



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

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

(11)



1-0031942

(51)⁷ D21H 17/37; D21H 17/29; D21H 21/18; (13) B
D21H 21/10; D21H 17/00

(21) 1-2019-01336

(22) 26/09/2017

(86) PCT/FI2017/050674 26/09/2017

(87) WO2018/055239 29/03/2018

(30) 20165718 26/09/2016 FI

(45) 25/05/2022 410

(43) 25/06/2019 375A

(73) KEMIRA OYJ (FI)

Energiakatu 4, 00180 Helsinki, Finland

(72) HIETANIEMI, Matti (FI); KARPPI, Asko (FI); VIRTANEN, Mikko (FI).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẾ PHẨM LÀM TĂNG ĐỘ BỀN KHÔ CỦA GIẤY VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT GIẤY, CÁC TÔNG HOẶC CÁC SẢN PHẨM TƯƠNG TỰ

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa nước làm tăng độ bền khô của giấy thích hợp để dùng trong việc sản xuất giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự. Chế phẩm này bao gồm hỗn hợp gồm thành phần polyme tổng hợp, là copolyme của acrylamit và ít nhất một monome anion, thành phần polyme này có tỷ lệ anion nằm trong khoảng từ 1 đến 60 %mol, và thành phần tinh bột biến tính cation. Thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation tạo ra chế phẩm với mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=2,8, và -0,2 đến -3 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=7,0. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được pha loãng với nước để thu được dung dịch chứa chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có độ pH cuối cùng > 3, và dung dịch chứa chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được bổ sung vào khối xơ trước hoặc sau khi bổ sung chất làm tăng độ bền cation.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy, cũng như đến phương pháp sản xuất giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong quá trình sản xuất giấy hoặc các tông, các đặc tính của khối xơ cũng như giấy thành phẩm được cải biến bằng cách bổ sung một số hoá chất vào khối xơ trước khi tạo thành mảng giấy hoặc các tông. Một đặc tính, thường được mong muốn với giấy hoặc các tông thành phẩm, là độ bền khô của giấy. Polyme tổng hợp, dù được biến tính anion hoặc cation, thường được sử dụng trong quá trình sản xuất giấy để làm tăng, ví dụ, các đặc tính độ bền khô của giấy hoặc các tông thành phẩm. Các polyme này được bổ sung vào khối xơ, tại đó chúng tương tác với các thành phần của khối, ví dụ, xơ và/hoặc chất độn.

Tuy nhiên, các cách thông thường để làm tăng đặc tính độ bền khô của giấy cũng có các nhược điểm của chúng. Đặc biệt, chúng không tối ưu khi sản xuất giấy hoặc các tông có hàm lượng chất độn cao. Ví dụ, đã quan sát thấy rằng polyme tổng hợp có những hạn chế của chúng khi chúng được sử dụng làm chất làm tăng độ bền khô của giấy. Polyme biến tính anion thường được bổ sung cùng với thành phần cation. Do bề mặt xơ cũng là anion, thành phần cation được tiêu thụ bởi cả bề mặt xơ và polyme anion. Một vấn đề đáng quan tâm hơn là bột giấy chứa lượng rác anion cao, nghĩa là có nhu cầu cation cao. Đối với các lý do thực tế, như tính kinh tế của quy trình chung, liều lượng thành phần cation vào khối xơ không thể được bổ sung vô tận. Do liều lượng của thành phần cation có giới hạn thực tế, do vậy, cả liều lượng của polyme anion trên thực tế cũng bị giới hạn đến mức, mà không cần thiết phải tạo ra mức tăng đủ các đặc tính độ bền khô của giấy. Việc làm tăng hơn nữa liều lượng của thành phần anion chỉ có thể làm tăng hàm lượng anion trong quá trình tuần hoàn nước sản xuất và có thể dẫn đến các vấn đề xử lý khác do điện tích anion dư.

Một thách thức quan trọng hơn với hệ thống làm tăng độ bền khô của giấy thông thường bao gồm polyme biến tính cation và anion là độ dẫn điện của khối xơ. Khi độ dẫn điện của khối xơ cao, liên kết ion được tạo thành giữa các thành phần polyme bị ảnh hưởng và được thay thế bằng việc tạo thành muối. Độ dẫn điện cao của khối xơ may còn có thể nén cấu trúc ba chiều của polyme và thay đổi tính năng của polyme. Các quá trình sản xuất giấy và các tông mà được vận hành với sự tiêu thụ nước sạch thấp, nghĩa là sự tuần hoàn nước kín, thường có độ dẫn điện cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do vậy, vẫn có nhu cầu tìm ra chất hoặc chế phẩm hữu hiệu mới, mà có thể được sử dụng để làm tăng các đặc tính độ bền khô của giấy và các tông được tạo ra. Ngoài ra, vẫn có nhu cầu làm tăng lượng chất độn trong khối, cũng như mong muốn sử dụng xơ tái sinh với đặc điểm độ bền thấp. Các hoá chất được sử dụng còn phải rẻ tiền, dễ vận chuyển và bảo quản. Màng xơ được tạo thành còn phải dễ tách nước trong các bước xử lý liên tiếp sau khi tạo thành màng, ví dụ, công đoạn ép.

Mục đích của sáng chế là tối thiểu hóa hoặc thậm chí là loại bỏ các nhược điểm đang tồn tại trong tình trạng kỹ thuật của sáng chế.

Một mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy và phương pháp làm tăng một cách hữu hiệu các đặc tính độ bền khô của giấy hoặc các tông thành phẩm, cũng như tách nước của màng một cách hữu hiệu, đặc biệt ở công đoạn ép của máy sản xuất giấy hoặc các tông.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy và phương pháp mà cũng thích hợp cho khối xơ có nhu cầu cation cao.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy và phương pháp mà cũng thích hợp cho khối xơ có độ dẫn điện cao.

Các mục đích này đạt được với sáng chế có các đặc tính được thể hiện dưới đây trong các phần khác biệt của các điểm yêu cầu bảo hộ độc lập. Một số phương án ưu tiên được bộ lộ trong các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc.

Các phương án nêu trong phần mô tả này đề cập đến, khi thích hợp, tất cả các khía cạnh của sáng chế, ngay cả khi điều này không được đề cập một cách tách biệt.

Chế phẩm chứa nước làm tăng độ bền khô của giấy điển hình theo sáng chế là thích hợp để dùng trong việc sản xuất giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự, chế phẩm này chứa hỗn hợp gồm:

- thành phần polyme tổng hợp, là copolyme của acrylamit và ít nhất một monome anion, thành phần polyme này có tỷ lệ anion nằm trong khoảng từ 1 – 60 %mol, và

- thành phần tinh bột biến tính cation,

thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation tạo ra chế phẩm với mật độ điện tích nằm trong khoảng từ

- 0,05 – 1 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=2,8, và
- -0,2 – -3 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=7,0.

Ứng dụng điển hình của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế là để cải thiện đặc tính độ bền của giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự.

Phương pháp điển hình theo sáng chế để sản xuất giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự, đặc biệt để tăng đặc tính độ bền của giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự, trong đó phương pháp này bao gồm các bước

- chuẩn bị khối xơ có trị số pH,

- bổ sung chất làm tăng độ bền cation vào khối xơ, và

- pha loãng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế với nước để thu được dung dịch chứa chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có độ pH cuối cùng > 3, và tốt hơn là độ nhớt tối đa 6 000 mPas, với hàm lượng chất rắn khô < 10 % trọng lượng, tốt hơn là < 5 % trọng lượng, tốt hơn nữa là 0,5 – 4,5 % trọng lượng, và

- bổ sung dung dịch chứa chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy vào khối xơ trước hoặc sau khi bổ sung chất làm tăng độ bền cation.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện ra rằng có thể đạt được việc tăng một cách hữu hiệu các đặc tính độ bền khô của giấy khi sử dụng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy chứa cả thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation. Không bị ràng buộc về mặt lý thuyết, giả thiết rằng thành phần tinh bột biến tính cation tạo ra mạng lưới ba chiều theo chiều dài mà tương tác với xơ và các hạt chất độn trong khối xơ. Thành phần tinh bột có thể được cho là đóng vai trò làm “chất mang” hoặc “chất liên kết ngang đa ion” với thành phần polyme tổng hợp. Sự tương tác của thành phần tinh bột và thành phần polyme này làm cho cấu trúc có thể được nhìn thấy như phức đa ion. Thành phần tinh bột tạo thành liên kết hydro và do vậy, cải thiện hiệu ứng lực được tạo ra từ liên kết ion được tạo thành với thành phần polyme tổng hợp. Thành phần polyme tổng hợp thể hiện được cải thiện sự giữ lại vào mảng xơ do mạng lưới ba chiều được tạo ra bởi thành phần tinh bột biến tính cation. Điều này dẫn đến có thể thu được hiệu quả làm tăng độ bền khô của giấy tốt hơn với cùng lượng polyme tổng hợp được bổ sung.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế chứa cả nhóm anion chủ yếu được tạo ra từ thành phần polyme tổng hợp cũng như nhóm cation chủ yếu được tạo ra từ thành phần tinh bột. Điện tích tổng của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được lựa chọn một cách cẩn thận để tạo ra sự hoạt động tối ưu ở các trị số pH khác nhau gặp phải trong quá trình điều chế, bảo quản và/hoặc vận chuyển của chế phẩm cũng như sử dụng chế phẩm.

Khi chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế được sử dụng cùng với chất làm tăng độ bền cation thông thường, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể tạo thành số lượng liên kết lớn với chất làm tăng độ bền cation do bản chất đa ion của nó, như đã giải thích trên đây. Ở độ pH của kho, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy thể hiện số lượng điện tích anion cao có khả năng tương tác với chất làm tăng độ bền cation, đặc biệt là polyme làm tăng độ bền cation. Do vậy, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể tương tác một cách hữu hiệu với chất làm

tăng độ bền cation cả ở tốc độ cắt cao và/hoặc trong khối xơ có nhu cầu cation cao và/hoặc độ dẫn điện cao. Độ pH cuối cùng dùng để chỉ độ pH của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy, mà nó có vào thời điểm bổ sung vào khối xơ.

Hơn thế nữa, đã quan sát thấy rằng việc sử dụng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế đã làm tăng và cải thiện khả năng tách nước của mảng xơ, đặc biệt trong công đoạn ép. Điều này có nghĩa là có thể thu được mảng xơ với hàm lượng khô cao sau công đoạn ép, mà nó làm giảm yêu cầu sấy khô trong công đoạn sấy khô thực tế. Do đó, việc này làm giảm năng lượng cần để sấy khô mảng đến hàm lượng khô cuối cùng.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation tạo ra chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy với mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 0,1 – 0,5 mili đương lượng/g, tốt hơn là 0,15 – 0,3 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=2,8, và -0,4 – -2,0 mili đương lượng/g, tốt hơn là -0,5 – -1,5, khi được đo ở pH=7,0. Theo một phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể có mật độ điện tích nằm trong khoảng từ -0,3 – -3,0 mili đương lượng/g, tốt hơn là -0,4 – -3,0 mili đương lượng/g, tốt hơn nữa là -0,5 – -3,0 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=7,0. Mật độ điện tích đã định ở pH<3,5 là thích hợp để xử lý chế phẩm một cách dễ dàng, và ở pH>3,5 mật độ điện tích này là đủ đảm bảo sự có mặt của điện tích anion để tạo ra sự tương tác hữu hiệu với cả thành phần tinh bột cũng như xơ và chất độn trong khối và để thu được hiệu ứng lực tối ưu.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có điện tích tổng anion ở ngay pH=5,5, tốt hơn là ở ngay pH=5,0, tốt hơn nữa là ở ngay pH=4,5.

Khi trị số pH của chế phẩm <3,5 mật độ điện tích của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được tạo ra chủ yếu từ nhóm mang cation của thành phần tinh bột biến tính cation. Mật độ điện tích của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy ở trị số pH >3,5 được tạo ra chủ yếu từ nhóm mang anion của thành phần polyme tổng

hợp. Thành phần polyme tổng hợp có thể có mật độ điện tích nằm trong khoảng từ -0,3 – -7 mili đương lượng/g, tốt hơn là -0,5 – -5 mili đương lượng/g, tốt hơn nữa là -1 – -3 mili đương lượng/g, còn tốt hơn nữa là -1 – -2 mili đương lượng/g, ở pH=7, nghĩa là nó là anion ở pH=7.

Theo một phương án, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể có trị số pH <3,5 và hàm lượng chất rắn khô nằm trong khoảng từ 5 – 30 % trọng lượng, tốt hơn là 10 – 20 % trọng lượng, tốt hơn nữa là 12 – 17 % trọng lượng trong quá trình sản xuất, vận chuyển và/hoặc bảo quản nó. Ở trị số pH axit < 3,5, nhóm anion của thành phần polyme này ở dạng axit. Khi trị số pH giảm, sự tương tác giữa nhóm anion của thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation giảm. Ví dụ, ở trị số pH < 3,2, nhóm anion của thành phần polyme tổng hợp hầu như không có hoặc hoàn toàn không có sự tương tác với thành phần tinh bột biến tính cation tích điện. Điều này tạo ra độ nhớt thấp cho phép dễ điều chế và xử lý chế phẩm, thậm chí ở hàm lượng chất rắn cao. Hàm lượng chất rắn cao của chế phẩm là kinh tế khi xét về mặt bảo quản và vận chuyển, do cùng lượng thành phần hoạt tính đòi hỏi ít không gian hơn. Độ pH của chế phẩm có thể được điều chỉnh đến trị số <3,5 bằng cách bổ sung axit.

Khi chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là sẵn sàng để bổ sung vào khối xơ, nó được pha loãng với nước và nó có thể có trị số pH cuối cùng nằm trong khoảng từ 3,8 – 6,0, tốt hơn là 4 – 5,5, và hàm lượng chất rắn khô < 10 % trọng lượng, tốt hơn là < 5 % trọng lượng, tốt hơn nữa là 0,5 – 4,5 % trọng lượng sau khi pha loãng. Thông thường, chế phẩm tăng cường độ bền này có thể thể hiện cả điện tích cation và anion ở độ pH cuối cùng, nghĩa là ở độ pH khi bổ sung. Mật độ điện tích đã định ở pH>3,5 là đủ để tạo ra sự tương tác hữu hiệu với cả thành phần tinh bột cũng như xơ và/hoặc chất độn trong khối xơ và để thu được hiệu ứng lực tối ưu. Hơn thế nữa, đã quan sát thấy rằng khi chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có hàm lượng chất rắn < 10 % trọng lượng, nó có thể một cách hữu hiệu được trộn với khối này trong đầu ảm của máy sản xuất giấy hoặc các tông. Hàm lượng chất rắn < 5% là đặc biệt được ưu tiên khi thành phần tinh bột bao gồm tinh bột không thoái biến.

Sau khi bỏ sung vào khối xơ, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được thải ra môi trường trong đó nhóm mang điện tích của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy chủ yếu là anion. Điều này có nghĩa là ở độ pH của khối xơ, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là anion tổng.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy chứa thành phần polyme tổng hợp với lượng nằm trong khoảng từ 10 – 90 % trọng lượng, tốt hơn là 30 – 70 % trọng lượng, tốt hơn nữa là 40 – 60 % trọng lượng, và thành phần tinh bột biến tính cation với lượng nằm trong khoảng từ 10 – 90 % trọng lượng, tốt hơn là 30 – 70 % trọng lượng, tốt hơn nữa là 40 – 60 % trọng lượng, được tính theo trọng lượng khô của chế phẩm. Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, tỷ lệ giữa thành phần polyme tổng hợp với thành phần tinh bột biến tính cation là 40:60 – 60:40, được tính theo trọng lượng khô. Tỷ lệ giữa polyme tổng hợp với thành phần tinh bột biến tính cation được chọn sao cho chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là anion tổng ở độ pH của khối xơ.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy chứa thành phần polyme tổng hợp, mà có thể là copolyme của acrylamit và ít nhất một monome anion. Copolyme này có thể là mạch thẳng hoặc được tạo liên kết ngang. Polyme tổng hợp có thể được điều chế bằng phương pháp polyme hoá thích hợp bất kỳ, như polyme hoá dung dịch, polyme hoá phân tán, polyme hoá nhũ tương, polyme hoá gel hoặc polyme hoá giọt. Theo một phương án, sáng chế đề xuất thành phần polyme tổng hợp của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được điều chế bằng cách polyme hoá acrylamit và ít nhất một monome anion, được chọn từ axit mono- hoặc dicarboxylic không bão hoà hoặc muối của chúng, như axit acrylic, axit metacrylic, axit maleic, axit itaconic, axit crotonic, axit isocrotonic, và hỗn hợp bất kỳ của chúng. Tốt hơn nếu, thành phần polyme tổng hợp được điều chế bằng cách polyme hoá dung dịch acrylamit và axit acrylic.

Trong trường hợp thành phần polyme tổng hợp được tạo liên kết ngang, chất liên kết ngang được sử dụng trong polyme hoá với lượng 100 – 1000 mg/kg monome, tốt hơn là 100 – 500 mg/kg monome. Chất liên kết ngang thích hợp là, ví dụ,

metylenbisacrylamit, etylen glycol divinyl ete, di(etylen glycol) divinyl ete, tri(etylen glycol) divinyl ete, trong đó metylenbisacrylamit là được ưu tiên.

Theo một phương án, thành phần polyme tổng hợp là không được tạo liên kết ngang hoặc chỉ được tạo liên kết ngang một chút bằng cách sử dụng chất liên kết ngang trong quá trình polyme hoá với lượng 0,25 – 100 mg/kg monome, tốt hơn là 0,5 – 10 mg/kg monome, tốt hơn là 0,75 – 5 mg/kg monome.

Thành phần polyme tổng hợp có thể có tỷ lệ anion nằm trong khoảng từ 3 – 40 %mol, tốt hơn là 5 – 18 %mol, tốt hơn nữa là 9 – 15 %mol. Tỷ lệ anion có liên quan đến lượng đơn vị cấu trúc trong thành phần polyme tổng hợp mà được tạo ra từ monome anion. Tỷ lệ anion của thành phần polyme tổng hợp được lựa chọn để tối ưu hoá việc gắn kết của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy vào xơ, chất độn và/hoặc các thành phần tùy ý khác trong khối xơ và do vậy, thu được tác dụng làm tăng độ bền khô của giấy. Trong trường hợp lượng đơn vị được tạo ra từ monome anion là quá thấp, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy không thể hiện điện tích tổng anion mong muốn, do đó không thu được sự gắn kết và hiệu ứng lực mong muốn. Mặt khác, nếu lượng đơn vị được tạo ra từ monome anion quá cao, liều lượng cần thiết là quá nhỏ để tạo ra hiệu ứng lực mong muốn. Trong trường hợp sau, việc tăng liều lượng chỉ làm tăng hàm lượng anion tuần hoàn trong nước sản xuất.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất thành phần polyme tổng hợp, tốt hơn là được điều chế bằng cách polyme hoá dung dịch, có thể có phân tử lượng trung bình, MW, > 300 000 g/mol, tốt hơn là >500 000 g/mol. Tốt hơn nếu phân tử lượng trung bình của thành phần polyme tổng hợp có thể nằm trong khoảng từ 300 000 – 1 000 000 g/mol, tốt hơn nữa là 400 000 – 1 000 000 g/mol, còn tốt hơn nữa là 500 000 – 900 000 g/mol. Phân tử lượng trung bình của thành phần polyme tổng hợp được lựa chọn một cách cẩn thận để tạo ra chức năng tối ưu trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy. Đã quan sát thấy rằng trong trường hợp phân tử lượng trung bình quá cao, độ nhớt của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy sẽ quá cao một cách dễ dàng ở hàm lượng chất rắn hữu ích, hoặc hàm lượng chất rắn sẽ quá thấp nếu mong

muốn độ nhớt hữu ích. Phân tử lượng trung bình quá thấp làm giảm hiệu ứng lực có thể thu được.

Theo phương án khác, thành phần polyme tổng hợp thu được bằng cách polyme hoá gel đoạn nhiệt, tiếp theo là sấy khô, bằng cách polyme hoá giọt trong dung môi hoặc bằng cách polyme hoá nhũ tương hoặc polyme hoá phân tán trong môi trường nước muối và có phân tử lượng trung bình MW nằm trong khoảng từ 2 000 000 – 18 000 000 g/mol, tốt hơn là 4 000 000 – 10 000 000 g/mol.

Trong sáng chế, trị số “phân tử lượng trung bình” được sử dụng để mô tả độ lớn của chiều dài mạch polyme và nó chỉ ra phân tử lượng trung bình của polyme. Giá trị phân tử lượng trung bình được tính từ độ nhớt nội tại được xác định theo cách đã biết trong NaCl 1N ở 25°C bằng cách sử dụng nhớt kế mao dẫn Ubbelohde. Mao dẫn được chọn là thích hợp và trong các phép đo của ứng dụng này, nhớt kế mao dẫn Ubbelohde với hằng số $K=0,005228$ sẽ được sử dụng. Tiếp theo, phân tử lượng trung bình được tính từ độ nhớt nội tại thu được theo cách đã biết bằng cách sử dụng phương trình Mark-Houwink $[\eta]=K \cdot M^a$, trong đó $[\eta]$ là độ nhớt nội tại, M phân tử lượng (g/mol), và K và a là các thông số được nêu trong Polymer Handbook, Fourth Edition, Volume 2, Editors: J. Brandrup, E.H. Immergut and E.A. Grulke, John Wiley & Sons, Inc., USA, 1999, p. VII/11 cho poly(acrylamit). Theo đó, giá trị của thông số K là 0,0191 ml/g và giá trị của thông số a là 0,71. Khoảng phân tử lượng trung bình được đưa ra cho các thông số trong điều kiện sử dụng nằm trong khoảng từ 490 000 – 3 200 000 g/mol, nhưng các thông số tương tự cũng được sử dụng để mô tả độ lớn của phân tử lượng nằm ngoài khoảng này. Đối với polyme có phân tử lượng trung bình thấp, thông thường, khoảng 1 000 000 g/mol hoặc nhỏ hơn, phân tử lượng trung bình được đo bằng cách sử dụng phép đo độ nhớt Brookfield ở 10% polyme nồng độ ở nhiệt độ 23°C. Phân tử lượng [g/mol] được tính toán từ công thức $1000\,000 \cdot 0,77 \cdot \ln(\text{độ nhớt [mPas]})$. Trên thực tế, điều này có nghĩa là đối với polyme mà độ nhớt Brookfield có thể đo và trị số tính toán được nhỏ hơn < 1 000 000 g/mol, trị số tính toán được là trị số MW chấp nhận được. Nếu độ nhớt Brookfield không thể đo được hoặc trị số tính toán được lớn hơn 1 000 000 g/mol, trị số MW được xác định bằng cách sử dụng độ nhớt thực như được mô tả trên đây.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy chứa, ngoài thành phần polyme tổng hợp, thành phần tinh bột biến tính cation mà có nguồn gốc tự nhiên. Theo một phương án được ưu tiên, thành phần tinh bột biến tính cation là tinh bột biến tính cation không thoái biến. Trong ngữ cảnh của sáng chế, điều này có nghĩa là tinh bột, có thể được cải biến duy nhất bằng cách cation hoá, và là không thoái biến và không được tạo liên kết ngang. Theo một phương án, sáng chế đề xuất thành phần tinh bột biến tính cation bao gồm các đơn vị tinh bột mà có ít nhất là 70 % trọng lượng, tốt hơn ít nhất là 80 % trọng lượng, tốt hơn nữa ít nhất là 85 % trọng lượng, còn tốt hơn nữa ít nhất là 90 % trọng lượng, đôi khi còn tốt hơn nữa ít nhất là 95 % trọng lượng, có phân tử lượng trung bình MW trên 20 000 000 g/mol, tốt hơn là trên 50 000 000 g/mol, tốt hơn nữa là trên 100 000 000 g/mol, thậm chí đôi khi trên 200 000 000 g/mol. Khi thành phần tinh bột biến tính cation là không thoái biến, chiều dài của phân tử tinh bột tạo ra hiệu quả mạng lưới ba chiều thành công, và sự tương tác tối ưu với thành phần polyme tổng hợp cũng như với các thành phần khác của khối xơ, ví dụ, xơ và/hoặc vô cơ chất độn, cũng như chất làm tăng độ bền cation mà đã được bổ sung riêng biệt vào khối xơ.

Thành phần tinh bột biến tính cation có thể khoai tây, sắn khoai tây, gạo, ngô, sắn ngô, lúa mì, lúa mạch, khoai lang hoặc tinh bột sắn. Tốt hơn nếu thành phần tinh bột biến tính cation là tinh bột sắn ngô và tinh bột sắn khoai tây. Theo một phương án được ưu tiên, thành phần tinh bột biến tính cation có hàm lượng amylopectin > 70 %, tốt hơn là > 80 %, tốt hơn nữa là > 85, còn tốt hơn nữa là > 90 %, đôi khi còn tốt hơn nữa là > 95 %.

Thành phần tinh bột biến tính cation ở dạng dung dịch nước, có nghĩa là tinh bột đã được hoà tan trong nước, ví dụ, bằng cách nấu. Việc nấu có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 – 135 °C.

Tinh bột có thể được cation hoá bằng phương pháp thích hợp bất kỳ. Tốt hơn nếu tinh bột được cation hoá bằng cách sử dụng 2,3-epoxypropyltrimethylamoni clorua hoặc 3-clo-2-hydroxypropyltrimethylamoni clorua, trong đó 2,3-

epoxypropyltrimetyl-amonit clorua là được ưu tiên. Cũng có thể cation hoá tinh bột bằng cách sử dụng dẫn xuất acrylamit cation, như (3-acrylamidopropyl)-trimetylamonit clorua.

Thành phần tinh bột biến tính cation có thể có mức độ thay thế nằm trong khoảng từ 0,025 – 0,3, tốt hơn là từ 0,03 – 0,16, tốt hơn nữa là từ 0,045 – 0,1. Mức độ thay thế có liên quan đến tỷ lệ cation của tinh bột. Tinh bột cation có tỷ lệ cation tương đối cao như đã định là được ưu tiên để dùng trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy do chúng tạo ra tác dụng làm tăng độ bền khô của giấy được cải thiện, mà quan sát được trong giấy hoặc các tông thành phẩm.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy không chứa polyme tổng hợp cation.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là hỗn hợp gồm thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation. Các thành phần của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể được trộn với nhau trước khi bổ sung chế phẩm này vào khối xơ, nghĩa là chế phẩm này được bổ sung vào khối xơ dưới dạng dung dịch đơn. Trong ngữ cảnh của sáng chế, hỗn hợp gồm thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation được hiểu là hỗn hợp hoặc tổ hợp gồm thành phần polyme tổng hợp hiện tại và thành phần tinh bột. Cả hai thành phần đều ở dạng dung dịch hoặc phân tán vào thời điểm trộn. Nói cách khác, hỗn hợp không được hiểu là bao hàm các chế phẩm thu được bằng cách polyme hoá monome của polyme tổng hợp với sự có mặt của thành phần tinh bột biến tính cation, nhờ đó tạo thành mảnh ghép tinh bột.

Theo một phương án, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế có thể được điều chế bằng cách trộn hữu hiệu thành phần tinh bột vào dung dịch chứa thành phần polyme tổng hợp, tốt hơn là ở pH < 3,5. Nếu độ pH cao hơn 4,5 vào thời điểm trộn, có thể có nguy cơ tạo thành gel, đặc biệt nếu hàm lượng chất rắn của chế phẩm > 12 % trọng lượng.

Thành phần polyme tổng hợp có thể ở dạng dung dịch nước hoặc phân tán khi nó được trộn với thành phần tinh bột.

Theo phương án khác, dung dịch chứa thành phần tinh bột và thành phần polyme, mà cả hai đều có hàm lượng chất rắn $<12\%$ trọng lượng, tốt hơn là $<10\%$ trọng lượng, có thể được trộn với nhau trước khi bổ sung vào khối xơ. Tốt hơn nếu thành phần tinh bột và thành phần polyme tổng hợp được cho tương tác với nhau trước khi chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được bổ sung vào khối xơ để đảm bảo việc tạo thành phức đa ion.

Về cơ bản, các thành phần của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể được bổ sung riêng rẽ, đồng thời hoặc liên tiếp, vào dòng mà sau đó được kết hợp với khối xơ dày, miễn là thời gian giữa khi bổ sung thành phần cuối cùng và tổ hợp với khối xơ dày là đủ lâu để tạo ra sự tương tác mong muốn của các thành phần.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể được điều chế tại chỗ. Điều này có nghĩa là thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation có thể được vận chuyển riêng rẽ, thậm chí dưới dạng sản phẩm khô, đến vị trí sử dụng, như máy nghiền giấy hoặc máy nghiền các tông. Tại vị trí sử dụng, thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation được hoà tan và/hoặc pha loãng tùy ý và điều chế thành chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy trong nước bằng cách trộn. Điều này làm giảm nguy cơ thoái biến của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy trong quá trình vận chuyển và bảo quản. Đặc biệt, thành phần tinh bột biến tính cation có thể dễ bị tấn công bởi sự thoái biến do vi trùng, mà có thể dẫn đến sự hao hụt tính năng.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế có trị số pH $< 3,5$, tốt hơn là < 3 , khi nó được điều chế hoặc bảo quản dưới dạng dung dịch bảo quản với hàm lượng chất rắn cao, ví dụ $>10\%$ trọng lượng. Đã quan sát thấy rằng độ pH thấp cải thiện việc trộn của thành phần polyme biến tính anion tổng hợp với thành phần tinh bột biến tính cation và tạo ra chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy đồng nhất với độ nhớt mong muốn. Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm làm tăng độ

bền khô của giấy có độ nhớt Brookfield $< 10\,000$ mPas, tốt hơn là < 8000 mPas, tốt hơn nữa là < 6000 mPas, ở pH=3,0 và với hàm lượng chất rắn là 14 % trọng lượng. Theo một phương án độ nhớt của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy nằm trong khoảng từ 2000 – 10 000 mPas, tốt hơn là 2500 – 6500 mPas, ở pH=3,0 và với hàm lượng chất rắn là 14 % trọng lượng. Trị số độ nhớt được đo ở nhiệt độ trong phòng bằng cách sử dụng Brookfield DV-I+, thiết bị tiếp hợp mẫu nhỏ, 20 trục quay 31, tốc độ quay vòng/phút tối đa. Độ nhớt của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy ở hàm lượng chất rắn cao ở pH $< 3,5$ là thích hợp để xử lý đúng cách chế phẩm này trong quy trình công nghiệp, ví dụ, làm cho có thể bơm chế phẩm và pha loãng nó bằng cách trộn.

Nói chung, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có điện tích tổng anion từ trị số pH khoảng 3,8 trở lên. Phức đa ion, mà được tạo ra từ sự tương tác của thành phần tinh bột và thành phần polyme tổng hợp, có thể được tạo thành ngay với quy mmo lớn ở pH khoảng 3,2. Khi chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có trị số pH $< 3,5$ và hàm lượng chất rắn cao, ví dụ, > 10 % trọng lượng, được pha loãng với nước, độ pH của chế phẩm thay đổi đồng thời với nước được bổ sung. Theo cách khác, độ pH của chế phẩm có thể được điều chỉnh bằng cách bổ sung bazơ. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy thường được pha loãng với nước và độ pH được điều chỉnh, bằng cách pha loãng hoặc bằng cách bổ sung bazơ, để thu được dung dịch chế phẩm, mà có trị số pH > 3 , tốt hơn ít nhất là 3,5, tốt hơn nữa là 3,5 – 4,0, trước khi bổ sung chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy vào khối xơ. Khi độ pH của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy vượt quá pH=5, điện tích tổng của chế phẩm là anion. Ở pH=7, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy luôn có điện tích tổng anion.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể được bổ sung vào khối xơ dày hoặc khối xơ mỏng, tốt hơn là vào khối xơ dày. Khối xơ dày trong bản mô tả này được hiểu là khối xơ có độ đặc $> 2,5$ % trọng lượng, tốt hơn là > 3 % trọng lượng.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế tương tác với chất làm tăng độ bền cation ví dụ, bằng cách tạo thành phức và/hoặc liên kết cộng hoá trị. Việc này làm tăng lượng và độ bền của liên kết giữa các thành phần khác nhau của khối

xơ, nghĩa là xơ, chất độn, bụi, rác, hoá chất, v.v. Việc tăng độ tương tác cải thiện độ bền khô quan sát được của giấy đến mức bất ngờ. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được bổ sung trước hoặc sau khi, tốt hơn là sau khi, bổ sung chất làm tăng độ bền cation. Chất làm tăng độ bền cation và các thành phần riêng rẽ của thành phần làm tăng độ bền khô của giấy có thể giống hoặc khác nhau. Khi chất làm tăng độ bền cation được bổ sung đầu tiên vào khối xơ, nguy cơ kết tụ mạnh không mong muốn vào thời điểm bổ sung chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy giảm xuống.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy và chất làm tăng độ bền cation được bổ sung riêng rẽ vào khối xơ.

Chất làm tăng độ bền cation có thể được lựa chọn từ nhóm bao gồm tinh bột biến tính cation và polyme tổng hợp, như polyamidoamin-epiclohydrin, polyme biến tính cation của acrylamit, và polyvinylamin. Polyvinylamin bao gồm polyme đồng nhất thuỷ phân một phần hoặc hoàn toàn của N-vinylformamit, copolyme thuỷ phân một phần hoặc hoàn toàn của N-vinylformamit và axit acrylic, cũng như copolyme thuỷ phân một phần hoặc hoàn toàn của vinylaxetat và N-vinylformamit.

Theo một phương án, chất làm tăng độ bền cation có thể là tinh bột biến tính cation, tốt hơn là có nguồn gốc thực vật giống với thành phần tinh bột biến tính cation của chế phẩm làm tăng độ bền khô. Khi thành phần tinh bột biến tính cation và chất làm tăng độ bền cation là có cùng nguồn gốc thực vật, tốt hơn là giống hệt, sẽ không cần bình phản ứng bảo quản bổ sung cho các loại tinh bột biến tính cation khác nhau.

Chất làm tăng độ bền cation có thể được bổ sung với lượng 0,5 – 3 kg/tấn khô khối xơ, khi polyme tổng hợp, như polyamidoamin-epiclohydrin, polyme biến tính cation của acrylamit, hoặc polyvinylamin, được sử dụng làm chất làm tăng độ bền cation. Chất làm tăng độ bền cation có thể được bổ sung với lượng 3 – 20 kg/tấn khô khối xơ, tốt hơn là 10 – 18 kg/tấn khô khối xơ, đặc biệt khi tinh bột biến tính cation được sử dụng làm chất làm tăng độ bền cation.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể được bổ sung với lượng 0,5 – 4,0 kg/tấn khối xơ khô, tốt hơn là 0,5 – 3,5 kg/tấn khối xơ khô, tốt hơn nữa là 1 – 3 kg/tấn khối xơ khô. Theo một phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được bổ sung với lượng sao cho điện thế zeta của khối xơ giảm xuống 2 – 20 mV, tốt hơn là 3 – 10 mV, đo được sau khi bổ sung chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy và khi so sánh với trị số điện thế zeta của khối xơ ngay trước khi bổ sung.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất chất làm tăng độ bền cation và chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được bổ sung vào khối xơ với lượng sao cho số điện tích anion dư trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy, ở pH=7, là 20 – 200 %, tốt hơn là 50 – 120 %, so với tổng số điện tích cation của chất làm tăng độ bền cation ở cùng độ pH. Số lượng điện tích anion dư được tính toán bằng cách trừ số điện tích cation trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy từ số điện tích anion trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy, ở pH=7. Nói cách khác, khi số điện tích anion dư trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy, ở pH=7, là 100 % của số điện tích cation trong chất làm tăng độ bền cation, điều đó có nghĩa là có một điện tích anion dư từ chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy cho mỗi điện tích cation từ chất làm tăng độ bền cation. Theo cách này, sự tương tác tối ưu giữa chất làm tăng độ bền cation và chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể được đảm bảo, khi tỷ lệ điện tích là như đã định trên đây.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế thích hợp để cải thiện làm tăng độ bền khô của giấy của các tông mỏng khi sản xuất giấy các tông như giấy lót, giấy gấp nếp, các tông gấp (FBB), ván dăm trắng (white lined chipboard-WLC), giấy tẩy trắng SBS (solid bleached sulphat-SBS), giấy không tẩy trắng SUS (solid unbleached sulphat-SUS) hoặc giấy đóng gói chất lỏng (liquid packaging board-LPB), nhưng không chỉ giới hạn ở các sản phẩm này. Các tông có thể có định lượng từ 120 đến 500 g/m².

Khối xơ có thể có trị số pH ít nhất là 4,5, tốt hơn ít nhất là 5, tốt hơn nữa ít nhất là 5,5. Độ pH của khối xơ có thể nằm trong khoảng từ 4,5 – 9,5, 5 – 9 tốt hơn là

5,5 – 8,5. Ở độ pH này, khi có mặt trong khối xơ, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có điện tích tổng anion.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được sử dụng đặc biệt cho khối xơ, mà bao gồm bột giấy xơ tái sinh và/hoặc bột giấy hoá học. Do vậy, tốt hơn là xơ tái sinh trong ngữ cảnh của sáng chế không bao gồm giấy phế phẩm. Không tính đến nguồn gốc của xơ, khối xơ có thể có độ dẫn điện ít nhất là 1,5 mS/cm hoặc ít nhất là 2 mS/cm, tốt hơn ít nhất là 3 mS/cm, tốt hơn nữa ít nhất là 4 mS/cm, thậm chí đôi khi lớn hơn 5 mS/cm. Theo một phương án, độ dẫn điện của khối xơ có thể trong khoảng từ 2 – 20 mS/cm, tốt hơn là 3 – 20 mS/cm, tốt hơn nữa là 2 – 15 mS/cm, thậm chí đôi khi 4 – 15 mS/cm.

Khối xơ, mà có thể bao gồm bột giấy xơ tái sinh và/hoặc bột giấy hoá học, có thể có nhu cầu cation >400 µeqv/l.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế thích hợp để cải thiện làm tăng độ bền khô của giấy ăn hoặc giấy mịn.

Sáng chế còn đề cập đến hệ thống hoá chất để sản xuất giấy hoặc các tông, hệ thống này bao gồm chất làm tăng độ bền cation, như đã xác định trong sáng chế và chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Thành phần polyme tổng hợp: Mô tả chung của quy trình tổng hợp

Polyacrylamit biến tính anion được sử dụng trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy của công đoạn thử nghiệm làm thành phần polyme tổng hợp được tổng hợp bằng cách polyme hoá gốc sử dụng quy trình chung được mô tả trong phần sau.

Trước khi polyme hoá toàn bộ các monome được sử dụng, nước, muối Na của EDTA và natri hydroxit được trộn trong bể monome. Hỗn hợp này dưới đây được gọi là “hỗn hợp monome”. Hỗn hợp monomer được làm sạch bằng khí nitơ trong 15 phút.

Dung dịch chất xúc tác được điều chế trong bể chất xúc tác bằng cách trộn nước và amoni persulphat. Dung dịch chất xúc tác được tạo ra trong thời gian ít hơn 30 phút trước khi sử dụng nó.

Nước được bổ sung vào bình phản ứng polyme hoá được lắp thiết bị trộn và áo bao để đun nóng và làm mát. Nước được làm sạch bằng khí nitơ trong 15 phút. Nước được đun nóng đến 100 °C. Việc nạp cả hai hỗn hợp monome và dung dịch chất xúc tác được bắt đầu vào cùng thời điểm. Thời gian nạp hỗn hợp monome là 90 phút và thời gian nạp dung dịch chất xúc tác là 100 phút. Khi việc nạp dung dịch chất xúc tác được dừng lại, việc trộn được tiếp tục trong 45 phút. Dung dịch polyme chứa nước thu được được làm mát xuống 30 °C và lấy ra khỏi bình phản ứng polyme hoá.

Các đặc điểm sau được phân tích từ dung dịch polyme chứa nước thu được. Hàm lượng chất rắn khô được phân tích bằng cách sử dụng Mettler Toledo HR73, ở 150 °C. Độ nhớt được phân tích bằng cách sử dụng Brookfield DVI+, được lắp thiết bị tiếp hợp mẫu nhỏ, ở 25 °C, sử dụng trục quay S18 cho các dung dịch có độ nhớt < 500 mPas và trục quay S31 cho các dung dịch có độ nhớt 500 mPas hoặc cao hơn, và sử dụng tốc độ quay khả thi cao nhất cho trục quay. Độ pH của dung dịch được phân tích bằng cách sử dụng thiết bị đo pH hiệu chỉnh được.

Quy trình tổng hợp thành phần polyme tổng hợp, AC13HM

Việc sản xuất một polyme polyacrylamit biến tính anion đặc hiệu, AC13HM, được giải thích cụ thể dưới đây dưới dạng ví dụ của quy trình tổng hợp polyacrylamit biến tính anion, thích hợp để sử dụng làm thành phần polyme tổng hợp trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy.

Trước khi bắt đầu quá trình polyme hoá, hỗn hợp monome được điều chế trong bể monome bằng cách trộn 45,2 g nước; 200,5 g acrylamit, dung dịch nước 50 %; 14,5 g axit acrylic; 0,59 g muối Na của EDTA, dung dịch nước 39 %; 8,1 g natri hydroxit, dung dịch nước 50 %. Hỗn hợp monome được làm sạch bằng khí nitơ trong 15 phút. Dung dịch chất xúc tác được điều chế trong bể chất xúc tác bằng cách trộn

27 g nước và 0,088 g amoni persulphat. 440 g nước được bổ sung vào bình phản ứng polyme hoá và làm sạch bằng khí nitơ trong 15 phút. Nước được đun nóng đến 100 °C. Việc nạp cả hai hỗn hợp monome và dung dịch chất xúc tác vào bình phản ứng polyme hoá được bắt đầu vào cùng thời điểm. Thời gian nạp của hỗn hợp monome là 90 phút và của dung dịch chất xúc tác 100 phút. Khi việc nạp dung dịch chất xúc tác được dừng lại, việc trộn được tiếp tục trong 45 phút. Polyme thu được được làm mát xuống 30 °C và tiếp theo, lấy ra khỏi bình phản ứng polyme hoá. Polyme polyacrylamit biến tính tổng hợp anion có hàm lượng chất rắn khô là 15,1 % trọng lượng, độ nhớt là 7030 mPas, phân tử lượng trung bình theo trọng lượng MW khoảng 0,7 Mg/mol và pH=5,2.

Điều chế thành phần tinh bột biến tính cation, Tinh bột-A

97,6 g tinh bột sắn khoai tây biến tính cation, Tinh bột-A, hàm lượng khô 82 % trọng lượng (với các đặc tính khác xem Bảng 7), được tạo thành bột nhão trong 436 g nước trong bình phản ứng được lắp áo bao để đun nóng, bình ngưng và máy khuấy. Bột nhão này được đun nóng đến 99 °C trong khi khuấy với vận tốc 500 vòng/phút và giữ ở nhiệt độ đó trong 45 phút trong khi khuấy. Dung dịch tinh bột được tạo thành, khi làm mát, có nồng độ là 15,8 % trọng lượng và độ nhớt là 1400 mPas.

Điều chế chế phẩm làm tăng độ bền khô

Một loạt chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy trong nước được điều chế bằng cách sử dụng quy trình chung sau. Dung dịch polyme APAM tổng hợp, ví dụ, AC13HM, như được mô tả trên đây, và dung dịch tinh bột chứa tinh bột biến tính cation, ví dụ, Tinh bột-A, như được mô tả trên đây, được trộn trong 60 phút ở 25 °C với tốc độ 1000 vòng/phút. Ví dụ, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1 (xem Bảng 1) được điều chế bằng cách trộn 66,0 g dung dịch polyme AC13HM như được mô tả trên đây và 63 g dung dịch Tinh bột-A như được mô tả trên đây.

Các chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy với tỷ phần khác nhau của thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation, hàm lượng khô khác nhau và trị số pH khác nhau được điều chế. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy

với hàm lượng khô thấp được điều chế bằng pha loãng với nước khử ion. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy với độ pH thấp được điều chế bằng cách điều chỉnh độ pH của chúng đến trị số đích mong muốn bằng cách bổ sung axit sulphuric 25 % trọng lượng.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được điều chế và các đặc tính của chúng được nêu trong Bảng 1. Thành phần polyme tổng hợp là AC13HM và thành phần tinh bột biến tính cation là Tinh bột-A trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy của Bảng 1, ngoại trừ chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SPmix88, trong đó thành phần polyme tổng hợp là AC13HM và thành phần tinh bột biến tính cation là Tinh bột-1; và với chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP4, và SP5, trong đó thành phần polyme tổng hợp là AC11HM và thành phần tinh bột biến tính cation là Tinh bột-A; và với chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP6, trong đó polyme tổng hợp là AC11LM và thành phần tinh bột biến tính cation là Tinh bột-A. Về các chi tiết của các hoá chất, xem Bảng 7. Các trị số độ nhớt trong Bảng 1 được đo bằng cách sử dụng Brookfield LV, DV1 SSA với tốc độ vòng/phút tối đa và trực quay được quy định bởi thiết bị.

Như có thể thấy từ kết quả của Bảng 1 là khi độ pH của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là 3,7, độ nhớt của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy thấp hơn khi độ pH của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là 5,2. Điều này chỉ ra rằng thành phần polyme tổng hợp trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được tạo phức mạnh hơn ở pH=5,2, trong đó thành phần polyme này là anion hơn. Tỷ phần cao hơn của thành phần polyme tổng hợp sẽ làm tăng độ nhớt của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy. Độ nhớt của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có thể giảm xuống bằng cách pha loãng với nước.

Bảng 1 Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy điều chế được.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô	Độ nhớt (mPas)	pH	Điện tích ở pH=7 (mili đương lượng/g)	Điện tích ở pH=2,8 (mili đương lượng/g)	Chất rắn khô (%)	Tinh bột (% trọng lượng)	APAM (% trọng lượng)
SP1	7700	3,7	-0,67	0,20	15,5	50	50
SP2	11700	3,7	-1,04	0,13	15,3	33	67
SP3	9650	3,6	-0,57	0,20	14,8	50	50
SP1a	28000	5,2	-0,67	0,20	15,5	50	50
SP1b	13900	5,2	-0,67	0,20	13,0	50	50
SP1c	4000	3,7	-0,67	0,20	13,0	50	50
SP2a	35200	5,2	-1,04	0,13	15,3	33	67
SP2b	11700	3,7	-1,04	0,13	15,3	33	67
SP2c	NA	5,5	-1,04	0,13	15,3	33	67
SPmix88	NA	5,0	-0,71	0,11	1,0	50	50
SP4	4700	3,0	-0,64	0,28	14,0	50	50
SP5	3170	3,0	-0,20	0,28	14,7	69	31
SP6	3470	3,0	-0,64	0,28	15,2	50	50

Tác động của mật độ điện tích đến đặc điểm của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được nghiên cứu bằng cách điều chế chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy như sau. Thành phần polyme tổng hợp AC11HM, xem Bảng 7, và Tinh bột-A cation đã nấu, như được mô tả trên đây, được hoà tan riêng rẽ trong nước khử ion. Các dung dịch thu được được kết hợp với % trọng lượng khô như nhau của thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation. Sau khi trộn trong 60 phút ở nhiệt độ trong phòng, thu được dung dịch trong suốt có hàm lượng chất rắn là 14,3 % trọng lượng. Độ pH của dung dịch được điều chỉnh bằng axit sulphuric 32 % trọng lượng hoặc dung dịch natri hydroxit đến trị số đích mong muốn. Độ nhớt của các dung dịch được đo bằng Brookfield DV1+ nhớt kế ở các trị số pH khác nhau. Kết quả độ nhớt được thể hiện trong Bảng 2.

Kết quả của Bảng 2 cho thấy rằng độ nhớt tăng lên dưới dạng hàm số của pH. Độ nhớt tăng vừa phải giữa độ pH=2,8 và 3,5 cũng như giữa độ pH=4,5 và 7. Độ nhớt tăng đáng kể khi độ pH tăng từ 3,5 đến 4,5.

Bảng 2 Độ nhớt của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy với nồng độ 14 % trọng lượng dưới dạng hàm số của độ pH.

Độ pH	Độ nhớt (mPas)
2,8	5 239
3,5	6 670
3,9	9 100
4,5	14 600
5,0	16 850
7,0	17 050

Các mẫu được pha loãng với nước khử ion đến nồng độ thích hợp để đo mật độ điện tích chỉ thị bằng cách chuẩn độ với Mutek PCD 03, sử dụng dung dịch polyetylsulphonat hoặc dung dịch poly-DADMAC làm chất chuẩn độ. Các kết quả được nêu trong Bảng 3.

Bảng 3 Trị số mật độ điện tích chỉ thị của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy với nồng độ 14 % dưới dạng hàm số của độ pH.

Độ pH	Mật độ điện tích (mili đương lượng/g khô)	Hình thức của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy
2,8	0,32	Trong suốt
3,5	0,13	Hơi đục
3,8	-0,02	Đục
4,5	-0,20	Đục
5,0	-0,34	Hơi đục
7,0	-0,69	Trong suốt

Kết quả mật độ điện tích trong Bảng 3 cho thấy rằng điện tích tổng của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy chứa thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation chuyển từ cation sang anion ở pH khoảng 3,7. Điều này có nghĩa là phức đa ion được tạo thành với lượng lớn ở ngay pH khoảng 3,5, tại độ pH đó điện tích cation xác định được giảm xuống khoảng 60 %. Ở độ pH trên 4,5 một lượng lớn điện tích cation được tạo phức bằng các nhóm anion của thành phần polyme tổng hợp. Kết quả mật độ điện tích khẳng định các quan sát về kết quả độ nhớt trong Bảng 2 là việc tạo thành phức đa ion xảy ra giữa độ pH=3,5 và 5.

Ví dụ ứng dụng 1 - 9

Tính năng kỹ thuật của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy và sản phẩm tham khảo so sánh được thử nghiệm với một số bột giấy và các thử nghiệm tờ giấy.

Bột giấy được sử dụng trong các ví dụ ứng dụng và các đặc tính của chúng được nêu trong Bảng 4.

Đặc tính của bột giấy được xác định đặc điểm bằng cách sử dụng thiết bị và/hoặc các phương pháp chuẩn được nêu trong Bảng 5. Độ pH, độ đục, độ dẫn điện và điện tích được đo từ dịch lọc của việc lọc theo trọng lực qua giấy lọc ruy băng.

Các đặc tính của tờ giấy được tạo ra được đo bằng cách sử dụng thiết bị và các phương pháp chuẩn để thử nghiệm tờ giấy được nêu trong Bảng 6.

Các hóa chất sử dụng trong các ví dụ ứng dụng được đưa ra trong Bảng 7.

Bảng 4 Bột giấy được sử dụng trong các ví dụ ứng dụng.

Đặc tính	Bột giấy, Ví dụ 1	Bột giấy, Ví dụ 2	CTMP, Ví dụ 3	Broke, Ví dụ 3	White Water, Ví dụ 3	Bột giấy OCC, Ví dụ 4	Nước trắng Ví dụ 4
pH	6,9	6,7	6,6	7,1	6,7	6,3	5,6
Độ đục, NTU	2	2	100	104	35,8	549	80
Độ dẫn điện của dịch lọc, mS/cm	1,1	1,1	1,9	2,4	2,0	4,7	4,1
Nhu cầu cation, $\mu\text{eqv/l}$	20,7	9,6	185	48	33	0,0	0,0
Điện thế zeta, mV	-26,3	-20,7	-19,2	-11,7		-4,4	
Độ đặc, g/l	4,7	4,8	40,7	37,0	1,0	39	0,3

Bảng 5 Các phương pháp xác định đặc điểm bột giấy

Đặc tính	Thiết bị/tiêu chuẩn
Độ pH	Knick Portamess 911
Độ đục (NTU)	WTW Turb 555IR
Độ dẫn điện (mS/cm)	Knick Portamess 911
Điện tích ($\mu\text{ekv/l}$)	Mütek PCD 03
Điện thế zeta (mV)	Mütek SZP-06
Độ đặc (g/l)	ISO 4119

Bảng 6 Thiết bị và các phương pháp chuẩn thử nghiệm tờ giấy được sử dụng cho tờ giấy được tạo ra.

Phép đo	Thiết bị	Tiêu chuẩn
Khối lượng cơ bản	Mettler Toledo	ISO 536
Hàm lượng tro, 525°C	-	ISO 1762
Liên kết Scott	Huygen	Tappi T 569
lực kéo phương Z	Lorentzen & Wettre	ISO 15754
Tai, độ cứng uốn	Lorentzen & Wettre	Tappi T 489 om-08
Độ bền kéo, mô đun đàn hồi	Lorentzen & Wettre	ISO 1924-3

Bảng 7. Hoá chất được sử dụng trong các ví dụ ứng dụng.

Tên	Chế phẩm / sản phẩm, nhà sản xuất	Mô tả
APAM-1	Copolymer của acrylamit và 8 %mol axit acrylic	MW khoảng 0,5 Mg/mol
AC13HM	Copolymer của acrylamit và 12,5 %mol axit acrylic	MW khoảng 0,7 Mg/mol
AC11HM	Copolymer của acrylamit và 11 %mol axit acrylic	MW khoảng 0,7 Mg/mol
AC11LM	Copolymer của acrylamit và 11 %mol axit acrylic	MW khoảng 0,5 Mg/mol
APAM-E	Polyacrylamit biến tính anion	Nhũ trương polymer được hoà tan với nồng độ 0,8%
Tinh bột-A	Tinh bột amylopectin biến tính cation	0,4 mili đương lượng/g (DS 0,07) cation, >95% amylopectin, đã nấu
Tinh bột-1	Tinh bột khoai tây biến tính cation: Raisamyl 50021, Chemigate	0,2 mili đương lượng/g (DS 0,035), 80 % amylopectin, đã nấu
Tinh bột-2	Tinh bột biến tính cation: C*Bond HR 35844, Cargill	đã nấu
SCPAM	Copolymer của acrylamit và 10 %mol ADAM-Cl	Dung dịch polymer, MW khoảng 0,8 Mg/mol
CPAM	Copolymer của acrylamit và 10 %mol ADAM-Cl	MW khoảng 7 Mg/mol, polymer khô được hoà tan với nồng độ 0,5%
CPAM-2	Copolymer của acrylamit và 10 %mol ADAM-Cl	MW khoảng 12 Mg/mol, polymer khô được hoà tan với nồng độ 0,5%
GPAM	Polyacrylamit biến tính cation glyoxylat hoá: FennoBond 3150, Kemira Oyj, Finland	Dung dịch nước
CMC	Carboxymetyl xenluloza Finifix 300, CP Kelco	được hoà tan ở 80°C
pDADMAC	polyDADMAC	MW khoảng 0,2 Mg/mol
Phèn	Nhôm sulphat: ALG, Kemira Oyj, Finland	
GCC	Canxi cacbonat nghiền: Hydrocarb 60, Omya	Sự phân bố cỡ hạt 60 % hạt < 2 µm
Silic oxit	Silic oxit dạng keo: FennoSil 495, Kemira Oyj, Finland	
Silic oxit-2	Silic oxit dạng keo: FennoSil 442, Kemira Oyj, Finland	
c-PVOH	Rượu polyvinyl có 12 %mol nhóm vinylamin và 88 %mol nhóm vinylalcohol	MW khoảng 0,1 Mg/mol

Ví dụ ứng dụng 1:

Ví dụ này tái tạo việc điều chế giấy ăn, giấy mịn, giấy kraft hoặc lớp bề mặt cho các tông đa lớp.

Khối xơ thử nghiệm là hỗn hợp gồm bột giấy gỗ cứng hoá học và bột giấy gỗ mềm. Bột giấy hoá học được điều chế ở Valley Hollander. Bột giấy gỗ cứng (HW) là bột giấy kraft gỗ cây phong được tẩy trắng tinh chế đến 25°SR và bột giấy gỗ mềm (SW) là bột giấy kraft gỗ cây thông được tẩy trắng tinh chế đến 25°SR. Bột giấy được trộn với nhau với tỷ lệ HW/SW 75%/25%, pha loãng với nước khử ion chứa NaCl bổ sung đến mức 1,5 mS/cm. Các đặc tính của khối xơ thử nghiệm thu được được nêu trong Bảng 4.

Trong quá trình chuẩn bị xeo giấy, các hoá chất được bổ sung vào khối xơ thử nghiệm trong bình thoát nước động học trong khi trộn với tốc độ 1000 vòng/phút. Hoá chất làm bền biến tính cation được pha loãng trước khi dùng liều đến nồng độ 0,2 %. Hoá chất anion và hoá chất giữ lại được pha loãng đến nồng độ 0,05 % trước khi dùng liều. Các hoá chất này được bổ sung và thời gian bổ sung của chúng được nêu trong Bảng 8. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô.

Các xeo giấy có khối lượng cơ bản là 80 g/m² được tạo thành bằng cách sử dụng thiết bị xeo Rapid Köthen với nước tuần hoàn theo tiêu chuẩn ISO 5269-2:2012. Các tấm được sấy khô trong các thiết bị sấy chân không trong 6 phút ở nhiệt độ 92°C và ở áp suất 1000mbar. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187. Chỉ số kéo và trị số liên kết Scott đo được cho các xeo giấy điều chế được nêu trong Bảng 8.

Như có thể thấy từ Bảng 8 là Thử nghiệm 1-4, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1 được sử dụng, sự cải thiện về trị số kéo và trị số liên kết Scott được tạo ra cao hơn Thử nghiệm 1-2, trong đó chỉ sử dụng mỗi chất làm tăng độ bền cation. Thử nghiệm 1-4 cũng tạo ra sự cải thiện hơn Thử nghiệm 1-3, trong đó sử

dụng hệ thống với việc bổ sung riêng rẽ chất làm tăng độ bền cation và polyme anion APAM-1. Do vậy, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1 tạo ra các đặc tính độ bền có lợi khi sử dụng.

Bảng 8 Thử nghiệm xeo giấy của ví dụ ứng dụng 1: bổ sung hoá chất và kết quả đo.

Thời gian	- 60s	- 60s	- 30s	- 30s	- 30s	- 10s	Chỉ số kéo (Nm/g)	Liên kết Scott (J/m ²)
	SCPAM	Tinh bột-A	APAM-1	SP1	SP2	CPAM2		
Thử nghiệm 1-1 (tham khảo)	0	0				0,05	34	146
Thử nghiệm 1-2 (tham khảo)	1	1				0,05	40	211
Thử nghiệm 1-3 (tham khảo)	1	1	1,5			0,05	42	212
Thử nghiệm 1-4	1	1		1,5		0,05	43	227

Đối với phép đo điện thế zeta, 500 ml khối xơ thử nghiệm được cho vào cốc nung. Các hoá chất biến tính cation được pha loãng đến nồng độ 0,2 % và hoá chất biến tính anion đến nồng độ 0,05 %. Sau khi bổ sung hoá chất biến tính cation, nếu cần, khối xơ được trộn trong 1 phút bằng thìa trước khi đo hoặc bổ sung hoá chất biến tính anion. Nếu hoá chất biến tính anion được bổ sung, khối xơ được trộn trong 1 phút nữa bằng thìa trước khi đo. Kết quả của phép đo điện thế zeta được nêu trong Bảng 9.

Bảng 9 Kết quả của phép đo điện thế zeta.

Số	Hoá chất bổ sung					Điện thế zeta (mV)
	SCPAM kg/t khô	Tinh bột-A kg/t khô	APAM-1 (kg/t khô)	SP1 kg/t khô	SP2 kg/t khô	
1						-28
2	1	1				-10
3	1	1	0,15			-10
4	1	1	0,3			-17
5	1	1	0,5			-23
6	1	1	1			-24
7	1	1	1,5			-25
8	1	1		0,15		-15
9	1	1		0,3		-20
10	1	1		0,5		-25
11	1	1		1		-25
12	1	1		1,5		-27
13	1	1			0,15	-14
14	1	1			0,3	-15
15	1	1			0,5	-22
16	1	1			1	-23
17	1	1			1,5	-25

Kết quả của phép đo điện thế zeta được thể hiện trong Bảng 9 cho thấy rằng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1 có thể dịch chuyển một cách rất hữu hiệu bề mặt điện tích của xơ theo hướng anion thậm chí khi tỷ lệ anion của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là thấp.

Ví dụ ứng dụng 2:

Ví dụ này tái tạo việc điều chế giấy in và giấy viết.

Khối xơ thử nghiệm là hỗn hợp gồm bột giấy gỗ cứng hoá học và bột giấy gỗ mềm. Bột giấy hoá học, là loại thông thường cho giấy mịn, được điều chế ở Valley Hollander. Bột giấy gỗ cứng (HW) là bột giấy kraft gỗ cây phong được tẩy trắng tinh chế đến 25°SR và bột giấy gỗ mềm (SW) là bột giấy kraft gỗ cây thông được tẩy trắng tinh chế đến 25°SR. Bột giấy được trộn với nhau với tỷ lệ HW/SW 75%/25%, pha loãng với nước khử ion chứa NaCl bổ sung đến mức 1,5 mS/cm. Các đặc tính của khối xơ thử nghiệm thu được được nêu trong Bảng 4.

Trong quá trình chuẩn bị xeo giấy, các hoá chất được bổ sung vào khối xơ thử nghiệm trong bình thoát nước động học trong khi trộn với tốc độ 1000 vòng/phút. Hoá chất làm bền biến tính cation được pha loãng trước khi dùng liều đến nồng độ 0,2 %. Hoá chất anion và hoá chất giữ lại CPAM và APAM-E được pha loãng đến nồng độ 0,05 % trước khi dùng liều. Các hoá chất này được bổ sung và thời gian bổ sung của chúng được nêu trong Bảng 10. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô, ngoại trừ APAM-E, được tính theo kg nhũ tương trên mỗi tấn khối xơ khô.

GCC được bổ sung vào khối xơ vào thời điểm -25 giây từ thời gian tháo nước. Việc bổ sung GCC yêu cầu được tiến hành để thu được hàm lượng tro 25 % cho tờ giấy được tạo ra.

Các xeo giấy có khối lượng cơ bản là 80 g/m² được tạo thành bằng cách sử dụng thiết bị xeo Rapid Köthen với nước tuần hoàn theo tiêu chuẩn ISO 5269-2:2012. Các tấm được sấy khô trong các thiết bị sấy chân không trong 6 phút ở nhiệt độ 92°C và ở áp suất 1000mbar. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187. Chỉ số kéo và trị số liên kết Scott đo được cho các xeo giấy điều chế được được nêu trong Bảng 10.

Như có thể thấy từ Bảng 10 là chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1 có thể tạo ra trị số kéo và trị số liên kết Scott cao hơn polyme làm tăng độ bền biến tính anion thông thường APAM-1 và APAM-2. Độ chịu kéo là cần thiết, ví dụ, cho khả năng chạy tốt của màng trong máy sản xuất giấy, cũng như cho sự hoạt động tốt trong quá trình in và sao chép. Trị số liên kết Scott cao có thể yêu cầu với ứng dụng in ốp-xét.

Trị số liên kết Scott cao còn có thể được sử dụng làm dấu hiệu về xu hướng giảm bụi của giấy. Thông thường, các nhà sản xuất giấy mong muốn tối đa hoá hàm lượng tro bằng cách bổ sung thêm chất độn, nhưng sẽ có hạn chế là độ bền bị giảm

và tăng lượng bụi. Trị số liên kết Scott thu được cho thấy rằng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế, như SP1, có thể được sử dụng để làm tăng hàm lượng tro, nghĩa là làm tăng lượng chất độn được bổ sung vào khối xơ.

Bảng 10 Thử nghiệm xeo giấy của ví dụ ứng dụng 2: bổ sung hoá chất và kết quả đo.

Thời gian	- 60s	- 60s	- 40s	- 40s	- 40s	-15s	- 10s	Chỉ số độ chịu kéo (Nm/g)	Liên kết Scott (J/m ²)
	GPAM	Tinh bột	APAM-1	SP1	APAM-2	CPAM	APAM-E		
Thử nghiệm 2-1 (tham khảo)						0,1	0,05	20,2	54
Thử nghiệm 2-2 (tham khảo)	2,5					0,1	0,05	20,0	79
Thử nghiệm 2-3 (tham khảo)	2,5		0,8			0,1	0,05	23,5	111
Thử nghiệm 2-4 (tham khảo)	2,5		1,6			0,1	0,05	22,5	99
Thử nghiệm 2-5	2,5			0,8		0,1	0,05	24,7	128
Thử nghiệm 2-6	2,5			1,6		0,1	0,05	28,1	157
Thử nghiệm 2-7 (tham khảo)	2,5				0,8	0,1	0,05	23,7	118

Thời gian	- 60s	- 60s	- 40s	- 40s	- 40s	-15s	- 10s	Chỉ số độ chịu kéo (Nm/g)	Liên kết Scott (J/m ²)
	GPAM	Tinh bột	APAM- 1	SP1	APAM- 2	CPAM	APAM- E		
Thử nghiệm 2-8 (tham khảo)	2,5				1,6	0,1	0,05	24,5	109
Thử nghiệm 2-9 (tham khảo)		12				0,1	0,05	32,3	230
Thử nghiệm 2-10 (tham khảo)		12	1,6			0,1	0,05	35,3	254
Thử nghiệm 2-11		12		1,6		0,1	0,05	35,9	273
Thử nghiệm 2-12 (tham khảo)		12			1,6	0,1	0,05	33,2	251

Đối với phép đo điện thế zeta, 500 ml khối xơ thử nghiệm được cho vào cốc nung. Hoá chất biến tính anion được pha loãng đến nồng độ 0,05 %. Khối xơ được trộn trong 1 phút bằng thìa trước khi đo điện thế zeta (thử nghiệm 0) hoặc trước khi bổ sung hoá chất biến tính anion. Khi hoá chất biến tính anion được bổ sung, khối xơ được trộn trong 1 phút nữa bằng thìa trước khi đo điện thế zeta. Các hoá chất được sử dụng và lượng của chúng được nêu trong Bảng 11. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô. Kết quả của phép đo điện thế zeta cũng được nêu trong Bảng 11.

Kết quả của phép đo điện thế zeta được thể hiện trong Bảng 11 cho thấy rằng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1 có thể dịch chuyển một cách rất hữu hiệu bề mặt điện tích của xơ theo hướng anion.

Bảng 11 Kết quả của phép đo điện thế zeta trong ví dụ ứng dụng 2.

Hóa chất	Liều lượng	Điện thế zeta (mV)
thử nghiệm 0	-	-30
APAM-1	0,4	-30
APAM-1	0,8	-30
APAM-1	1,6	-31
SP1	0,4	-33
SP1	0,8	-34
SP1	1,6	-35

Ví dụ ứng dụng 3:

Khối xơ thử nghiệm là hỗn hợp gồm bột giấy hóa nhiệt cơ (chemithermo mechanical pulp-CTMP) và giấy phế phẩm. CTMP và giấy phế phẩm được trộn với tỷ lệ khô 60% CTMP/40% giấy phế phẩm. Hỗn hợp bột giấy được pha loãng đến 0,5 %. Một nửa thể tích nước pha loãng là nước trắng và một nửa là nước khử ion với độ dẫn điện 2 mS/cm được điều chỉnh bằng NaCl. Các đặc tính của được sử dụng CTMP, giấy phế phẩm và nước trắng được nêu trong Bảng 4.

Trong quá trình chuẩn bị xeo giấy, các hoá chất được bổ sung vào để điều chế khối xơ thử nghiệm trong bình thoát nước động học trong khi trộn với tốc độ 1000 vòng/phút. Hoá chất làm bền biến tính cation được pha loãng trước khi dùng liều đến nồng độ 0,2 %. Hoá chất anion và hoá chất giữ lại được pha loãng đến nồng độ 0,05 % trước khi dùng liều. Các hoá chất này được bổ sung và thời gian bổ sung của chúng được nêu trong Bảng 12. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô.

Các xeo giấy có khối lượng cơ bản là 100 g/m² được tạo thành bằng cách sử dụng thiết bị xeo Rapid Köthen với nước tuần hoàn theo tiêu chuẩn ISO 5269-2:2012. Độ dẫn điện của nước pha loãng trong máy xeo giấy được điều chỉnh đến 2 mS/cm bằng NaCl. Các tấm giấy ướt được ép riêng biệt bằng cách bổ sung 2 giấy thấm ở mặt trên và 2 giấy thấm ở mặt dưới. Việc ép ướt được tiến hành với máy ép ướt Lorenz&Wettre trong 1 phút bằng việc điều chỉnh áp suất 4 bar. Các tấm được sấy khô trong các thiết bị sấy chân không trong 5 phút ở nhiệt độ 92°C và ở áp suất

1000mbar. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187. Chỉ số lực kéo phương Z và trị số liên kết Scott đo được cho các xeo giấy điều chế được được nêu trong Bảng 12.

Như có thể thấy từ Bảng 12 là việc tăng lượng tinh bột bổ sung cùng với chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP3 tạo ra độ bền lực kéo phương Z và trị số liên kết Scott cao hơn cho giấy được tạo ra. Kết quả thu được với chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy cũng tốt hơn kết quả thu được với hệ làm tăng độ bền hai thành phần thông thường, mà bao gồm tinh bột biến tính cation và CMC được bổ sung riêng biệt. Đặc tính độ bền được cải thiện bằng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy là có lợi, ví dụ, cho lớp giữa của các tông hộp gấp. Hơn thế nữa, trị số liên kết Scott quá thấp dẫn đến các vấn đề về in do bị tách cấu trúc tờ giấy.

Bảng 12 Thử nghiệm xeo giấy của ví dụ ứng dụng 3: bổ sung hoá chất và kết quả đo.

Thời gian	-55s	-50s	-40s	-35s	-30s	-20s	-10s	Kéo phương Z (kPa)	Liên kết Scott (J/m ²)
	Phèn (kg/t)	pDADMAC (kg/t)	Tinh bột-2 (kg/t)	CMC (kg/t)	SP3 (kg/t)	CPAM (kg/t)	Silic oxit (kg/t)		
Thử nghiệm 3-1 (tham khảo)	1	0,2	5	0	0	0,2	0,075	373	159
Thử nghiệm 3-2 (tham khảo)	1	0,2	20	2	0	0,2	0,075	415	181
Thử nghiệm 3-3	1	0,2	20	0	0,3	0,2	0,075	440	192

Ví dụ ứng dụng 4:

Ví dụ này tái tạo việc sản xuất giấy hoặc các tông trên cơ sở xơ tái sinh.

Khối xơ thử nghiệm được tạo ra từ bột giấy xơ tái sinh OCC (OCC = các tông sóng cũ). Bột giấy OCC được pha loãng đến 1,0 %. Một nửa thể tích nước pha loãng là nước trắng và một nửa là nước khử ion với độ dẫn điện 4 mS/cm được điều chỉnh bằng NaCl. Các đặc tính của bột giấy OCC được sử dụng và nước trắng được nêu trong Bảng 4.

Trong quá trình chuẩn bị xeo giấy, các hoá chất được bổ sung vào khối xơ thử nghiệm trong bình thoát nước động học trong khi trộn với tốc độ 1000 vòng/phút. Hoá chất làm bền biến tính cation được pha loãng trước khi dùng liều đến nồng độ 0,2 %. Hoá chất anion và hoá chất giữ lại được pha loãng đến nồng độ 0,05 % trước khi dùng liều. Các hoá chất này được bổ sung và thời gian bổ sung của chúng được nêu trong Bảng 13. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô.

Các xeo giấy có khối lượng cơ bản là 110 g/m² được tạo thành bằng cách sử dụng thiết bị xeo Rapid Köthen với nước tuần hoàn theo tiêu chuẩn ISO 5269-2:2012. Độ dẫn điện của nước pha loãng trong máy xeo giấy được điều chỉnh đến 4 mS/cm bằng 1,76 g/l CaCl₂*2H₂O và bằng NaCl. Hàm lượng tro của các tấm giấy được điều chỉnh đến 8 % bằng cách kiểm soát sự giữ lại bằng cách dùng liều lượng CPAM. Liều lượng yêu cầu trung bình là 0,15 kg/t. Các tấm được sấy khô trong các thiết bị sấy chân không trong 6 phút ở nhiệt độ 92°C và ở áp suất 1000mbar. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187. Trị số của chỉ số SCT và chỉ số bực đo được của xeo giấy điều chế được được nêu trong Bảng 13.

Như có thể thấy từ Bảng 13 là trị số của chỉ số SCT và chỉ số bực có thể được cải thiện bằng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1. Trị số của chỉ số SCT và chỉ số bực được cải thiện là có lợi cho giấy lót, gậy gấp nếp và các tông lõi. Hơn thế nữa, có thể thấy rằng đặc tính độ bền thu được với tổ hợp phụ gia cation và chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP1 là tốt hơn đặc tính độ bền đạt được bằng cách bổ sung mỗi phụ gia cation.

Cần phải lưu ý rằng nhiều bột giấy xơ tái sinh trên cơ sở OCC có thể có nhu cầu cation và điện thế zeta gần tới không và vào cùng thời điểm độ dẫn điện cao. Điều này dẫn đến thách thức lớn với các chất phụ gia làm tăng độ bền khô của giấy ion được sử dụng trong trạng thái ướt, do các chất phụ gia không được giữ chặt và/hoặc gắn vào xơ. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế khắc phục được vấn đề này do cấu trúc duy nhất của nó và do lượng nhóm ion cao.

Bảng 13 Thử nghiệm xeo giấy của ví dụ ứng dụng 4: bổ sung hoá chất và kết quả đo.

Thời gian	-120s	-120s	-120s	-60s	-10s	Chỉ số SCT (Nm/g)	Chỉ số bực (kpa ^{m2} /g)
	Tinh bột-A	SCPAM	GPAM	SP1	CPAM		
Thử nghiệm 4-1 (tham khảo)					0,15	21,4	1,64
Thử nghiệm 4-2 (tham khảo)	1	1			0,15	23,1	1,97
Thử nghiệm 4-3	1	1		1,5	0,15	23,8	1,95
Thử nghiệm 4-4 (tham khảo)			1,5		0,15	21,7	1,76
Thử nghiệm 4-5			1,5	1,5	0,15	22,2	1,96

Ví dụ ứng dụng 5:

Trong ví dụ này, việc sản xuất hộp các tông gấp và giấy đóng gói chất lỏng được tái tạo với các tấm giấy 3 lớp được làm bằng máy xeo giấy động lực Formette được sản xuất bởi Techpap.

Hỗn hợp gồm bột giấy kraft gỗ cây thông được tẩy trắng và bột giấy kraft gỗ cây phong được tẩy trắng được sử dụng làm lớp trên cùng và dưới cùng. Lượng bột giấy kraft gỗ thông là 35 % và bột giấy kraft gỗ cây phong được tẩy trắng là 65 %. Lớp giữa là CTMP được tẩy bằng độ nghiền 440 ml theo độ nghiền theo tiêu chuẩn Canada (Canadian standard Freeness). Bột giấy được phân rã theo ISO 5263:1995. bột giấy kraft được phân rã ở nhiệt độ trong phòng và CTMP ở 85 °C. Bột giấy được pha loãng đến độ đặc 0,5 % bằng nước khử ion. Bột giấy được bổ sung vào máy xeo giấy Formette từng lớp theo thứ tự: lớp trên, lớp giữa, lớp dưới cùng. Việc bổ sung hoá chất được tiến hành với bể trộn của máy Formette theo Bảng 14. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô. Nước được tháo sau khi toàn bộ bột giấy được phun để tạo thành mảng 3 lớp. Trống được vận hành với tốc độ 1400 vòng/phút, thiết bị trộn bột giấy là 400 vòng/phút, bơm bột giấy 1100 vòng/phút/phút, số lượng quét 100 và thời gian xúc là 60 s. Tấm giấy được lấy ra khỏi trống giữa dây và 1 giấy thấm ở mặt bên kia của tấm giấy. Loại bỏ giấy thấm ướt và dây đi. Tấm này được cắt thành kích thước 15 cm * 20 cm và 3 tờ giấy thấm được đặt ở mặt trên và 3 tờ giấy thấm ở mặt dưới của tấm giấy trước khi ép ướt trong máy ép ướt dùng cho phòng thí nghiệm Lorenz & Wettre. Việc ép ướt được tiến hành ở áp suất 5 bar trong 4 phút. Các tấm giấy được làm khô, 1 giấy thấm ở mặt trên và 1 giấy thấm ở mặt sau của tấm giấy trong điều kiện thận trọng trong thiết bị sấy dạng trống bằng gang đúc đun nóng bằng hơi nước bọc ni ở 92°C trong 3 phút. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm giấy được xử lý sơ bộ trong 24 h ở 23 °C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo ISO 187.

Bảng 14 Chương trình thử nghiệm xeo giấy động học cho ví dụ ứng dụng 5.

Thời gian	Trọng lượng lớp trên cùng/dưới cùng: 35 g/m ² /35 g/m ²				Lớp giữa				
	-50s	-40s	-20s	-10s	Trọng lượng (g/m ²)	-60s	-50s	-40s	-10s
	Tinh bột	SP3	CPA M	Silic oxit-2		pDADM AC	Tinh bột	SP3	Silic oxit-2
Thử nghiệm 5-1 (tham khảo)	5		0,1	0,3	264	0,24	5		0,3
Thử nghiệm 5-2	12	10	0,1	0,3	247	0,24	20	10	0,3
Thử nghiệm 5-3	12	10	0,1	0,3	264	0,24	20	20	0,3
Thử nghiệm 5-4	12	10	0,1	0,3	228	0,24	20	10	0,3
Thử nghiệm 5-5	12	10	0,1	0,3	232	0,24	20	20	0,3

Kết quả đo của xeo giấy động học điều chế được được nêu trong Bảng 15. Thông thường, chỉ 5 kg/t tinh bột được sử dụng cho hộp các tông gấp, vì lượng tinh bột cao làm giảm khối lượng và độ cứng uốn. Như có thể thấy từ Bảng 15 là có thể thu được trị số độ chịu kéo và độ cứng uốn cao hơn ở cùng trọng lượng cơ sở bằng cách bổ sung chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP3 và tăng lượng tinh bột, xem thử nghiệm 5-1 và thử nghiệm 5-3.

Ngoài ra, cũng có thể thấy từ Bảng 15 là chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế làm tăng độ cứng uốn. Độ cứng uốn bằng hoặc cao hơn thu được với trọng lượng cơ sở thấp trong các thử nghiệm 5-2, 5-4 và 5-5 hơn là thử nghiệm tham khảo 5-1. Thành tích này làm giảm đáng kể lượng lớp giữa và giá thành sản xuất các tông. Các bao gói nhẹ hơn có thể được sản xuất cho cùng ứng dụng cuối,

mà nó làm giảm chi phí vận chuyển và chất thải trong chu trình sống của sản phẩm bao gói.

Hơn thế nữa, nó có thể quan sát được từ Bảng 15 là trị số lực kéo phương Z và trị số liên kết Scott được cải thiện khi chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế được sử dụng. Lực kéo phương Z và liên kết Scott là các tiêu chí quyết định cho khả năng in ốp xết của các tông. Việc cải thiện các đặc tính này có thể được sử dụng để làm cho lớp giữa thậm chí lớn hơn, do thông thường tỷ trọng khối cao hơn sẽ dẫn đến liên kết Scott thấp hoặc lực kéo phương Z thấp. Tỷ trọng khối tăng lên là có lợi cho độ cứng uốn.

Bảng 15 Kết quả thử nghiệm xeo giấy động học cho ví dụ ứng dụng 5.

	Khối lượng cơ bản (g/m²)	Chỉ số kéo MD (Nm/g)	Chỉ số kéo CD (Nm/g)	Chỉ số độ cứng kéo MD (mNm/kg)	Lực kéo phương Z (kPa)	Liên kết Scott (J/m²)	Độ cứng uốn, tại 15° MD (mNm)
Thử nghiệm 5-1 (tham khảo)	271	23	10	4,3	62	40	25
Thử nghiệm 5-2	254	29	17	5,4	82	82	43
Thử nghiệm 5-3	271	28	15	4,6	97	52	42
Thử nghiệm 5-4	235	34	16	5,6	129	72	34
Thử nghiệm 5-5	239	37	17	5,7	120	75	36

Ví dụ ứng dụng 6:

Ví dụ này tái tạo việc điều chế các tông đa lớp, như các tông hộp gấp hoặc giấy đóng gói chất lỏng. Các tấm giấy thử nghiệm được làm bằng máy xeo giấy động lực Formette được sản xuất bởi Techpap.

Khối xơ thử nghiệm được tạo ra từ 80 % CTMP khô đã tẩy bằng có độ nghiền theo tiêu chuẩn Canada of 580 ml và 20 % giấy phế phẩm cơ sở khô từ việc sản xuất các tông hộp gấp. Bột giấy thử nghiệm được phân rã theo ISO 5263:1995, ở 80 °C. Khối xơ thử nghiệm được pha loãng đến độ đặc 0,6 % bằng nước khử ion, độ pH được điều chỉnh đến 7, và muối NaCl được bổ sung để thu được độ dẫn điện 1,5 mS/cm.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP4 được tạo ra bằng cách trộn 50 % trọng lượng Tinh bột-A và 50 % trọng lượng AC11HM. Về các đặc tính, xem Bảng 1. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SPC tham khảo với cation điện tích tổng được tạo ra bằng cách trộn 50 % trọng lượng Tinh bột-A và 50 % trọng lượng SCPAM, và nó có độ nhớt là 4500 mPas, pH=4,0, điện tích 0,78 mili đương lượng/g ở pH=7, điện tích 0,28 mili đương lượng/g ở pH=2,8, và hàm lượng chất rắn khô 14 % trọng lượng.

Trong thử nghiệm chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy, SP4 hoặc SPC được bổ sung sau khi chất làm tăng độ bền cation, là tinh bột biến tính cation (Tinh bột-1). Polyme giữ lại được sử dụng là CPAM-2.

Hỗn hợp bột giấy được bổ sung vào Formette. Việc bổ sung hoá chất được tiến hành với bể trộn của máy Formette theo Bảng 16. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô. Nước được tháo sau khi toàn bộ bột giấy được phun. Trống được vận hành với tốc độ 1400 vòng/phút, thiết bị trộn bột giấy là 400 vòng/phút, bơm bột giấy 1100 vòng/phút/phút, số lượng quét 100 và thời gian xúc là 60 s. Tấm giấy được lấy ra khỏi trống giữa dây và 1 giấy thấm ở mặt bên kia của tấm giấy. Loại bỏ giấy thấm ướt và dây đi. Các tấm giấy được ép ướt bằng máy ép kẹp Techpap với áp suất 5 bar với 2 lần đi qua có giấy thấm mới trên mỗi mặt của tấm giấy trước mỗi lần đi qua. Các tấm giấy được cắt thành kích thước 15 cm * 20 cm. Các tấm giấy được sấy trong điều kiện thận trọng trong thiết bị sấy thận trọng STFI. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được

điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187.

Bảng 16 Chương trình thử nghiệm xeo giấy động học cho ví dụ ứng dụng 6.

Thời gian	-60s	-30s	-30s	-15s
thử nghiệm	Tinh bột-1 (kg/t)	SP4 (kg/t)	SPC (kg/t)	CPAM-2 (kg/t)
Thử nghiệm 6-1 (tham khảo)				0,15
Thử nghiệm 6-2 (tham khảo)	15			0,15
Thử nghiệm 6-3	15	1,2		0,15
Thử nghiệm 6-4	15	2,4		0,15
Thử nghiệm 6-5 (tham khảo)	15		1,2	0,15
Thử nghiệm 6-6 (tham khảo)	15		2,4	0,15

Lực kéo phương Z và mô đun đàn hồi theo hướng máy (machine direction-MD) và theo chiều ngang (cross direction-CD) được phân tích bằng thử nghiệm độ chịu kéo được đo theo các phương pháp trong Bảng 6.

Bảng 17 thể hiện kết quả đo. Việc bổ sung tinh bột biến tính cation chỉ làm giảm chất rắn ép, trong khi việc bổ sung chế phẩm làm tăng độ bền anion khô SP4 cải thiện chất rắn ép. Lực kéo phương Z và mô đun đàn hồi là các đặc tính độ bền quan trọng trong việc sản xuất các tông hộp gấp và giấy đóng gói chất lỏng. Các thử nghiệm 6-3 và 6-4 với chế phẩm làm tăng độ bền SP4 thể hiện trị số lực kéo phương Z cao hơn và mô đun đàn hồi cao hơn thử nghiệm 6-5 và 6-6 trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô biến tính cation của giấy SPC được sử dụng.

Bảng 17 Kết quả đo chất rắn sau khi ép ướt, lực kéo phương Z (ZDT) và mô đun đàn hồi (E-mod) của ví dụ ứng dụng 6.

	Chất rắn ép (%)	ZDT (kPa)	E-mod CD (GPa)	E-mod MD (GPa)
Thử nghiệm 6-1 (tham khảo)	37	101	0,19	214
Thử nghiệm 6-2 (tham khảo)	35	225	0,23	2,39
Thử nghiệm 6-3	40	240	0,23	2,38
Thử nghiệm 6-4	38	260	0,24	2,44
Thử nghiệm 6-5 (tham khảo)		239	0,22	2,37
Thử nghiệm 6-6 (tham khảo)		233	0,22	2,34

Ví dụ ứng dụng 7:

Ví dụ này tái tạo việc điều chế các tông đa lớp chứa xơ tái sinh.

Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP4 là giống như trong Ví dụ 6 và chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP5 được tạo ra bằng cách trộn 69 % trọng lượng Tinh bột-A và 31 % trọng lượng AC11HM. Về các đặc tính, xem Bảng 1. Chế phẩm làm tăng độ bền khô biến tính cation của giấy SPC là giống như trong Ví dụ 6.

Bột giấy thử nghiệm là khối xơ dày từ máy sản xuất các tông bao gồm 70 % DIP được làm từ báo cũ và 30 % BCTMP bột giấy thùng hàng xơ được đánh nhão trong máy xay bột giấy. Bột giấy được pha loãng với dịch lọc trong suốt của máy nghiền các tông đến độ đặc 1 %. Độ dẫn điện của bột giấy thử nghiệm pha loãng là 2,2 mS/cm.

Trong quá trình chuẩn bị xeo giấy, các hoá chất được bổ sung vào để điều chế khối xơ thử nghiệm trong bình thoát nước động học trong khi trộn với tốc độ 1000 vòng/phút. Hoá chất làm bền biến tính cation được pha loãng trước khi dùng liều đến nồng độ 0,2 %. Hoá chất anion và hoá chất giữ lại được pha loãng đến nồng độ 0,05 % trước khi dùng liều. Các hoá chất này được bổ sung và thời gian bổ sung của chúng được nêu trong Bảng 18. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô. Liều lượng polyme giữ lại được điều chỉnh để giữ sự giữ lại và trọng lượng cơ sở không đổi trong xeo giấy.

Các xeo giấy có khối lượng cơ bản là 100 g/m² được tạo thành bằng cách sử dụng thiết bị xeo Rapid Köthen theo tiêu chuẩn ISO 5269-2:2012. Độ dẫn điện của nước pha loãng trong máy xeo giấy được điều chỉnh đến 2,2 mS/cm bằng NaCl. Các tấm giấy ướt được ép riêng biệt bằng cách bổ sung 2 giấy thấm ở mặt trên và 2 giấy thấm ở mặt dưới. Việc ép ướt được tiến hành với máy ép ướt Lorenz&Wettre trong 1 phút bằng việc điều chỉnh áp suất 4 bar. Các tấm được sấy khô trong các thiết bị sấy chân không trong 5 phút ở nhiệt độ 92°C và ở áp suất 1000mbar. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187. Sự thay đổi chỉ số kéo, chỉ số

bực và lực kéo phương Z đo được được nêu trong Bảng 18. Sự thay đổi được đưa ra dưới dạng độ tăng trị số phần trăm, được tính toán giữa mỗi điểm thử nghiệm riêng rẽ và thử nghiệm 0 (thử nghiệm 7-1). Toàn bộ các điểm thử nghiệm đều chứa 6 % tro trong tấm giấy.

Có thể thấy từ Bảng 18 là chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy biến tính anion SP4 cải thiện lực kéo, độ bực và lực kéo phương Z khi được sử dụng cùng với chế phẩm làm tăng độ bền khô biến tính cation của giấy SPC. Chế phẩm làm tăng độ bền SP5 với tỷ lệ anion thấp, các thử nghiệm 7-5 & 7-6, cải thiện được đặc tính độ bền hơn thử nghiệm 0 7-1 mà không bổ sung bất kỳ chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy nào. Sự cải thiện độ bền bực đạt được với SP4 và SP5, hơn kết quả thu được với chế phẩm làm tăng độ bền khô biến tính cation của giấy SPC trong thử nghiệm 7-2. Các thử nghiệm 7-3 và 7-4 cho thấy rằng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo sáng chế tạo ra cải thiện các đặc tính kéo, đặc biệt khi nó được sử dụng cùng với chất làm tăng độ bền cation.

Bảng 18 Thử nghiệm xeo giấy của ví dụ ứng dụng 7: bổ sung hoá chất và kết quả đo.

Thời gian	-60s	-30s	-30s	-10s	Chỉ số độ chịu kéo (%)	Chỉ số bực (%)	Kéo phương Z (%)
	SPC	SP4	SP5	CPAM-2			
Thử nghiệm 7-1 (tham khảo)				0,2	0	0	0
Thử nghiệm 7-2 (tham khảo)	3			0,1	7	10	18
Thử nghiệm 7-3	3	1		0,1	9	11	20
Thử nghiệm 7-4	3	2		0,1	21	12	19
Thử nghiệm 7-5			2	0,1	2	7	10
Thử nghiệm 7-6			3,5	0,1	2	10	13

Ví dụ ứng dụng 8:

Ví dụ này tái tạo việc điều chế các tông đa lớp như các tông hộp gấp hoặc giấy đóng gói chất lỏng bằng máy xeo giấy động lực Formette được sản xuất bởi Techpap. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP4 và SP6 được sử dụng.

Khối xơ thử nghiệm được tạo ra từ 80 % CTMP khô đã tẩy bằng có độ nghiền theo tiêu chuẩn Canada of 580 ml và giấy phế phẩm cơ sở khô từ việc sản xuất các tông hộp gấp. CTMP và giấy phế phẩm được trộn với tỷ lệ khô 80% CTMP/20% giấy phế phẩm. Bột giấy được phân rã theo ISO 5263:1995, ở 80 °C. Hỗn hợp bột giấy được pha loãng đến độ đặc 0,6 % bằng nước khử ion, độ pH được điều chỉnh đến 7, và NaCl được bổ sung để thu được độ dẫn điện 1,5 mS/cm.

Hỗn hợp bột giấy được bổ sung vào Formette và các tấm giấy được điều chế, ép và cắt theo cách tương tự như trong Ví dụ ứng dụng 6. Việc bổ sung hoá chất được tiến hành với bể trộn của máy Formette theo Bảng 19. Polyme giữ lại được sử dụng là CPAM-2. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô. Các tấm giấy được sấy khô trong điều kiện thận trọng trong thiết bị sấy keieur trống ở 92 °C, lần đi qua đầu tiên có giấy thấm và lần đi qua thứ hai không có giấy thấm. Thời gian sấy khô là 1 phút/lần đi qua. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187.

Lực kéo phương Z và độ chịu kéo (MD) được đo theo các phương pháp trong Bảng 6.

Bảng 19 Thử nghiệm xeo giấy của ví dụ ứng dụng 8: bổ sung hoá chất và kết quả đo.

Thời gian	-60s	-30s	-30s	-10s	Chất rắn ép (%)	Lực kéo phương Z (kPa)	Chỉ số kéo MD (Nm/g)
	Tinh bột-1	SP4	SP6	CPAM- 2			
Thử nghiệm 8- 1				0,05	37	104	28
Thử nghiệm 8- 2	15			0,05	40	175	35
Thử nghiệm 8- 3	15	1,2		0,05	43	223	38
Thử nghiệm 8- 4	15	2,4		0,05	43	203	40
Thử nghiệm 8- 5	15		1,2	0,05	38	183	38
Thử nghiệm 8- 6	15		2,4	0,05	38	186	38

Các kết quả của ví dụ ứng dụng 8 cũng được thể hiện trong Bảng 19. Kết quả thu được cho thấy rằng phân tử lượng của thành phần polyme tổng hợp biến tính anion có tác động đến tính năng của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy. Khi thành phần polyme này có phân tử lượng cao hơn (thử nghiệm 8-3, 8-4) quan sát thấy sự cải thiện về chất rắn ép, lực kéo phương Z và độ chịu kéo. Tác dụng thu được lớn hơn trong các thử nghiệm 8-5 & 8-6, trong đó thành phần polyme tổng hợp có phân tử lượng thấp, khoảng 500 000 g/mol. Đặc tính này chỉ ra rằng phân tử lượng của thành phần polyme tổng hợp biến tính anion có thể tác động đến sự phân bố điện tích trên bề mặt của phức được tạo thành với thành phần tinh bột biến tính cation.

Ví dụ ứng dụng 9:

Ví dụ này tái tạo việc điều chế các tông đa lớp như các tông hộp gấp hoặc giấy đóng gói chất lỏng bằng máy xeo giấy động lực Formette được sản xuất bởi Techpap.

Trong Ví dụ ứng dụng 9, chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP4 được sử dụng với chất làm tăng độ bền biến tính cation rượu trong polyvinyllic c-PVOH.

Khối xơ thử nghiệm được tạo ra từ 80 % CTMP khô đã tẩy bằng có độ nghiền theo tiêu chuẩn Canada of 580 ml và giấy phế phẩm cơ sở khô của các tông hộp gấp. CTMP và giấy phế phẩm được trộn với tỷ lệ khô 80% CTMP/20% giấy phế phẩm. Bột giấy được phân rã theo ISO 5263:1995, ở 80 °C. Hỗn hợp bột giấy được pha loãng đến độ đặc 0,6 % bằng nước khử ion, độ pH được điều chỉnh đến 7, và NaCl được bổ sung để thu được độ dẫn điện 1,5 mS/cm.

Hỗn hợp bột giấy được bổ sung vào Formette và các tấm giấy được điều chế, ép và cắt theo cách tương tự như trong Ví dụ ứng dụng 6, ngoại trừ trống được vận hành với tốc độ 800 vòng/phút. Việc bổ sung hoá chất được tiến hành với bể trộn của máy Formette theo Bảng 20. Polyme giữ lại được sử dụng là CPAM-2. Toàn bộ các lượng hoá chất được nêu theo kg hoá chất khô trên mỗi tấn khối xơ khô. Các tấm giấy được sấy khô trong điều kiện thận trọng trong thiết bị sấy keieur trống ở 92 °C, lần đi qua đầu tiên có giấy thấm và lần đi qua thứ hai không có giấy thấm. Thời gian sấy khô là 1 phút/lần đi qua. Trước khi thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, các tấm được điều hòa sơ bộ trong 24h ở 23°C trong độ ẩm tương đối 50 %, theo tiêu chuẩn ISO 187.

Bảng 20 Chương trình thử nghiệm xeo giấy động học cho ví dụ ứng dụng 9.

Thời gian	-60s	-30s	-20s	-10s	Lực kéo phương Z (kPa)	Chỉ số kéo MD (Nm/g)
	c- PVOH	SP4	c-PVOH	CPAM- 2		
Thử nghiệm 9-1				0,05	97	17
Thử nghiệm 9-2	0,5			0,05	140	24
Thử nghiệm 9-3	0,5	2,4		0,05	154	27
Thử nghiệm 9-4		2,4	0,5	0,05	145	29

Kết quả trong Bảng 20 cho thấy bất ngờ là với thứ tự bổ sung bất kỳ chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP4 và chất làm tăng độ bền cation trong c-PVOH, đặc tính độ bền của tấm thành phẩm được cải thiện. Việc bổ sung chất làm tăng độ bền cation c-PVOH đầu tiên cải thiện lực kéo phương Z trị số, trong khi việc bổ sung chế phẩm làm tăng độ bền khô biến tính anion của giấy SP4 đầu tiên cải thiện chỉ số kéo. Điều này đem lại khả năng có giá trị trong việc sản xuất các loại giấy và các tông khác nhau, do yêu cầu độ bền thay đổi giữa một số loại. Đôi khi, đặc tính độ bền tốt được mong muốn theo hướng MD và đôi khi theo hướng Z. Chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy SP4 theo sáng chế còn tạo ra tác dụng bất ngờ là tính năng độ bền vẫn tốt thậm chí với liều lượng thấp của chất làm tăng độ bền cation trong c-PVOH. Thông thường, chất làm tăng độ bền biến tính cation được dùng với liều tương đối lớn, trên 1 kg/t.

Thậm chí nếu sáng chế được mô tả với tham chiếu tới phần hiện tại được xem là thực tiễn nhất và tới các phương án được ưu tiên, thì sáng chế vẫn được hiểu là không bị hạn chế bởi các phương án thực hiện mô tả ở trên, mà sáng chế dự định bao hàm các biến thể và các giải pháp kỹ thuật tương đương khác nhau nằm trong phạm vi bảo hộ của các yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chứa nước làm tăng độ bền khô của giấy thích hợp để dùng trong việc sản xuất giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự, trong đó chế phẩm này chứa hỗn hợp bao gồm:

- thành phần polyme tổng hợp, là copolyme của acrylamit và ít nhất một monome anion, thành phần polyme này có tỷ lệ anion nằm trong khoảng từ 1% đến 60% mol, và

- thành phần tinh bột biến tính cation,

thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation tạo ra chế phẩm với mật độ điện tích nằm trong khoảng từ:

- 0,05 đến 1 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=2,8, và
- -0,2 đến -3 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=7,0.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần tinh bột biến tính cation có hàm lượng amylopectin > 80 %.

3. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần polyme tổng hợp và thành phần tinh bột biến tính cation tạo ra mật độ điện tích nằm trong khoảng từ:

- 0,1 đến 0,5 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=2,8, và
- -0,4 đến -2,0 mili đương lượng/g, khi được đo ở pH=7,0.

4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có điện tích tổng anion ở pH=5,5.

5. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy chứa thành phần polyme tổng hợp với lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 90% trọng lượng, và thành phần tinh bột biến tính cation với lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 90% trọng lượng.

6. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần tinh bột biến tính cation có mức độ thay thế nằm trong khoảng từ 0,025 đến 0,3.

7. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần tinh bột biến tính cation là tinh bột không thoái biến.
8. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần polyme tổng hợp được điều chế bằng cách polyme hoá acrylamit và ít nhất một monome anion, được chọn từ axit mono- hoặc dicarboxylic không bão hoà.
9. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần polyme tổng hợp có tỷ lệ anion nằm trong khoảng từ 3% đến 40% mol.
10. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần polyme tổng hợp có phân tử lượng trung bình MW nằm trong khoảng từ 300 000 đến 1 000 000 g/mol.
11. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy không chứa polyme tổng hợp cation.
12. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có độ nhớt Brookfield < 10 000 mPas, với hàm lượng chất rắn là 14% trọng lượng và ở pH=3,0.
13. Phương pháp sản xuất giấy, các tông hoặc các sản phẩm tương tự, bao gồm các bước:
- chuẩn bị khối xơ có trị số pH,
 - bổ sung chất làm tăng độ bền cation vào khối xơ, và
 - pha loãng chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy theo điểm 1 với nước để thu được dung dịch chứa chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có độ pH cuối cùng > 3, và
 - bổ sung dung dịch chứa chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy vào khối xơ trước hoặc sau khi bổ sung chất làm tăng độ bền cation.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó khối xơ bao gồm xơ tái sinh và/hoặc bột giấy hoá học, và/hoặc khối xơ có độ dẫn điện ít nhất là 2 mS/cm.
15. Phương pháp theo điểm 13, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 4,0 kg/tấn khối xơ khô.
16. Phương pháp theo điểm 13, trong đó chất làm tăng độ bền cation và chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được bổ sung với lượng sao cho số điện tích anion dư trong chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy, ở pH=7, nằm trong khoảng từ 20% đến 200%, so với tổng số điện tích cation của chất làm tăng độ bền cation.
17. Phương pháp theo điểm 13, trong đó chất làm tăng độ bền cation được chọn từ nhóm gồm tinh bột biến tính cation, polyamidoamin-epiclohydrin, polyme biến tính cation của acrylamit, và polyvinylamin.
18. Phương pháp theo điểm 13, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy được điều chế tại chỗ.
19. Phương pháp theo điểm 13, trong đó chất làm tăng độ bền cation là tinh bột biến tính cation, mà có nguồn gốc thực vật giống với thành phần tinh bột biến tính cation của chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy.
20. Phương pháp theo điểm 13, khác biệt ở chỗ, bổ sung chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy sau chất làm tăng độ bền cation.
21. Phương pháp theo điểm 13, trong đó khối xơ có trị số pH ít nhất là 4,5, trong đó chế phẩm làm tăng độ bền khô của giấy có điện tích tổng anion ở độ pH của khối xơ.