng khoảng 0,05% trọng lượng của copolyme được glyoxal hóa, dựa vào khối lượng sợi khô của copolyme được glyoxal hóa này được bổ sung vào sản phẩm.

Ví dụ, các liều lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 (0,05-10 kg/tấn) pao polyme khô cho một tấn thành phẩm khô, khoảng 1 đến 12, (0,5-6 kg/tấn) khoảng 1 đến 9 (0,5-4,5 kg/tấn), khoảng 1 đến 8 (0,5-4 kg/tấn) pao polyme khô cho một tấn thành phẩm khô được nhìn thấy. Thông thường hơn, nằm trong khoảng từ 1,5 đến 6 (1,0-3 kg/tấn) pao polyme khô cho một tấn thành phẩm khô được biết.

Sử dụng chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa cho giấy ẩm/khô hoặc các-tông ẩm/khô có thể được thực hiện theo các phương pháp thông thường bất kỳ. Các ví dụ bao gồm nhưng không giới hạn ở máy ép dán, đệm, phun, nhúng, in hoặc phủ rèm.

Copolyme được glyoxal hóa có thể được hấp phụ bởi các sợi sản xuất giấy ở giá trị pH nằm trong khoảng từ 3,5 đến 8.

Xác định phần trăm glyoxal đã tiêu thụ

Phản ứng glyoxal hóa có thể được theo dõi bằng phần trăm glyoxal đã tiêu thụ

Phần trăm glyoxal còn lại có thể được xác định từ 2% trọng lượng dung dịch chứa nước của các polyvinylamit được glyoxal hóa. Glyoxal còn lại được loại bỏ khỏi polyme

được glyoxal hóa bằng cách thẩm tách qua ống màng 3500 MWCO. Mười mililit (ml) của mẫu đã được thẩm tách được tạo ra bằng cách bổ sung 2,0 ml 0-(2,3,4,5,6 pentaflorobenzyl)- hydroxyamin hydroclorua (6,6 mg/ml) trong khoảng 2 giờ. Glyoxal này sau đó được chiết từ dung dịch thẩm tách bằng cách sử dụng 1:1 ete hexan-dietyl. Phân tích chất chiết có thể được hoàn tất bằng sắc ký khí trên dụng cụ HP 5890 GC #6 bằng cách sử dụng cột DB 5 15 M đường kính trong 0,53 mm 1,5 m. Ngay khi xác định được glyoxal còn lại và lượng glyoxal trước phản ứng được biết, thì tỷ lệ phần trăm glyoxal đã tiêu thụ có thể tính được, bằng cách sử dụng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực. Ví dụ, một phương pháp như vậy có thể bao gồm phương pháp được mô tả bởi Mitchel, R.E J. et al. "The use of Girard-T reagent in a rapid and sensitive method for measuring glyoxal and certain other α -dicarbonyl compound," Analytical Biochemistry, Volume 81, Issue 1, July 1977, các trang 47-56.

Kỹ thuật phòng thí nghiệm để xác định phân tử lượng ban đầu của polyme polyvinylamit

Phương pháp sau có thể được sử dụng cho các mẫu khác nhau của polyacrylamit được glyoxal hóa đối với các điều kiện mà phá vỡ liên kết aldehyt-amit và tạo ra polyme có Mw giống như Polyme ban đầu hoặc "xương sống".

Ví dụ, polyme acrylamit 75%/ DADMAC 25% có Mw=100,561 có thể được dùng để tạo thành chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa, sao cho đạt được tỷ lệ mol giữa amit với glyoxal là từ 4 đến 1, và tổng chất rắn của hỗn hợp phản ứng là 2,0%. Phản ứng có thể được xúc tác bằng cách bổ sung dung dịch natri hydroxit loãng để làm tăng độ pH của dung dịch đến 9,5.

Sau đó, phân tử lượng trung bình có thể xác định bằng cách sử dụng thiết bị

phát hiện tán xạ ánh sáng đa góc DAWN kết hợp với thiết bị phát hiện chỉ số khúc xạ vi sai. Trong thử nghiệm tán xạ ánh sáng, lượng ánh sáng phân tán ở góc đã nêu sẽ tỷ lệ thuận với trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng và nồng độ. Đồ thị Zimm kiểu thứ hai được dùng để tạo ra các số liệu khối lượng mol với giá trị dn/dc (tăng chỉ số khúc xạ đặc hiệu) bằng 0,1800 (các góc 4-15).

Các ví dụ sau đây mô tả một số phương án của sáng chế này, nhưng sáng chế này không giới hạn ở các phương án đó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Điều chế polyme

Polyme ví dụ 1

Copolyme dạng cation (Polyme ví dụ 1) có phân tử lượng trung bình 230.000 Dalton, và chứa 25% trọng lượng của monome dialyldimethylamoni clorua (DADMAC) và 75% trọng lượng crylamit đã được glyoxal hóa theo quy trình của Patent Mỹ số 8,222,343, được đưa vào đây bằng cách viện dẫn. Phản ứng glyoxal hóa được chạy ở 2% trọng lượng chất rắn với nồng độ copolyme dạng cation này ở khoảng 1,7% trọng lượng. Bổ sung glyoxal để tạo ra 0,3% trọng lượng. Theo dõi sự tiêu thụ glyoxal trong quá trình phản ứng.

Polyme so sánh 1

Copolyme dạng cation (Polyme so sánh 1) có phân tử lượng trung bình là 100.000 Dalton, và chứa 10% trọng lượng của monome dialyldimethylamoni clorua (DADMAC) và 90% trọng lượng crylamit được điều chế theo cách giống như Polyme ví dụ 1.

Polymin® SK

Polyetylen amin bổ sung (Polymin® SK, BASF) được bao gồm trong các điều kiện thử nghiệm đặc biệt thể hiện hiệu quả của việc bổ sung chất phụ gia polyme dạng cation.

Đặc tính polyme

Phân tử lượng

Trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của polyme ban đầu được xác định bằng các phương pháp chuẩn như GPC. Ví dụ, trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng có thể được xác định bằng các kỹ thuật định cỡ thông thường bằng cách sử dụng dung dịch đệm axetat và các cột sau: TSK PWXL (Guard + G6.000+G3.000). Các chuẩn polyetylen oxit và polyetylen glycol có thể được dùng để định cỡ bộ cột.

Bột giấy từ máy nghiền giấy để sử dụng đánh giá polyme

Bột giấy được tạo thành từ các vật đựng nhãn tái chế được thu gom từ máy nghiền giấy, và được phân tích theo các tính chất sau:

$$\text{pH} = 6,89$$

$$\text{Hệ số dẫn} = 2,16 \text{ mS/cm}$$

$$\text{Tổng tính kiềm} = 1406 \text{ mg/L}$$

$$\text{Tổng độ cứng} = 1700 \text{ mg/L}$$

$$\text{Nhu cầu dạng cation} = 504 \text{ } \mu\text{eq/L}$$

$$\text{Độ nghiền nhỏ chuẩn Canadian} = 360$$

$$\text{Độ đặc} = 1,09\% \text{ chất rắn}$$

Đánh giá hiệu quả loại nước của bột giấy đã được xử lý

300 ml phần phân ước của bột giấy được xác định, được đặt trong cốc bê-sê 500 ml và được gia nhiệt đến nhiệt độ 55°C. Cốc bê-sê của bột giấy được gia nhiệt sau đó được đặt trong môi trường trộn ở trên, và bổ sung các dung dịch loãng của polyme ví dụ với lượng đã định. Ngay khi bổ sung các polyme vào các mẫu bột giấy trộn, tiếp tục trộn trong 20 giây nữa. Cốc bê-sê này sau đó được tháo khỏi việc trộn.

Sau đó, bổ sung nhanh bột giấy đã được xử lý vào thiết bị loại nước chân không, có chân không không đổi và liên tục. Thiết bị này bao gồm bơm chân không, được nối bởi ống chân không vào nhánh bên của bình chân không dung tích một lít. Bình chân không được lắp trên lỗ mở ở đỉnh có miếng đệm bằng cao su và phễu

Buchner, sao cho thiết bị này kín khí, ngoại trừ chỗ hở của phễu. Bên trong phễu Buchner được ngăn bằng giấy lọc Whatman 541 đã được làm ẩm trước. Ngay khi đổ bột giấy đã được xử lý vào phễu, thời gian cần để chảy chất lỏng tự do qua phễu lọc, và ngắt van chất lỏng trong phễu, được tính theo giây. Thời gian ngắn hơn tính theo giây để loại nước một phần phân ước bột giấy đã được xử lý có kết quả tốt hơn.

Mỗi điều kiện thử nghiệm được chạy thành hai phiên bản và các kết quả được tính trung bình và được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1 - Thời gian rút nước đối với Polyme ví dụ 1 và Polyme so sánh 1

Rút nước trong chân không			
Điều kiện thử nghiệm	Chất phụ gia 1	Chất phụ gia 2	Thời gian rút nước (giây) (phần trăm giảm rút nước)
A	Mẫu trống	Không có	69,74
B	2 lbs/tấn Polyme so sánh 1	Không có	27,62 (+60,40%)
C	4 lbs/tấn Polyme so sánh 1	Không có	20,62 (+70,43%)
D	8 lbs/tấn Polyme so sánh 1	Không có	21,19 (+69,62%)
E	4 lbs/tấn Polyme so sánh 1	5 lbs/tấn Polymín SK	19,50 (+72,04%)
F	2 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	Không có	22,39 (+67,89%)
G	4 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	Không có	17,94 (+74,28%)
H	8 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	Không có	15,97 (+77,10%)
I	4 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	5 lbs/tấn Polymín SK	15,16 (+78,27%)

Trong thử nghiệm này, đối với mỗi cơ sở khối lượng, các điều kiện thử

thử nghiệm sử dụng Polyme ví dụ 1 (Các điều kiện thử nghiệm B-D) có thời gian rút nước giảm xuống 4-7% so với các điều kiện thử nghiệm sử dụng Polyme so sánh 1. Kết quả này chỉ ra rằng các điều kiện thử nghiệm sử dụng phân tử lượng trung bình là 230.000 Dalton, và chứa 25% trọng lượng của monome dialyldimethylamoni clorua thể hiện thời gian rút nước tăng so với cơ sở khối lượng so sánh về các điều kiện thử nghiệm sử dụng phân tử lượng trung bình là 100.000 Dalton, và chứa 10% trọng lượng của monome dialyldimethylamoni clorua. Ngoài ra, so sánh điều kiện thử nghiệm E và G, rõ ràng rằng sự có mặt của polyme dạng cation bổ sung thứ hai (Polymin® SK) làm cải thiện tính năng của Polyme so sánh 1, tuy nhiên nó tạo ra tính năng các kết quả do Polyme so sánh 1 đến mức tính năng giống như đối với polyme ví dụ 1.

Độ bền khô

Tiếp theo, 150 gam cho mỗi mét vuông tấm giấy được làm thủ công TAPPI Standard được chuẩn bị bằng cách sử dụng sợi giống nhau tạo ra được sử dụng trong thử nghiệm rút nước ở trên trong các điều kiện được nêu dưới đây:

Tấm giấy được làm thủ công được ép ở áp suất 40 psi và được làm khô trên thiết bị làm khô dạng trống quay ở 240°F trong ba phút. Mỗi điều kiện thử nghiệm được lặp lại năm lần.

Các tấm giấy được làm thủ công này được điều hòa qua đêm ở nhiệt độ 72°F và độ ẩm tương đối 50%. (72°F $\pm$ 5°F, 50% $\pm$ 5% R.H.). Các tấm giấy được làm thủ công này được thử nghiệm về Ring Crush, STFI, Scott Bond. Các kết quả Ring Crush và STFI được chia theo khối lượng dạng tấm riêng đạt được ở giá trị chỉ số cho mỗi thử nghiệm. Các kết quả chỉ số cho Ring Crush và STFI, cũng như các kết quả không có chỉ số của các thử nghiệm Scott Bond được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

Các kết quả thử nghiệm được chỉ số hóa đối với trọng lượng cơ sở					
Điều kiện thử nghiệm	Chất phụ gia 1	Chất phụ gia 2	Chỉ số Ring Crush (Kn*m/g) Trung bình	Chỉ số STFI (Kn*m/g) Trung bình	Scott Bond (ft-lb) Trung bình (không được chỉ số hóa)
A	Mẫu trống	không có	0,0120	0,0184	0,0754
B	2 lbs/tấn Polyme so sánh 1	không có	0,0125 (+4,46%)	0,0193 (+5,07%)	0,0796 (+5,58%)
C	4 lbs/tấn Polyme so sánh 1	không có	0,0131 (+9,45%)	0,02 (+8,67%)	0,0928 (+23,18%)
D	8 lbs/tấn Polyme so sánh 1	không có	0,0144 (+20,04%)	0,0218 (+18,29%)	0,1328 (+76,26%)
E	4 lbs/tấn Polyme so sánh 1	5 lbs/tấn Polymín SK	0,0139 (+15,72%)	0,0215 (+16,53%)	0,0993 (+31,84%)
F	2 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	không có	0,0126 (+5,29%)	0,0195 (+5,68%)	0,0928 (+23,18%)
G	4 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	không có	0,0137 (+14,45%)	0,0205 (+11,09%)	0,1070 (+41,93%)
H	8 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	không có	0,0146 (+21,72%)	0,0223 (+21,20%)	0,1470 (+95,01%)
I	4 lbs/tấn Polyme ví dụ 1	5 lbs/tấn Polymín SK	0,0141 (+17,43%)	0,0211 (+14,65%)	0,1278 (+69,63%)

Trong khi so sánh các điều kiện thử nghiệm F-H so với các điều kiện thử nghiệm so sánh B-D, mỗi điều kiện thử nghiệm chứa Polyme ví dụ 1 được quan sát có kết quả thử nghiệm trung bình cao hơn đối với chỉ số Ring Crush, Chỉ số STFI, và Scott Bond, khi so với các điều kiện thử nghiệm tương ứng chứa Polyme so sánh 1.

Phương pháp phân tích điều kiện thử nghiệm

Ring Crush

Ring Crush được xác định bằng cách sử dụng MESSMER BÜCHEL CRUSH TESTER model K440 theo phương pháp TAPPIT 822. Ring Crush là thử nghiệm lý học về độ bền của giấy hoặc các-tông, và nhìn chung là, càng cao càng tốt.

STFI

Mức độ ép STFI được xác định bằng cách sử dụng MESSMER-BÜCHEL Model K455, theo phương pháp TAPPIT 826. STFI là số đo của độ bền nén của giấy hoặc các- tông.

Scott Bond

Scott Bond được xác định bằng cách sử dụng TAPPIUM-403 hoặc Huygen Intemal Bond Tester. Scott Bond là số đo độ bền liên kết trong của giấy hoặc các-tông.

Ví dụ 2

Một loạt gồm 11 acrylamit: copolyme DADMAC được tạo ra với khoảng Mw và % trọng lượng DADMAC, thể hiện hiệu quả của hai biến thể này đối với độ bền khô và tính năng loại nước của các sản phẩm cộng được glyoxal hóa của các copolyme này. Bảng 3 chứa các chi tiết về Mw và % trọng lượng DADMAC của copolyme ví dụ.

Bảng 3 - Một loạt acrylamit: copolyme DADMAC được thử nghiệm về độ bền khô và tính năng loại nước.

Mẫu ID	DADMAC % trọng lượng	trọng lượng phân tử	Dalton/% trọng lượng
2A	10	12.000	1200
2B	25	13.851	555
2C	50	11.931	238
2D	10	101.128	10.000
2E	25	92.582	3.700
2F	50	80.200	1.600
2G	10	240.140	24.000
2H	25	256.391	10.255
2I	50	263.598	5.300
2J	10	659.200	65.920
2K	25	415.920	16.700

Mỗi trong số mười một copolyme ban đầu được glyoxal hóa bằng cách trộn 85 phần khối lượng trên cơ sở chất rắn của mỗi copolyme với 15 phần khối lượng trên cơ sở chất rắn của glyoxal trong dung dịch loãng chứa nước. Mỗi dung dịch phản ứng được giữ ở 20°C, và tăng độ pH và giữ độ pH không đổi ở 10,0 bằng cách bổ sung từng giọt dung dịch natri hydroxit 10% chứa nước. Sau khi giữ độ pH của dung dịch phản ứng ở 10,0 trong 30 phút, độ pH được hạ xuống đến 4,0 bằng cách bổ sung từng giọt dung dịch axit sulfuric 10% chứa nước.

Xác định độ vắn đục của từng dung dịch trước phản ứng và dung dịch sau phản ứng, và sự thay đổi độ vắn đục do phản ứng được biểu hiện dưới dạng “sự thay đổi độ vắn đục thực” trong bảng dưới đây. Xác định nồng độ của glyoxal tự do trong mỗi dung dịch phản ứng trước và sau mỗi phản ứng, và nồng độ có mặt trong mỗi dung dịch sau phản ứng được thể hiện bằng phần trăm của nồng độ ban đầu của glyoxal trong bảng dưới đây. Nồng độ của copolyme và glyoxal ở tại, hoặc ở trên nồng độ đó, xác định dung dịch phản ứng tạo thành gel không tan do các điều kiện phản ứng hiện tại, và được thể hiện dưới dạng “nồng độ gel” trong bảng 4 dưới đây.

Bảng 4 - Các điều kiện phản ứng đối với các mẫu trong bảng 3

Mẫu ID	Nồng độ chất rắn phản ứng	Sự thay đổi độ vắn đục thực	% Glyoxal tự do	Nồng độ gel
2A	2,0%	2,71	47,30%	10,9%
2B	2,0%	-0,93	46,38%	11,7%
2C	2,0%	0,44	50,12%	19,0%
2D	2,0%	9,34	44,69%	3,1%
2E	2,0%	0,86	44,67%	4,8%
2F	2,0%	0,24	50,32%	6,8%
2G	1,0%	2,31	51,79%	1,5%
2H	1,0%	33,65	50,50%	1,8%
2I	1,0%	16,43	50,75%	2,0%
2J	1,0%	-0,28	53,44%	1,3%
2K	1,0%	2,61	55,33%	1,4%

Đánh giá mười một sản phẩm cộng copolyme được glyoxal hóa đối với hiệu quả độ bền khô (các bảng 3 và 4)

Các sản phẩm cộng được tạo thành bằng cách glyoxal hóa của mười một copolyme ban đầu, như được mô tả ở trên, được đưa vào tấm giấy được làm thủ công để xác định hiệu quả của từng sản phẩm cộng làm chất trợ độ bền khô của giấy. Nguyên liệu loăng sản xuất giấy được tạo ra bằng cách kết hợp nguyên liệu đặc và

nước trắng được thu gom từ 100% xường làm giấy cac-tông lớp mặt tái chế. Nguyên liệu loãng được đặc trưng như sau:

- o Độ đặc = 0,72%
- o Độ nghiêng nhỏ = 300 CSF
- o PH = 6,95
- o Hệ số dẫn = 2700 μ s
- o Tính kiềm = 599 mg/L
- o Độ cứng = 840 mg/L
- o Nhu cầu nạp = -292 μ eq/L

Để sản xuất tấm giấy được làm thủ công dùng để thử nghiệm, 425ml phần phân ước của nguyên liệu loãng này được gia nhiệt đến nhiệt độ 50°C, và bổ sung sản phẩm cộng vào nguyên liệu loãng trong khi trộn ở các mức bổ sung là 0,1%, 0,2% và 0,4% dựa trên thể rắn bột giấy khô bằng lò. Trộn nguyên liệu loãng này trong 20 giây nữa sau khi bổ sung sản phẩm cộng, và sau đó bổ sung nguyên liệu loãng đã được xử lý vào khuôn dạng tấm tròn kích cỡ 6,25 inch. Các tấm giấy được làm thủ công này được ép ở áp lực 40psi trên máy ép trục và được làm khô ở nhiệt độ 240F trên máy làm khô trống quay được gia nhiệt bằng hơi.

Mỗi điều kiện thử nghiệm được lặp lại bốn lần, để sản xuất bốn tấm giấy được làm thủ công riêng. Các tấm giấy được làm thủ công này được để qua đêm ở các điều kiện phòng thí nghiệm tiêu chuẩn (72°F, độ ẩm tương đối 50%). Các tấm giấy được làm thủ công này được thử nghiệm về Ring Crush và độ bền sức chịu nén ngắn (short span compression) (SCT) và trọng lượng cơ sở. Các kết quả Ring Crush và SCT được chia theo trọng lượng cơ sở của từng giấy được làm thủ công tương ứng, đạt được giá trị độ bền được chỉ số hóa theo trọng lượng cơ sở. Các kết quả được lấy trung bình từ bốn tấm giấy được làm thủ công tương ứng với mỗi điều kiện thử nghiệm được thể hiện trong Bảng 5 dưới đây.

Bảng 5: Ring Crush và hiệu quả về độ bền khô của các mẫu được glyoxal hóa của Bảng 3

Các kết quả độ bền khô được chỉ số hóa đối với trọng lượng cơ sở			
		Chỉ số Ring Crush	Chỉ số SCT
		(Kn*m/g)	(Kn*m/g)
Mẫu trống		0,0149	0,0229
Sản phẩm cộng 2A	0,10%	0,0145	0,0232
	0,20%	0,0144	0,0228
	0,40%	0,0144	0,0227
Sản phẩm cộng 2B	0,10%	0,0148	0,0223
	0,20%	0,0146	0,0221
	0,40%	0,0147	0,0222
Sản phẩm cộng 2C	0,10%	0,0148	0,0225
	0,20%	0,0149	0,0232
	0,40%	0,0148	0,0235
Sản phẩm cộng 2D	0,10%	0,0151	0,0233
	0,20%	0,0152	0,0232
	0,40%	0,0159	0,0244
Sản phẩm cộng 2E	0,10%	0,0152	0,022
	0,20%	0,0155	0,022
	0,40%	0,0164	0,0242
Sản phẩm cộng 2F	0,10%	0,0152	0,023
	0,20%	0,0159	0,023
	0,40%	0,0164	0,0233

Sản phẩm cộng 2G	0,10%	0,0154	0,0234
	0,20%	0,0161	0,0244
	0,40%	0,0168	0,0253
Sản phẩm cộng 2H	0,10%	0,0151	0,022
	0,20%	0,0158	0,0247
	0,40%	0,0161	0,025
Sản phẩm cộng 2I	0,10%	0,0155	0,0232
	0,20%	0,0161	0,0237
	0,40%	0,0168	0,0252
Sản phẩm cộng 2J	0,10%	0,0154	0,0233
	0,20%	0,0158	0,0229
	0,40%	0,0166	0,0241
Sản phẩm cộng 2K	0,10%	0,0151	0,023
	0,20%	0,0153	0,0237
	0,40%	0,0167	0,0254

Đánh giá mười một sản phẩm cộng copolyme được glyoxal hóa về hiệu quả trong việc làm mất nước của nguyên liệu loãng và duy trì dạng keo

Xác định 300 ml phần phân ước của nguyên liệu giấy loãng, được đặt trong cốc bê-sê dung tích 500 ml và được gia nhiệt đến nhiệt độ 50°C. Cốc bê-sê của bột giấy được gia nhiệt sau đó được đặt trong môi trường trộn ở trên, và bổ sung các dung dịch loãng của các sản phẩm cộng copolyme với lượng đã định trước. Ngay khi bổ sung các polyme vào các mẫu bột giấy trộn, tiếp tục trộn trong 20 giây nữa. Sau đó cốc bê-sê được được ngừng trộn.

Sau đó bổ sung nhanh bột giấy đã được xử lý vào thiết bị loại nước chân không, áp dụng áp lực chân không đều và liên tục. Thiết bị này bao gồm bơm chân không, được nối bởi ống chân không vào nhánh bên của bình chân không một lít. Bình chân không được lắp trên lỗ mở ở đỉnh có miếng đệm bằng cao su và phễu

Buchner, sao cho thiết bị này kín khí, ngoại trừ chỗ hở của phễu. Bên trong phễu Buchner được ngăn bằng giấy lọc Whatman 541 đã được làm ẩm trước. Ngay khi đổ bột giấy đã được xử lý vào phễu, thời gian cần để chảy chất lỏng tự do qua phễu lọc, và ngắt van chất lỏng trong phễu, được tính theo giây. Thời gian ngắn hơn tính theo giây để loại nước bột giấy đã được xử lý có kết quả tốt hơn.

Sau khi hoàn thành mỗi thử nghiệm rút nước trong chân không, xác định độ vẩn đục của nước dịch lọc có mặt trong bình chân không. Việc loại bỏ độ vẩn đục của nước dịch lọc cho thấy rằng sản phẩm cộng copolyme đã loại bỏ các hạt keo ra khỏi nước dịch lọc bằng cách gắn các hạt này trên các sợi sản xuất giấy.

Mỗi điều kiện thử nghiệm được lặp lại hai lần. Thời gian rút nước và độ vẩn đục được ghi cho mỗi lần chạy thử nghiệm. Các kết quả được trình bày trong bảng 6 dưới đây:

Bảng 6 - Các kết quả loại nước và độ vẩn đục

Các kết quả loại nước và độ vẩn đục			
		Thời gian rút nước	Độ vẩn đục của phần dịch lọc
		Giây	NTU
Mẫu trống		30,55	217
Sản phẩm cộng 2A	0,10%	22,43	223,8
	0,20%	22,42	220,5
	0,40%	32,61	220,5
Sản phẩm cộng 2B	0,10%	26,42	227,5
	0,20%	28,69	213,4
	0,40%	26,13	218,6
Sản phẩm cộng 2C	0,10%	23,29	223,4
	0,20%	32,31	218,6
	0,40%	28,19	223,4
Sản phẩm cộng 2D	0,10%	20,85	186,4
	0,20%	23,97	160,4
	0,40%	18,94	152,6
Sản phẩm cộng 2E	0,10%	17,4	180,8
	0,20%	20,09	159,2
	0,40%	23,96	143,7

Sản phẩm cộng 2F	0,10%	20,05	170,2
	0,20%	18,85	145,6
	0,40%	21,03	128,2
Sản phẩm cộng 2G	0,10%	20,06	169,8
	0,20%	17,29	142,7
	0,40%	16,16	117,9
Sản phẩm cộng 2H	0,10%	17	169
	0,20%	16,57	141,9
	0,40%	18,23	120,4
Sản phẩm cộng 2I	0,10%	15,36	164,3
	0,20%	17,9	138,7
	0,40%	15,04	115
Sản phẩm cộng 2J	0,10%	17,63	192,7
	0,20%	20,17	164,7
	0,40%	20,83	141
Sản phẩm cộng 2K	0,10%	16,31	167,6
	0,20%	18,02	143,1
	0,40%	14,51	120,7

Tất cả các patent và các tài liệu công bố được nêu trong đơn này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn cho tất cả các mục đích.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa dễ phản ứng với xenluloza chứa:

môi trường chứa nước chứa 0,25 đến 4% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng, tốt nhất là từ 1,5 đến 2,5% trọng lượng của copolyme được glyoxal hóa, tính theo tổng khối lượng của môi trường chứa nước,

trong đó copolyme được glyoxal hóa thu được bằng phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước theo tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation;

trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 1 triệu Dalton, tốt nhất là 120.000 đến 500.000, đặc biệt là 150.000 đến 400.000 Dalton tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa;

trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng, tốt nhất là monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 60% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa;

và

trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là lớn hơn hoặc bằng 4.000 hoặc 4.000 đến 40.000, tốt hơn là 5.000 đến 20.000, tốt nhất là 4.000 đến 20.000 và đặc biệt là 7.000 đến 12.000 Dalton/% trọng lượng.

2. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa dễ phản ứng với xenluloza theo điểm

- 1, trong đó chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa bao gồm copolyme được glyoxal hóa với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của môi trường nước.
3. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 10 đến 35 glyoxal đến 90 đến 65 copolyme dạng cation.
4. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimetylmoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng.
5. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 120.000 đến 500.000 Dalton.
6. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimetylmoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 60% trọng lượng, và có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 150.000 đến 400.000 Dalton.
7. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimetylmoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 4.000 đến 40.000 Dalton/% trọng lượng.

8. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimetylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 5.000 đến 20.000 Dalton/% trọng lượng.

9. Giấy hoặc các-tông chứa chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8.

10. Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza bao gồm bước:

phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước, tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation để tạo thành copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza trong môi trường chứa nước;

trong đó copolyme được glyoxal hóa là khoảng 0,25 đến 4% trọng lượng, tốt hơn là khoảng 1 đến 3% trọng lượng, tốt nhất là từ 1,5 đến 2,5% trọng lượng tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước;

trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng là 120.000 đến 1 triệu Dalton, tốt nhất là 120.000 đến 500.000, đặc biệt 150.000 đến 400.000 Dalton tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa;

và

trong đó copolyme dạng cation bao gồm monome dialyldimetylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là monome dialyldimetylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 40% trọng lượng, tốt nhất là monome dialyldimetylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến

60% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa.

11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó tỷ lệ trọng lượng khô của glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 10 đến 35 glyoxal khô đến 90 đến 65 copolyme dạng cation để tạo thành copolyme được glyoxal hóa,

trong đó copolyme được glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng, tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 11, còn bao gồm trước bước phản ứng:

polyme hóa hỗn hợp của monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 85% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 85 đến 15% trọng lượng để tạo thành copolyme dạng cation này,

trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là lớn hơn hoặc bằng 4.000 hoặc 4.000 đến 40.000, tốt hơn là 5.000 đến 20.000, tốt nhất là 4.000 đến 20.000 và đặc biệt là 7.000 đến 12.000 Dalton/% trọng lượng.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 12, còn bao gồm trước bước phản ứng:

polyme hóa hỗn hợp của monome dialyldimethylamoni halogenua với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng và monome acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến khoảng 40% trọng lượng để tạo thành copolyme dạng cation này,

trong đó copolyme dạng cation này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 150.000 đến 500.000 Dalton, và

trong đó tỷ lệ giữa trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa với % trọng lượng của monome dialyldimethylamoni halogenua tạo ra copolyme dạng cation trước khi glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 5.000 đến 20.000 Dalton/% trọng lượng.

14. Phương pháp sản xuất giấy hoặc các-tông bao gồm một trong các bước:

(a) kết hợp chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa và các sợi xenluloza; hoặc

(b) phủ chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa vào giấy ẩm hoặc giấy khô hoặc các-tông ẩm hoặc khô;

trong đó chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa bao gồm:

chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa dễ phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8.

15. Phương pháp sản xuất giấy hoặc các-tông theo điểm 14, trong đó chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa được kết hợp với các sợi xenluloza hoặc được áp dụng vào giấy ẩm hoặc giấy khô hoặc các-tông ẩm hoặc khô copolyme khô với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 pao (0,05-10 kg) cho một tấn giấy khô tạo thành, tốt hơn là copolyme khô với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 12 pao (0,5-6 kg), tốt nhất là 1 đến 9 pao (0,5-4,5 kg), đặc biệt là 1 đến 8 pao (0,5-4 kg) cho một tấn thành phẩm khô.

16. Phương pháp theo điểm 14 hoặc 15, trong đó bước kết hợp (a) được chọn từ nhóm bao gồm:

(a-i) bổ sung chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa vào huyền phù chứa nước của các sợi xenluloza;

(a-ii) bổ sung các sợi xenluloza vào chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa;

(a-iii) bổ sung chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa và các sợi xenluloza vào dung dịch chứa nước; và

(a-iv) phản ứng trong môi trường phản ứng chứa nước chứa các sợi xenluloza, tỷ lệ trọng lượng khô giữa glyoxal: copolyme dạng cation nằm trong khoảng từ 5 đến 40 glyoxal đến 95 đến 60 copolyme dạng cation để tạo thành copolyme được glyoxal hóa,

trong đó copolyme được glyoxal hóa là nằm trong khoảng từ 0,25 đến 4% trọng lượng tính theo tổng khối lượng của môi trường phản ứng chứa nước.

17. Chất phụ gia làm tăng độ bền trong của giấy hoặc các-tông chứa chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8.

18. Lớp phủ làm tăng độ bền trong của giấy hoặc các-tông chứa chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8.

19. Giấy hoặc các-tông được phủ bằng chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8.

20. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, có độ nhớt thấp hơn hoặc bằng 100 centipoa (0,1 Pa.s), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 100 centipoa (0,005-0,1 Pa.s).

21. Chế phẩm chứa copolyme được glyoxal hóa để phản ứng với xenluloza theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, có độ nhớt thấp hơn hoặc bằng 30 (0,03 Pa.s), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 5 centipoa (0,03-0,005 Pa.s).

Fig. 1

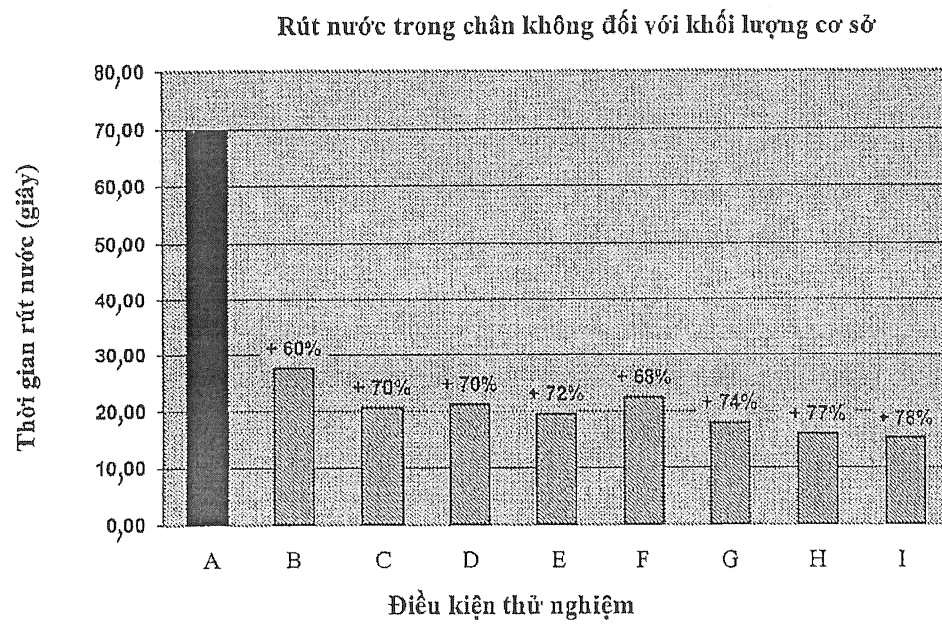


Fig. 2

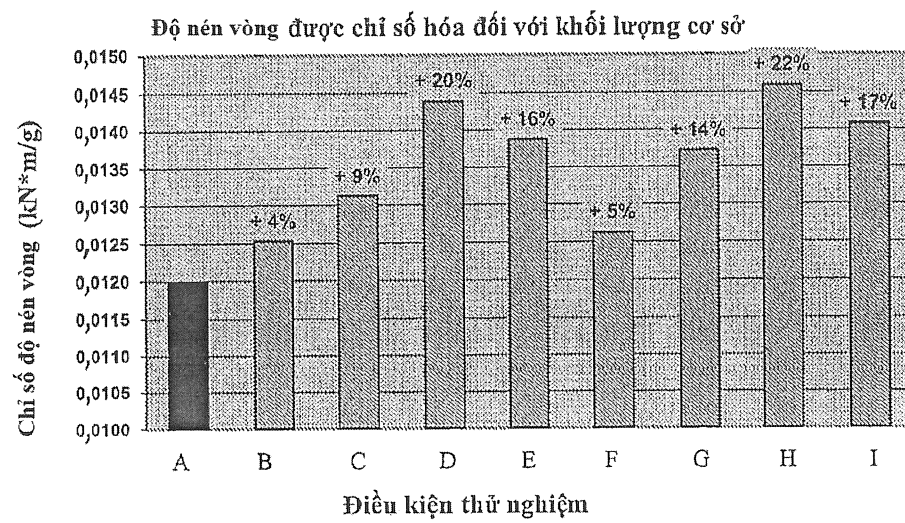


Fig. 3

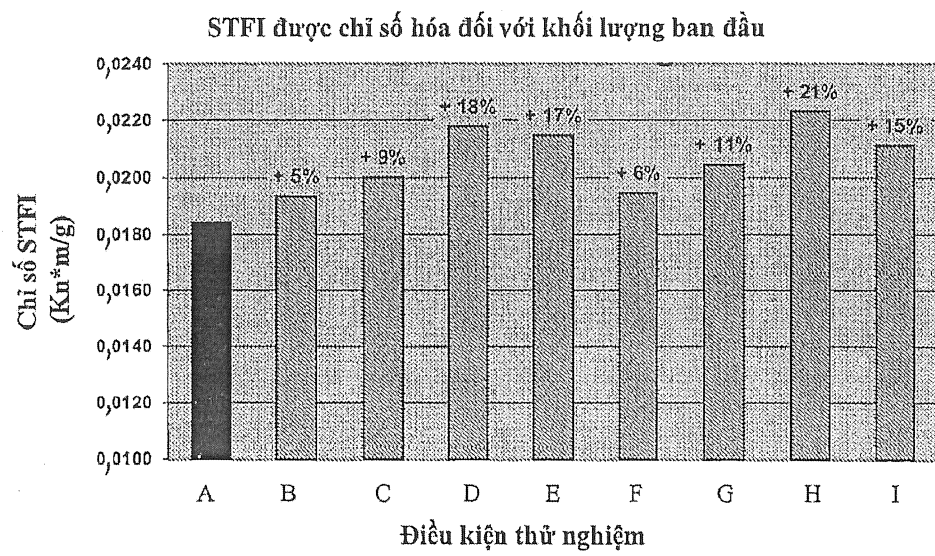


Fig. 4

