



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0031948

(51)⁸ D21H 27/30; D21H 17/44; D21H 17/68; (13) B
D21H 21/16; D21H 17/42; D21H 17/63

(21) 1-2018-04507

(22) 19/05/2017

(86) PCT/EP2017/062072 19/05/2017

(87) WO2017/198804 23/11/2017

(30) 16170565.2 20/05/2016 EP

(45) 25/05/2022 410

(43) 25/02/2019 371A

(73) KEMIRA OYJ (FI)

Energiakatu 4, 00180 Helsinki, Finland

(72) BISBAL, Josep Lluís (ES); SANTOS, Daniel Nuno da Rita (PT); HIETANIEMI, Matti (FI).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP VÀ HỆ XỬ LÝ ĐỀ SẢN XUẤT GIẤY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp và hệ xử lý để sản xuất giấy hoặc lớp bề mặt của bìa nhiều lớp từ huyền phù sợi, trong đó ít nhất 90% khối lượng của sợi xuất phát từ quy trình nghiền bột giấy hóa học, quy trình nghiền bột giấy hóa - nhiệt cơ học và/hoặc quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng. Huyền phù sợi còn bao gồm các hạt khoáng vô cơ và tinh bột cation. Copolyme cation của acrylamit và các monome cation được kết hợp vào huyền phù sợi và cho phép nó tương tác bằng cách tạo keo tụ với ít nhất một số thành phần nêu trên của huyền phù sợi. Copolyme anion của acrylamit và hơn 30% mol của các monome anion được bổ sung vào huyền phù sợi, và huyền phù sợi được tạo thành màng sợi và sấy khô màng sợi tới trạng thái khô ít nhất 80%. Thành phần bề mặt dạng nước bao gồm chất kết dính polyme được phủ lên bề mặt của màng sợi.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp và hệ xử lý để sản xuất giấy như được nêu trong phần mở đầu của các điểm yêu cầu bảo hộ độc lập trong bản mô tả.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Quá trình sản xuất giấy, cũng như các đặc tính của giấy tạo ra có thể được cải thiện bằng cách bổ sung các hóa chất khác nhau vào huyền phù sợi trước khi tạo ra băng giấy và/hoặc bằng cách bổ sung các thành phần bề mặt lên màng sợi được tạo ra. Ví dụ, các hóa chất khác nhau mà được bổ sung vào huyền phù sợi trước khi tạo ra băng giấy, được sử dụng để hỗ trợ lưu giữ các hạt độn trên băng giấy, cũng như để cải thiện sự thoát nước ra khỏi băng giấy. Tuy nhiên, quan sát thấy rằng, mặc dù bổ sung hóa chất, sự phân bố chất độn ở băng giấy tạo ra có thể không đồng đều, ngay cả khi sự lưu giữ chất độn đạt được có thể là thích hợp. Sự phân bố chất độn không đồng đều có thể dẫn đến các vấn đề về xử lý bề mặt sau đó hoặc làm giảm chất lượng quang học và/hoặc chất lượng trực quan của giấy tạo ra và/hoặc các đặc tính in của nó. Ngoài ra, sự phân bố chất độn không đồng đều có thể làm giảm độ bền chắc theo chiều z, tức là liên kết Scott, của giấy tạo ra.

Vì các chất độn khoáng vô cơ thường là nguyên liệu thô rẻ hơn sợi, nên người ta quan tâm đến việc gia tăng lượng chất độn vô cơ trong huyền phù sợi để sản xuất giấy hoặc bìa. Một trong những thách thức khi gia tăng hàm lượng chất độn ở giấy đó là việc tránh sự tạo bụi của các hạt độn vô cơ từ giấy sấy khô. Ngoài ra, khó có thể đạt được sự phân bố chất độn đồng đều và do đó, độ bền sấy khô, như độ bền kéo và liên kết Scott, là cao khi hàm lượng chất độn trong giấy tăng lên.

Các đặc tính của giấy cũng có thể bị ảnh hưởng bởi việc phủ thành phần bề mặt, như kích thước bề mặt hoặc thành phần phủ, lên bề mặt của băng giấy sau khi sấy khô băng giấy. Thành phần phủ bề mặt làm thay đổi các đặc tính của giấy, như độ xốp hoặc độ bền bề mặt của nó. Tuy nhiên, đôi khi, các lượng lớn thành phần bề mặt có thể cần thiết nhằm để thu được sự thay đổi mong muốn về một hoặc nhiều đặc tính. Điều này có thể gây ra vấn đề về xử lý và không khả thi về mặt kinh tế.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

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

Mục đích của sáng chế là đề cập đến phương pháp và hệ xử lý mà nhờ đó, sự phân bố đồng đều của chất độn trong băng giấy được cải thiện.

Mục đích khác của sáng chế là đề cập đến phương pháp và hệ xử lý mà tăng cường tác dụng có thể thu được bằng thành phần bề mặt.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề cập đến phương pháp và hệ xử lý mà tạo ra giấy mịn chất lượng cao, đặc biệt là với hàm lượng chất độn cao.

Mục đích khác của sáng chế là đề cập đến phương pháp và hệ xử lý mà giảm thiểu sự tạo bụi của băng giấy thành phẩm.

Các mục đích này đạt được bởi sáng chế có các đặc trưng 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 bộc lộ trong các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc. Tất cả các phương án và lợi thế đã mô tả áp dụng cho cả hệ xử lý và phương pháp theo sáng chế này, khi có thể áp dụng được, ngay cả khi không được thông báo một cách rõ ràng như vậy.

Phương pháp điển hình để sản xuất giấy hoặc lớp bề mặt của bìa nhiều lớp từ huyền phù sợi, trong đó ít nhất 90% khối lượng của sợi xuất phát từ quy trình nghiền bột giấy hóa học, quy trình nghiền bột giấy hóa - nhiệt cơ học và/hoặc quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng, huyền phù sợi còn bao gồm các hạt khoáng vô cơ và tinh bột cation, phương pháp này bao gồm các bước:

- kết hợp copolyme cation, tạo ra từ acrylamit và các monome cation vào huyền phù sợi, và cho phép nó tương tác bằng cách tạo keo tụ với ít nhất một số thành phần nêu trên của huyền phù sợi,

- bổ sung copolyme anion mà tạo ra từ acrylamit và hơn 30% mol của các monome anion vào huyền phù sợi,

- tạo huyền phù sợi thành màng sợi và sấy khô màng sợi tới trạng thái khô ít nhất 80%, và

- phủ thành phần bề mặt dạng nước bao gồm chất kết dính polyme lên bề mặt của màng sợi.

Hệ xử lý điển hình để tạo ra giấy hoặc lớp bề mặt của bì nhiều lớp từ huyền phù sợi, trong đó ít nhất 90% khối lượng của sợi xuất phát từ quy trình nghiền bột giấy cơ học, hóa - nhiệt cơ học và/hoặc quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng, trong đó hệ này bao gồm:

- thành phần huyền phù, thành phần này được kết hợp vào trong huyền phù sợi và thành phần này bao gồm ít nhất các thành phần sau

- (a) tinh bột cation, thành phần này được kết hợp vào trong huyền phù sợi,
 - (b) copolyme cation của acrylamit và các monome cation,
 - (c) copolyme anion của acrylamit và hơn 30% mol của các monome anion;
- và

- thành phần bề mặt, thành phần này được phủ lên bề mặt của giấy và thành phần này bao gồm thành phần bề mặt dạng nước chứa chất kết dính polyme.

Hiện tại, thật bất ngờ đã phát hiện ra rằng, bằng việc sử dụng hệ xử lý theo sáng chế này, có thể tạo ra giấy mịn chất lượng cao, nhất là với hàm lượng chất độn cao. Đã quan sát thấy rằng, các hạt độn được phân bố đồng đều hơn theo tiết diện ngang của băng giấy, điều này cải thiện các đặc tính quang học của giấy thành phẩm. Ngoài ra, cũng đã nhận thấy sự liên kết tăng cao của các hạt độn với giấy nền, do đó các hạt độn nằm ở vùng phụ cận của bề mặt giấy không tạo bụi. Theo cách này, sự hình thành các rãnh hoặc các vùng không bằng phẳng trên bề mặt giấy có thể tránh được hoặc được giảm thiểu. Sự không có các rãnh dẫn đến lượng tiêu thụ thấp hơn và sự trải rộng đều của thành phần bề mặt. Điều này có nghĩa rằng, đặc tính của thành phần bề mặt được cải thiện một cách rõ ràng, sao cho cùng một lượng phủ của thành phần bề mặt tạo ra được các đặc tính độ bền được cải thiện hoặc lượng phủ thành phần bề mặt thấp hơn tạo ra được các đặc tính độ bền tiêu chuẩn. Ngoài ra, sự tạo bụi ít là có lợi trong quá trình in và sao chép, vì nó làm giảm các vấn đề và hư hỏng về trang bị trong quá trình in /sao chép và tạo ra chất lượng in tốt hơn.

Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, giả định rằng, copolyme anion của acrylamit mà nó có tính anion cao, tạo ra sự tương tác được cải thiện với các thành phần cation có mặt trong huyền phù sợi. Tinh bột cation trong huyền phù sợi được liên kết với các sợi và/hoặc làm ổn định sự nhũ hóa kích thước bên trong tối ưu. Copolyme cation của acrylamit dẫn đến sự hình thành khối chất độn keo tụ đồng nhất với các kích thước nhỏ. Các khối keo tụ tạo ra là tương đối nhỏ, các khối này cải thiện khả năng liên kết của chúng với các sợi có mặt trong huyền phù. Giả định rằng, sự liên kết được cải thiện của các khối chất độn keo tụ với các sợi cũng cải thiện sự phân bố đồng đều của chất độn cũng như làm giảm sự tạo bụi của giấy thành phẩm. Các khối keo tụ có thể có kích thước keo tụ trung bình khi thoát nước nhỏ hơn $60\mu\text{m}$, tốt hơn nhỏ hơn $40\mu\text{m}$, được đo bằng phép đo hệ số phản xạ chùm tia tập trung. Đã được quan sát thấy rằng, sự keo tụ của duy nhất các hạt độn với nhau hoặc với các hạt mịn không nhất thiết đủ để đạt được sự phân bố chất độn đồng đều và sự liên kết đầy đủ để ngăn chặn sự tạo bụi của chất độn. Hiện đã phát hiện ra rằng, các khối chất độn keo tụ có thể được kết tủa keo tụ thêm và/hoặc được liên kết với các sợi. Do đó, sáng chế đề cập đến thành phần huyền phù, cho phép sự tương tác tốt giữa copolyme anion của acrylamit và các cấu tử cation, tức là tinh bột cation và copolyme cation của acrylamit. Sự tương tác có thể được tăng cường bằng cách tối ưu hóa lượng các nhóm anion, tức là các monome anion, trong copolyme anion của acrylamit. Nói chung, sáng chế đề cập đến chất độn, tinh bột và/hoặc sự lưu giữ chất hồ bên trong, sự hình thành các khối keo tụ đồng nhất, cũng như sự phân bố đồng đều của các khối keo tụ lưu giữ và chất độn được cải thiện. Sự keo tụ có kiểm soát và sự liên kết hiệu quả với các sợi cũng có tác dụng tích cực lên độ bền và độ xốp của giấy tạo ra, và do đó, dẫn đến sự giảm tạo bụi có thể đạt được bởi thành phần bề mặt.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1a là ảnh chụp SEM của tiết diện ngang tờ giấy được chụp từ các mẫu giấy thử nghiệm nhúng trong nhựa được tạo ra bằng máy xeo lưới đôi theo công thức hồ bề mặt của thử nghiệm số 2-3 sử dụng polyacrylamit liên kết ngang anion APAM-CR2.

Fig.1b là ảnh chụp SEM của tiết diện ngang tờ giấy được chụp từ các mẫu giấy thử nghiệm nhúng trong nhựa được tạo ra bằng máy xeo lưới đôi theo công thức hồ bề mặt của thử nghiệm số 2-3 sử dụng polyacrylamit liên kết ngang anion APAM-CR0.

Mô tả chi tiết sáng chế

Huyền phù sợi mà giấy được sản xuất từ huyền phù sợi này có thể bao gồm các sợi lignoxenluloza mà ít nhất 90% khối lượng, tốt hơn ít nhất 95% khối lượng của nó xuất phát từ quy trình nghiền bột giấy hóa học và/hoặc quy trình nghiền bột giấy hóa - nhiệt cơ học (chemi-thermo mechanical pulping - CTMP) và/hoặc quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng, được tính toán từ tổng lượng của nguyên liệu sợi trong huyền phù sợi. Tốt hơn là sợi từ quy trình nghiền bột giấy hóa học hoặc CTMP, vì lượng hạt mịn và/hoặc chất tro anion trong huyền phù có thể được giảm thiểu.

Huyền phù sợi còn bao gồm các hạt khoáng vô cơ. Lượng các hạt khoáng vô cơ trong huyền phù sợi là lượng sao cho, nó tạo ra hàm lượng tro ít nhất 8% khối lượng, tốt hơn ít nhất 15% khối lượng, tốt hơn nữa ít nhất 22% khối lượng. Tiêu chuẩn ISO 1762, nhiệt độ 525°C, được sử dụng cho các phép đo thành phần tro. Các hạt khoáng vô cơ có thể được lựa chọn từ canxi cacbonat nghiền, canxi cacbonat kết tủa, bột talc, đất sét, titan dioxit hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, tốt hơn là canxi cacbonat kết tủa, bột talc, đất sét hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, tốt hơn nữa là canxi cacbonat kết tủa. Theo một phương án ưu tiên, các hạt khoáng bao gồm canxi cacbonat, tốt hơn là canxi cacbonat kết tủa. Tốt hơn là ít nhất một phần các hạt vô cơ trong huyền phù sợi có điện tích bề mặt cation, điện tích này làm tăng cường sự tương tác của chúng với polyacrylamit anion có điện tích anion tương đối cao.

Canxi cacbonat kết tủa tốt hơn dành cho giấy dễ in và/hoặc viết vì độ mờ, tán xạ ánh sáng, độ sáng và các đặc tính in thích hợp của nó. Tuy nhiên, đã biết rằng, chất độn canxi cacbonat kết tủa có thể làm giảm các đặc tính độ bền của giấy và khiến cho sự phân định kích cỡ bên trong và/hoặc bề mặt thách thức hơn. Những nhược điểm này hiện có thể được giảm thiểu một cách hiệu quả bằng hệ xử lý theo sáng chế này.

Ít nhất một phần hoặc toàn bộ các hạt khoáng vô cơ có thể được bổ sung vào huyền phù sợi làm các hạt độn. Điều này có nghĩa rằng, huyền phù sợi không chứa các hạt độn khoáng trước khi bổ sung chúng. Theo cách khác, toàn bộ hoặc ngoài ra, ít nhất

một phần của các hạt khoáng vô cơ có thể xuất phát từ giấy phế phẩm, giấy phế phẩm này được nghiền lại để thu được huyền phù sợi hoặc các hạt có thể xuất phát từ quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng. Trong trường hợp này, các hạt độn không được bổ sung một cách riêng biệt vào huyền phù sợi mà vốn dĩ đã có mặt từ việc nghiền bột giấy phế phẩm. Theo một phương án ưu tiên, một phần của các hạt độn khoáng được bổ sung vào huyền phù sợi và một phần, tốt hơn là phần ít hơn, xuất phát từ giấy phế phẩm nghiền lại và/hoặc quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng.

Các cấu tử riêng biệt của thành phần huyền phù, tức là tinh bột cation, copolyme cation của acrylamit, copolyme anion của acrylamit, mà được mô tả tỉ mỉ hơn trong phần sau đây, tốt hơn có thể được bổ sung hoặc kết hợp vào trong huyền phù sợi một cách tách biệt và riêng biệt với nhau và tốt hơn tại các vị trí xử lý khác nhau. Theo cách khác, các cấu tử cation của thành phần huyền phù, tức là tinh bột cation và copolyme cation của acrylamit, có thể được bổ sung một cách riêng biệt nhưng đồng thời tại cùng vị trí xử lý hoặc ở dạng hỗn hợp. Các cấu tử cation được bổ sung một cách riêng biệt với cấu tử anion, tức là copolyme anion của acrylamit.

Nói chung, tinh bột cation có thể được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 20 kg/tấn (kg/ton), tốt hơn từ 3 đến 13 kg/tấn, tốt hơn nữa từ 5 đến 10 kg/tấn, và/hoặc copolyme cation của acrylamit có thể được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 1000 g/tấn, tốt hơn từ 100 đến 500 g/tấn, tốt hơn nữa từ 150 đến 250 g/tấn, và/hoặc copolyme anion của acrylamit có thể được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 500 g/tấn, tốt hơn từ 30 đến 100 g/tấn, tốt hơn nữa từ 50 đến 75 g/tấn. Đã được quan sát thấy rằng, những lượng bổ sung này tạo ra tác dụng tốt cả về sự phân bố chất độn cũng như về việc phủ thành phần bề mặt. Ví dụ, lượng tinh bột cation lớn hơn có thể dẫn đến sự thoát nước giảm.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, toàn bộ các lượng được xác định là kg/tấn để chỉ kg/tấn bột giấy, tức là kg/tấn huyền phù sợi, được tính toán từ dòng và độ đặc của huyền phù sợi.

Huyền phù sợi bao gồm tinh bột cation, tinh bột này tốt hơn được kết hợp vào trong huyền phù sợi trước khi kết hợp hoặc bổ sung copolyme cation của acrylamit mà được mô tả chi tiết hơn dưới đây trong bản mô tả này. Tinh bột cation có thể chủ yếu

hoặc cơ bản là được kết hợp vào trong huyền phù sợi làm chất hồ bên trong. Có thể suy xét thấy rằng, tinh bột cation tương tác với các bề mặt sợi tích điện âm. Tinh bột cation bao gồm các nhóm cation, như các nhóm amoni bậc bốn. Mức độ thế DS (Degree of substitution - DS), chỉ ra số lượng các nhóm cation trong tinh bột tính trung bình trên mỗi đơn vị glucoza, có thể nằm trong khoảng từ 0,025 đến 0,05, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,04. Đã được quan sát thấy rằng, mức độ thế này cung cấp độ cation cho phép sự tương tác đầy đủ và thích hợp giữa tinh bột cation và copolyme anion của acrylamit. Tinh bột cation, mà có thể được sử dụng theo sáng chế, có thể là tinh bột không thoái biến thích hợp bất kỳ, tốt hơn là tinh bột khoai tây, ngô hoặc tinh bột sắn.

Ngoài ra, copolyme cation, mà được tạo ra từ acrylamit và các monome cation được kết hợp vào huyền phù sợi, tốt hơn là sau tinh bột cation. Copolyme cation được để cho tương tác bằng cách tạo keo tụ với ít nhất một số thành phần của huyền phù sợi, nhất là với các hạt độn.

Các khối keo tụ tạo ra là tương đối nhỏ, các khối này cải thiện khả năng liên kết của chúng với các sợi có mặt trong huyền phù. Giả định rằng, sự liên kết được cải thiện của các khối chất độn keo tụ với các sợi cũng cải thiện sự phân bố đồng đều của chất độn cũng như làm giảm sự tạo bụi của giấy thành phẩm. Các khối keo tụ có thể có kích thước keo tụ trung bình khi thoát nước nhỏ hơn 60 μ m, tốt hơn nhỏ hơn 40 μ m, được đo bằng phép đo hệ số phản xạ chùm tia tập trung.

Copolyme cation của acrylamit có thể là copolyme của acrylamit và ít nhất một monome cation được lựa chọn từ 2-(dimethylamino)ethylacrylat (ADAM), [2-(acryloyloxy)ethyl] trimethylamoni clorua (ADAM-Cl), 2-(dimethylamino)ethyl acrylat benzylclorua, 2-(dimethylamino)ethyl acrylat dimetylsulphat, 2-dimethylaminoethyl metacrylat (MADAM), [2-(metacryloyloxy)ethyl] trimethylamoni clorua (MADAM-Cl), 2-dimethylaminoethyl metacrylat dimetylsulphat, [3-(acryloylamino)propyl] trimethylamoni clorua (APTAC), và [3-(metacryloylamino)propyl] trimethylamoni clorua (MAPTAC). Tốt hơn nếu monome cation có thể được lựa chọn từ [2-(acryloyloxy)ethyl] trimethylamoni clorua (ADAM-Cl), [3-(acryloylamino)propyl] trimethylamoni clorua (APTAC), và [3-(metacryloylamino)propyl] trimethylamoni clorua (MAPTAC). Tốt hơn nữa là monome cation này là [2-(acryloyloxy)ethyl] trimethylamoni clorua (ADAM-Cl).

Copolymer cation của acrylamit có thể bao gồm ít nhất 4% mol, tốt hơn từ 4 đến 15% mol, tốt hơn nữa từ 5 đến 11% mol, thậm chí tốt hơn nữa từ 7 đến 10% mol hoặc thậm chí đôi khi tốt hơn nữa từ 5 đến 9% mol, của các đơn vị cấu trúc xuất phát từ các monome cation. Lượng xác định của monome cation cung cấp copolymer cation có ái lực tốt với các thành phần khác của hệ, như copolymer anion, chất độn khoáng hoặc với các vi hạt bentonit tùy ý, và cải thiện sự tương tác và phân phối của chúng trong màng sợi được tạo ra.

Copolymer cation của acrylamit tốt hơn được bổ sung vào huyền phù sợi sau khi kết hợp tinh bột cation vào huyền phù sợi. Ngoài ra, copolymer cation của acrylamit tốt hơn được bổ sung vào huyền phù sợi trước khi bổ sung copolymer anion của acrylamit và các vi hạt bentonit tùy ý, được mô tả sau trong tài liệu này. Theo cách này, tác dụng tăng cường độ bền của tinh bột cation và tác dụng khử nước của copolymer anion của acrylamit và các vi hạt bentonit tùy ý có thể được tối ưu hóa, cũng như sự lưu giữ chất độn.

Copolymer anion tạo ra từ acrylamit và hơn 30% mol của các monome anion được bổ sung vào huyền phù sợi, tốt hơn sau khi bổ sung copolymer cation. Copolymer anion, thích hợp để sử dụng trong sáng chế, bao gồm lượng nhiều hơn của các đơn vị cấu trúc xuất phát từ các monome anion so với thông thường. Giả định rằng, copolymer anion cũng tăng cường sự lưu giữ chất độn và có thể là cả sự lưu giữ tinh bột cation trong màng sợi mà được tạo ra từ huyền phù sợi.

Copolymer anion của acrylamit có thể bao gồm nhiều hơn 40% mol hoặc ít nhất 50% mol của các đơn vị cấu trúc xuất phát từ các monome anion. Khoảng ưu tiên về lượng các monome anion là từ 45 đến 70% mol, tốt hơn từ 50 đến 65% mol. Độ anion mà thu được theo cách như vậy tạo ra sự tương tác hiệu quả với các cấu tử cation của hệ xử lý, như tinh bột cation và/hoặc chất hồ bên trong tổng hợp tùy ý.

Copolymer anion của acrylamit có thể là copolymer của acrylamit và ít nhất một axit mono- hoặc dicarboxylic không no, như axit acrylic, axit maleic, axit fumaric, axit itaconic hoặc muối bất kỳ của chúng.

Copolymer anion của acrylamit có thể có độ nhớt bên trong nằm trong khoảng từ 1,3 đến 15 dl/g. Độ nhớt bên trong được đo theo cách đã biết trong dung dịch đậm 1N

NaCl và 20 mM phosphat, pH 7,5, ở nhiệt độ 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. Độ nhớt bên trong được giả định là chỉ thị về phân tử lượng của polyme, ngay cả nếu sự liên kết ngang khả dĩ có thể ảnh hưởng tới độ nhớt bên trong ước tính thu được. Phân tử lượng trung bình khối MW có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 3000000 đến 20000000 g/mol. Nói chung, độ nhớt bên trong như xác định tạo ra nhiều thuận lợi trong quá trình sản xuất giấy, cụ thể là sự thoát nước tốt và sự lưu giữ chất độn, cũng như những sự cải thiện về các đặc tính giấy thành phẩm, như trị số Cobb60 thấp và xuyên độ thấp của nước.

Theo một phương án của sáng chế, copolyme anion của acrylamit có thể có độ nhớt bên trong nằm trong khoảng từ 1,3 đến 3,5 dl/g. Đã phát hiện ra rằng, độ nhớt bên trong này tạo ra tác dụng hồ giấy tăng cao khi hệ xử lý bao gồm chất hồ bên trong tổng hợp, như alkyl succinic anhydrit (ASA) hoặc alkyl keten dime (AKD), đặc biệt là ASA.

Theo phương án khác của sáng chế, copolyme anion của acrylamit có thể có độ nhớt bên trong nằm trong khoảng từ 5 đến 10 dl/g. Đã phát hiện ra rằng, độ nhớt bên trong này làm tăng độ bền liên kết Scott, tức là độ bền bên trong, của giấy thành phẩm thu được.

Lưu biến của copolyme liên kết ngang anion của acrylamit có thể được xác định bằng cách sử dụng hệ số làm tắt dần $\text{Tan}(\delta)$, hệ số này mô tả các đặc tính nhớt đàn hồi của các polyme liên kết ngang. Các đặc tính lưu biến có thể bị ảnh hưởng bởi sự liên kết ngang, sự liên kết này ảnh hưởng đến cấu trúc ba chiều và do đó, ảnh hưởng đến tính năng của copolyme anion của acrylamit. Hệ số $\text{Tan}(\delta)$ được đo như sau: mẫu polyme được hòa tan trong nước khử ion, tạo ra nồng độ 1,5% khối lượng. Mẫu được trộn bằng cách nhào trộn trong 2 giờ, trong đó sau khi nó được nghiền siêu âm trong 15 phút và cho phép để yên ít nhất qua đêm trước khi phân tích lưu biến sử dụng thiết bị lưu biến kiểm soát độ căng Anton Paar MCR 301 có trang bị hình dạng đĩa phẳng, đường kính 50 mm, với khe 1 mm. Thể tích mẫu là 4 ml đối với các phép đo phương thức dao động. Nhiệt độ được kiểm soát bằng tấm nhiệt điện của thiết bị và được duy trì ở $20,0 \pm 0,1$ °C. Biên độ được chọn ở 0,5 mrad trên cơ sở tập tính của mẫu trong khi quét biên độ. Hệ số làm tắt dần $\text{tan}(\delta)$ của dung dịch polyme thu được bằng cách đo quét tần số sử dụng độ

dịch chuyển góc 0,5 mrad trong khi quét từ 0,005 đến 5 Hz với độ nghiêng 12 điểm đo trên thang thập tiến. Mô đun đàn hồi và tổn hao (G' và G'') được ghi lại và được sử dụng để tính toán hệ số làm tắt dần của mẫu polyme được biểu diễn là $\tan(\delta)$. $\tan(\delta)$ được xác định tại tần số 0,02 Hz. Việc xác định hệ số $\tan(\delta)$ tại tần số thấp hơn là không thích hợp đối với loại mẫu polyme này vì kết quả không thể tái lập lại ở các tần số thấp hơn. Theo một phương án của sáng chế, copolyme anion của acrylamit có trị số hệ số $\tan(\delta)$ nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5, tốt hơn từ 0,8 đến 1,8.

Copolyme anion của acrylamit có thể là polyme nhũ tương hoặc polyme phân tán, polyme nhũ tương là được ưu tiên. Hiện tại, được tin rằng, polyme nhũ tương có thể duy trì cấu trúc ba chiều của nó trong huyền phù sợi và tạo ra tương tác hiệu quả hơn với các cấu tử cation khác nhau của hệ xử lý.

Copolyme anion của acrylamit có thể là copolyme anion liên kết ngang. Tác nhân liên kết ngang được sử dụng có thể là monome đa chức, như metylenbisacrylamit, polyetylen glycol dimetacrylat, n-vinyl acrylamit hoặc tương tự. Lượng tác nhân liên kết ngang được sử dụng có thể nằm trong khoảng từ 2 đến 1000 ppm mol tính theo hàm lượng monome ban đầu, tốt hơn từ 4 đến 300 ppm mol, tốt hơn nữa từ 12 đến 250 ppm mol. Có thể kiểm soát độ nhớt bên trong của copolyme anion bằng sự liên kết ngang, vì liên kết ngang dường như làm giảm độ nhớt bên trong của copolyme. Sự tương tác của copolyme anion với các cấu tử khác của hệ xử lý và huyền phù sợi có thể chịu ảnh hưởng bởi việc lựa chọn mức độ liên kết ngang thích hợp. Sử dụng copolyme anion liên kết ngang có thể cải thiện các giá trị Cobb60 của giấy thành phẩm thu được.

Ngoài ra, các vi hạt bentonit vô cơ tốt hơn có thể được bổ sung vào huyền phù sợi. Trong trường hợp này, thành phần huyền phù của hệ xử lý, ngoài các cấu tử khác, còn bao gồm các vi hạt bentonit vô cơ. Việc bổ sung các vi hạt bentonit có thể được thực hiện đồng thời nhưng riêng biệt với copolyme anion của acrylamit, tốt hơn sau giai đoạn cắt cơ học cuối cùng trước hộp bột. Các vi hạt bentonit có thể được bổ sung với lượng từ 1,5 đến 4 kg/tấn, tốt hơn từ 2 đến 3 kg/tấn. Các vi hạt bentonit cải thiện hơn nữa sự liên kết của các hạt độn keo tụ với sợi.

Thành phần huyền phù của hệ xử lý có thể bao gồm thêm chất hồ bên trong tổng hợp được làm cố định bằng polyme cation, tốt hơn bằng tinh bột cation. Điều này có

nghĩa rằng, tinh bột cation của thành phần huyền phù, thành phần này được bổ sung một cách riêng biệt vào huyền phù sợi, có thể được sử dụng để làm ổn định chất hồ bên trong tổng hợp, hoặc theo cách khác, tinh bột cation mà được bổ sung cùng với chất hồ bên trong tổng hợp cho mục đích làm ổn định tạo thành một cấu tử trong hệ xử lý theo sáng chế. Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, chất hồ bên trong tổng hợp được làm ổn định bằng tinh bột cation và tinh bột cation được bổ sung vào huyền phù sợi cùng với chất hồ bên trong tổng hợp. Chất hồ bên trong tổng hợp có thể là alkyl succinic anhydrit (ASA) hoặc alkyl keten dime (AKD), hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, tốt hơn axit alkyl succinic (ASA). Alkyl keten dime (AKD) có thể bao gồm axit palmitic, axit stearic, axit oleic hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Sau khi bổ sung các cấu tử của thành phần huyền phù của hệ xử lý, tức là tinh bột cation, copolyme cation và copolyme anion, cũng như (các) cấu tử tùy ý, tức là chất hồ bên trong tổng hợp và/hoặc các vi hạt bentonit, vào huyền phù sợi, huyền phù sợi được tạo thành màng sợi và màng sợi tạo ra được sấy khô tới trạng thái khô ít nhất 80%. Việc sấy khô màng sợi được tiến hành bằng cách sử dụng các thiết bị sấy khô thông thường, như các trục gia nhiệt, các thiết bị sấy khô bằng không khí, và tương tự.

Sau khi sấy khô màng sợi, thành phần bề mặt của hệ xử lý được phủ lên bề mặt của băng giấy. Thành phần bề mặt bao gồm thành phần bề mặt dạng nước bao gồm chất kết dính polyme. Chất kết dính polyme của thành phần bề mặt có thể là chất kết dính polyme tổng hợp hoặc chất kết dính polyme tự nhiên, như tinh bột. Chất kết dính polyme tổng hợp có thể là styren butadien hoặc styren acrylat. Đã phát hiện ra rằng, thành phần bề mặt tạo ra tác dụng hiệp lực khi được sử dụng làm một phần của hệ xử lý bao gồm các thành phần huyền phù mô tả ở trên.

Thành phần bề mặt có thể là thành phần hồ bề mặt. Thành phần hồ bề mặt có thể bao gồm tinh bột thoái biến hoặc latex tổng hợp làm chất kết dính polyme. Thành phần hồ bề mặt có thể có hàm lượng chất rắn nằm trong khoảng từ 5 đến 15% khối lượng, tốt hơn từ 6 đến 12% khối lượng. Theo một phương án ưu tiên, thành phần hồ bề mặt không chứa các hạt độn khoáng vô cơ. Thành phần hồ bề mặt có thể được bổ sung lên bề mặt của màng sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 3 g/m²/mặt, tốt hơn từ 0,4 đến 2 g/m²/mặt, tốt hơn nữa từ 0,5 đến 1,5 g/m²/mặt.

Theo phương án khác của sáng chế, thành phần bề mặt có thể là thành phần phủ bao gồm các hạt khoáng vô cơ, tốt hơn là các hạt canxi cacbonat. Hàm lượng chất rắn của thành phần phủ có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 75% khối lượng, tốt hơn từ 30 đến 65% khối lượng. Chất kết dính polyme trong thành phần phủ tốt hơn là chất kết dính polyme tổng hợp, ví dụ, styren butadien hoặc styren acrylat.

Sau khi phủ thành phần bề mặt, màng sợi được sấy khô bằng cách sử dụng các thiết bị sấy khô thông thường, như thiết bị sấy khô hồng ngoại hoặc thiết bị sấy khô bằng không khí.

Hệ xử lý theo sáng chế thích hợp để tạo ra giấy, tốt hơn là giấy mịn hồ bề mặt không phủ, hoặc lớp bề mặt của bìa nhiều lớp. Hệ xử lý theo sáng chế đặc biệt thích hợp để tạo ra giấy mịn để in và viết. Khối lượng riêng của giấy tạo ra có thể nằm trong khoảng từ 60 đến 200 g/m², tốt hơn từ 65 đến 150 g/m², tốt hơn nữa từ 70 đến 95 g/m². Hệ xử lý giúp cải thiện khả năng chạy trơn và giảm thiểu nguy cơ rách bằng giấy, điều này thuận lợi khi sản xuất giấy có khối lượng riêng thấp.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Một số phương án của sáng chế được bộ lộ trong phần ví dụ không giới hạn dưới đây.

Các hóa chất sử dụng trong các ví dụ từ 1 đến 3 được đưa ra trong bảng 1. Các hóa chất có thể được pha loãng thêm trước khi định liều, ví dụ pha loãng 5 lần, để cải thiện sự kết hợp

Bảng 1 Các hóa chất sử dụng trong các bảng từ 1 đến 3.

Chữ viết tắt	Tên và nhà cung cấp/mô tả	Thành phần	Nồng độ hòa tan %
Tinh bột	Raisamyl 50021, Chemigate	Tinh bột khoai tây cation	2,5
ASA	FennoSize AS 1000, Kemira	ASA được nhũ hóa vào 2 phần của tinh bột ở trên	1,25
Tinh bột 2	Raisamyl 70021, Chemigate	Tinh bột ngô cation	2,5

AKD	FennoSize KD 360 M, Kemira	Nhũ tương AKD chứa tinh bột thoái biến cation	1,25
PCC	Syncarb S 270 NY, Omya	Canxi cacbonat kết tủa	35
CPAM	10% mol cation; MW khoảng 10 M Da	Polyacrylamit cation	0,5
Bentonit	FennoLite UK, Kemira	Đất sét montmorillonit, được rây	3
APAM-CR	35% mol anion, độ nhớt bên trong 11 dl/g, $\tan(\delta)$ 0,7 tại 0,02 Hz	Polyacrylamit liên kết ngang anion	0,5
APAM- CR0	75% mol anion, độ nhớt bên trong 3,9 dl/g, $\tan(\delta)$ 0,7 tại 0,02 Hz	Polyacrylamit liên kết ngang anion	0,5
APAM- CR1	60% mol anion, $\tan(\delta)$ 1,4 tại 0,02 Hz, độ nhớt bên trong 8 dl/g	Polyacrylamit liên kết ngang anion	0,5
APAM- CR2	60% mol anion, $\tan(\delta)$ 1,3 tại 0,02 Hz, độ nhớt bên trong 1,5 dl/g	Polyacrylamit liên kết ngang anion	0,5
APAM- LIN	60% mol anion, độ nhớt bên trong 11 dl/g	Polyacrylamit mạch thẳng anion	0,5

Ví dụ 1

Bột giấy sử dụng trong ví dụ 1 cho huyền phù sợi là bột giấy trong hộp trộn từ máy nghiền giấy mịn không phủ sử dụng 90% bột giấy kraft gỗ cứng tẩy trắng và 10% bột giấy kraft gỗ mềm tẩy trắng. 20% liều lượng khô của canxi cacbonat kết tủa PCC (xác định trong bảng 1) được bổ sung vào bột giấy trong hộp trộn. Huyền phù sợi cuối cùng của ví dụ 1 được tạo ra bằng cách bổ sung đủ nước pha loãng vào bột giấy này và hỗn hợp PCC để đạt tới nồng độ bột là 9,2 g/l. Nước pha loãng là hỗn hợp của nước lã

và phần nước lọc trong theo tỷ lệ 50:50. Các đặc tính của bột giấy và nước được trình bày trong bảng 2.

Bảng 2 Các đặc tính của bột giấy và nước

	Bột giấy trong hộp trộn	Nước lã	Dịch lọc trong	Huyền phù sợi cuối cùng
Độ pH	8,0	7,9	7,8	8,2
Độ đục, NTU	132	1	1	44
Độ dẫn, mS/cm	1,06	0,94	0,93	0,96
Điện tích, $\mu\text{ekv/l}$	-21,3	-25,6	-31,1	Không khả dụng
Điện thế zeta (Zeta potential), mV	-18,2	Không khả dụng	Không khả dụng	-16,5
Độ đặc, g/l	41,0	1,3	0,0	9,2
Hàm lượng tro, %	21,5	Không khả dụng	Không khả dụng	Không khả dụng

Bình thoát nước động học DDJ (Paper Research Materials Inc.) được sử dụng để thử nghiệm sự lưu giữ. Tốc độ bộ trộn trong DDJ là 1200 vòng/phút. Kiểu dây là 40M trong DDJ. Tại thời điểm thoát nước, ống chứa dịch lọc được mở ra và độ đặc được xác định tạo ra 100 ml đầu tiên. Lượng giữ lại được tính toán là $100\% \times (\text{độ đặc bột giấy thử nghiệm} - \text{độ đặc dịch lọc}) / \text{độ đặc bột giấy thử nghiệm}$.

Thiết bị phân tích sự thoát nước động lực (Dynamic Drainage Analyzer - DDA) của AB Akribi Kemikonsulter, Thụy Điển được sử dụng để đo việc thoát nước. Mức chân không và thiết bị khuấy của DDA được chuẩn độ và thực hiện các điều chỉnh cần thiết đối với các thông số thiết lập. DDA được kết nối tới máy tính để đo thời gian giữa điểm áp dụng chân không và điểm phá vỡ chân không. Sự thay đổi về chân không thể hiện thời gian tạo thành của màng sợi ướt cho tới khi không khí phá vỡ qua màng dày, chỉ ra thời gian thoát nước. Giới hạn thời gian thoát nước được thiết đặt là 30 giây cho các phép đo.

Trong các phép đo thoát nước, 500 ml mẫu huyền phù sợi được định lượng vào trong bình phản ứng. Thử nghiệm về sự thoát nước được tiến hành bằng cách trộn huyền phù mẫu bằng dụng cụ khuấy ở tốc độ 1200 vòng/phút trong 40 giây trong khi các hóa chất cần thử nghiệm được bổ sung theo thứ tự xác định trước. Thời gian bổ sung hóa chất thử nghiệm được chỉ rõ trong bảng 3 là thời gian âm trước khi bắt đầu thoát nước. Thử nghiệm về sự thoát nước sử dụng dây có các lỗ 0,25 mm. Áp suất chân không 300 mbar trong 30 giây sau khi thoát nước được sử dụng. Các tấm được sấy khô trong các thiết bị sấy chân không trong 10 phút ở nhiệt độ 92°C và ở áp suất 1000mbar. Trước khi thử nghiệm, các tấm DDA được kiểm tra sơ bộ trong 24 giờ ở nhiệt độ 23°C trong độ ẩm tương đối 50%, theo tiêu chuẩn ISO 187. Giá trị Cobb60 được đo từ các tấm DDA bằng thiết bị Cobb đường kính 5cm. Phép đo Cobb60 dựa vào tiêu chuẩn ISO 535 “Paper and board-Determination of water absorptiveness-Cobb method”, đo với thời gian hút là 60 giây. Giá trị Cobb60 được so sánh với giá trị Cobb60 của thử nghiệm 0- không có các hóa chất (thử nghiệm 23) để tính toán sự giảm.

Chương trình thử nghiệm của thử nghiệm DDA và DDJ được đưa ra trong bảng 3. Thời gian là thời gian định liều hóa chất trước thời điểm thoát nước. Các liều lượng hóa chất được xác định theo kg/tấn khô.

Bảng 3 Chương trình thử nghiệm của thử nghiệm DDA và DDJ.

Thời gian, giây	-40	-40	-20	-10	-10	-10	-10	-10
Hàm lượng hóa chất rắn	Tinh bột	ASA	CPA M	Bentonit	APAM- CR2	APAM- CR1	APAM- CR	APAM- CR0
Thử nghiệm số								
1-1	7	1,2	0,2	2,2				
1-2	7	1,2	0,2	2,2	0,03			
1-3	7	1,2	0,2	2,2	0,06			
1-4	7	1,2	0,2	2,2	0,09			
1-5	7	1,2	0,2	2,2		0,03		

1-6	7	1,2	0,2	2,2		0,06		
1-7	7	1,2	0,2	2,2		0,09		
1-8	7	1,2	0,2	2,2			0,03	
1-9	7	1,2	0,2	2,2			0,06	
1-10	7	1,2	0,2	2,2			0,09	
1-11	7	1,2	0,2	2,2				0,03
1-12	7	1,2	0,2	2,2				0,06
1-13	7	1,2	0,2	2,2				0,09
1-14	7	-	0,2	2,2	0,06			
1-15	7	-	0,2	2,2		0,06		
1-16	7	-	0,2	2,2				
1-17	7	-	0,2	2,2			0,06	
1-18	7	-	0,2	2,2				0,06
1-19	7	1,2	0,2					
1-20	7	1,2	0,2			0,03		
1-21	7	1,2	0,2			0,06		
1-22	7	1,2	0,2			0,09		
1-23 (thử nghiệm 0-)	0							

Bảng 4 thể hiện các kết quả về sự hồ, sự thoát nước và lưu giữ của các hệ xử lý dựa theo sáng chế và của tài liệu tham khảo. APAM-CR1 và APAM-CR2 có điện tích anion hơn và chúng sẽ dẫn đến giảm thiểu ít nhất 89% Cobb60 với tất cả các liều lượng 0,03, 0,06 và 0,09 kg/t, trong đó các sản phẩm tham chiếu APAM-CR0 và APAM-CR dẫn đến giảm thiểu Cobb60 cần thiết chỉ duy nhất với một mức liều lượng. Hệ theo sáng chế cho phép kiểm soát mức liều lượng của sự thoát nước và sự lưu giữ. Thời gian thoát nước ngắn và sự lưu giữ cao đạt được khi APAM được sử dụng với CPAM. Thời gian thoát nước và sự lưu giữ được cải thiện hơn khi bentonit được bổ sung vào hệ.

Bảng 4 Các kết quả về sự hồ, sự thoát nước và lưu giữ.

Thiết bị	DDA	DDA	DDJ
Phép đo	Giảm Cobb60 %	Thời gian thoát nước giây	Sự lưu giữ %
Thử nghiệm số			
1-1	Không khả dụng	4	78
1-2	93	4	79
1-3	90	4	81
1-4	90	4	84
1-5	89	4	80
1-6	93	4	81
1-7	91	4	80
1-8	92	4	78
1-9	85	4	82
1-10	85	4	83
1-11	82	4	80
1-12	90	4	80
1-13	87	4	84
1-14	0	4	82
1-15	0	4	82
1-16	0	4	82
1-17	0	4	83
1-18	0	4	83
1-19	80	8	67
1-20	82	7	72
1-21	80	6	75
1-22	83	6	77
1-23	0	9	58

Ví dụ 2

Bột giấy thử nghiệm được tạo ra bằng cách nghiền bột 90% bột giấy gỗ cứng cây khuynh diệp tẩy trắng và 10% bột giấy gỗ thông tẩy trắng trong thiết bị nghiền bột giấy trong phòng thí nghiệm Voith Sulzer theo phương pháp nghiền Canadian Standard Freeness thành 370 ml. Sau khi nghiền bột, bột giấy được hòa loãng để thu được huyền phù sợi có độ đặc 5,07 g/l bằng nước máy. Độ dẫn của nước máy được hiệu chỉnh tới 1175 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bằng $\text{CaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1g/l + Na_2SO_4 . Độ pH của huyền phù sợi là 7,9. Độ đặc được đo theo tiêu chuẩn ISO 4119 và độ dẫn bằng thiết bị Knick Portamess 911.

Các mẫu giấy động thử nghiệm (handsheet) được chuẩn bị bằng thiết bị từ hãng Techpap. Trồng được vận hành với tốc độ 1400 vòng/phút, bộ trộn bột giấy tốc độ 400 vòng/phút, bơm bột giấy tốc độ 800 phòng phút/phút, số lượng quét 100 và thời gian mức là 60 giây. Các tấm tạo ra được ép trong máy cán ép con lăn Techpap tại áp lực 6 bar giữa các tờ giấy thấm và sấy khô thận trọng trong thiết bị sấy đĩa STFI, 8 phút ở nhiệt độ 140°C.

Liều lượng hóa chất, tính theo kg/tấn khô, so với huyền phù sợi được đưa ra trong bảng 5.

Huyền phù ASA được điều chế bằng cách trộn 2 phần của Starch2 với 1 phần của ASA bằng thiết bị trộn gia dụng Osterizer có trang bị cốc mở bằng thép để tạo ra nhũ tương ổn định trong 24 giờ. ASA được định liều vào huyền phù sợi ở dạng nhũ tương. Liều lượng ASA hoạt tính được đưa ra trong bảng 5.

Lượng của tinh bột 2 trong bảng 5 là tổng của tinh bột 2 được bao gồm trong huyền phù ASA và tinh bột 2 được bổ sung riêng biệt.

Bảng 5 Liều lượng và thời gian định liều các hóa chất trong ví dụ 2.

Thời gian, giây	-80	-65	-45	-35	-20	-10	-10	-10
Hóa chất	Tinh bột 2	ASA	PCC	CPA M	Bentonit	APAM-CR-2	APAM-CR1	APAM-LIN
Thử nghiệm số								

2-1 (tham chiều)	7,4	0,7	350	0,2	2,2			
2-2	7,4	0,7	350	0,2	2,2	0,05		
2-3	7,4	0,7	350	0,2	2,2	0,10		
2-4	7,4	0,7	350	0,2	2,2		0,05	
2-5	7,4	0,7	350	0,2	2,2		0,10	
2-6	7,4	0,7	350	0,2	2,2			0,05
2-7 (tham chiều)	7,4	0,7	350	0,2				
2-8	7,4	0,7	350	0,2			0,05	

Các mẫu giấy động thử nghiệm (handsheet) được hồ bề mặt. Thành phần hồ bề mặt bao gồm:

- Tinh bột thoái biến không ion 96,2% ở dạng sấy khô: màng C* 07311 được đun với 16% chất rắn ở nhiệt độ 97°C trong 30 phút;
- Chất tẩy trắng quang học 1,8% là sản phẩm: Neucoblanc PSP của Igar,
- Chất hồ 2,0% là sản phẩm: Impress 918 ST của Solenis;
- Nước khử ion để pha loãng thành phần tới 10% chất rắn khô.

Chất hồ bề mặt được phủ lên mẫu giấy thử nghiệm bằng cách sử dụng máy ép hồ. Nhà sản xuất máy ép hồ: Werner Mathis AG, CH 8155 Niederhasli/Zürich; Model máy ép hồ: HF 47693 Type 350; Tốc độ vận hành: 2 m/phút; Áp suất vận hành: 1 bar; Nhiệt độ vận hành: 60°C; Thể tích dung dịch hồ: 115 ml/thử nghiệm.

Việc sấy khô các tờ giấy đã hồ bề mặt được tiến hành trong trống sấy khô gia nhiệt bằng hơi một trục ở nhiệt độ 92°C trong 1 phút. Sự co ngót được hạn chế trong thiết bị sấy khô. Giấy được đưa qua thiết bị sấy khô một lần. Sự lưu hóa hồ được tiến hành trong lò sấy: 105°C, 15 phút.

Độ bắt giấy hồ bề mặt được xác định là tỷ lệ % gia tăng của khối lượng cơ bản đã điều hòa nhiệt độ của giấy nền và giấy được hồ bề mặt. Khối lượng cơ bản được đo bằng thiết bị Mettler Toledo theo ISO 536.

Liên kết bên trong của các mẫu giấy thử nghiệm hồ bề mặt được đo bằng cách sử dụng trị số liên kết Scott của thiết bị Huygen theo tiêu chuẩn Tappi T 569.

Hàm lượng tro của các mẫu giấy thử nghiệm không có hồ bề mặt được đo theo tiêu chuẩn ISO 1762, nhiệt độ 525°C, và chỉ số độ bền kéo của các mẫu giấy thử nghiệm không có hồ bề mặt được tính toán từ phép đo độ bền kéo theo chiều máy, theo tiêu chuẩn ISO 1924-3, được chỉ rõ là khối lượng cơ bản của tờ.

Các kết quả của ví dụ 2 được trình bày trong bảng 6.

Bảng 6 Các đặc tính của các mẫu giấy thử nghiệm (chỉ số độ bền kéo, độ tro của tờ) và các mẫu giấy thử nghiệm hồ bề mặt (liên kết Scott, độ bắt giấy)

	Chỉ số độ bền kéo Nm/g	Độ tro của tờ giấy %	Liên kết Scott J/m ²	Độ bắt giấy %
Thử nghiệm số				
2-1	44	35	187	9,5
2-2	46	35	208	9,8
2-3	47	36	203	9,6
2-4	47	35	197	10,2
2-5	47	36	224	9,2
2-6	48	34	221	10,2
2-7	44	34	167	9,5
2-8	47	34	184	9,9

Từ bảng 6, có thể thấy rằng, copolyme anion của acrylamit (APAM) mà được bổ sung vào huyền phù sợi đã cải thiện độ bền kéo so với các tham chiếu không được bổ sung APAM. Việc sử dụng APAM cùng với các vi hạt bentonit đã cải thiện độ bền liên kết Scott so với tham chiếu 2-1, bao gồm bentonit nhưng không chứa APAM. Việc bổ sung APAM không có bentonit (thử nghiệm 2-8) đã cải thiện độ bền liên kết Scott sau

khi hồ bề mặt so với tham chiếu 2-7. Liều lượng cao hơn của APAM làm gia tăng độ lưu giữ tro, được chỉ rõ bằng hàm lượng tro cao hơn của tờ giấy trong thử nghiệm 2-3 và thử nghiệm 2-5. Độ nhót bên trong cao hơn của APAM (xem trong thử nghiệm 2-4, 2-6) có thể ảnh hưởng tới độ bắt giấy hồ bề mặt. Ngoài ra, các APAM có thể ảnh hưởng tới độ xốp của tờ giấy và sự lưu giữ ASA, việc này ảnh hưởng thêm tới sự hồ bề mặt.

Các ảnh chụp SEM của tiết diện ngang tờ giấy được chụp từ các mẫu giấy thử nghiệm nhúng trong nhựa được tạo ra bằng máy xeo lưới đôi theo công thức hồ bề mặt của thử nghiệm số 2-3 sử dụng polyacrylamit liên kết ngang anion APAM-CR2 (Fig.1a) và APAM-CR0 (Fig.1b). Từ Fig.1a, có thể thấy rằng, polyacrylamit liên kết ngang anion APAM-CR2 tạo ra các khối keo tụ, các khối này tương đối nhỏ và chất độn mà được nhìn thấy màu trắng trong hình vẽ được phân bố thích hợp trong toàn bộ tờ giấy. Từ Fig.1b, có thể thấy rằng, polyacrylamit liên kết ngang anion APAM-CR0 tạo ra các khối keo tụ mà lớn hơn một chút và chất độn được tập trung hơn ở phần trung tâm của tờ giấy.

Ví dụ 3

Các mẫu giấy thử nghiệm được chuẩn bị và được hồ bề mặt theo cách tương tự như trong ví dụ 2. Liều lượng và thời gian định liều để chuẩn bị mẫu giấy thử nghiệm được thể hiện trong bảng 7. Liều lượng hóa chất được tính theo kg/tấn khô, ngoại trừ PCC, chất này được tính theo % khô.

Bảng 7 Liều lượng và thời gian định liều của các hóa chất trong ví dụ 3.

Thời gian, giây	-80	-65	-65	-45	-35	-20	-10	-10	-10
Hóa chất	Tinh bột 2	ASA	AK D	PCC	CPA M	Bentonit	APAM -CR2	APAM -CR1	APAM -LIN
Thử nghiệm số									

3-1	7,4	0,7		35	0,2				
3-2	7,4	0,7		35	0,2			0,05	
3-3	7,4	0,7		35	0,2	2,2	0,05		
3-4	7,4	0,7		35	0,2	2,2	0,10		
3-5	7,4	0,7		35	0,2	2,2		0,05	
3-6	7,4	0,7		35	0,2	2,2		0,10	
3-7	7,4	0,7		35	0,2	2,2			0,05
3-8	7,4	1,2		35	0,2	2,2	0,05		
3-9	7,4	1,2		35	0,2	2,2		0,05	
3-10	7,4	1,2		35	0,2	2,2			0,05
3-11	7,4		0,18	35	0,2	2,2	0,05		
3-12	7,4		0,45	35	0,2	2,2	0,05		

Các thử nghiệm xuyên thấm PDA để đánh giá các mẫu giấy thử nghiệm tiếp xúc với nước được tiến hành bằng thiết bị thử nghiệm Surface & Sizing Tester Müttec EST 12 (Emtec Electronic GmbH), theo các hướng dẫn thao tác của thiết bị. Hệ số truyền được ghi tại 0,2 giây.

Phép đo Cobb60 được dựa vào theo tiêu chuẩn ISO 535 “Paper and board - Determination of water absorptiveness – Cobb method”, đo với thời gian hấp thụ là 60 giây.

Góc tiếp xúc (FibroDat 1100, Goniometer PG3) được xác định theo tiêu chuẩn Tappi T 558 om-97. Góc tiếp xúc được ghi tại 1 giây.

Huỳnh quang được đo bằng quang phổ kế Elrepho của hãng Lorenzen & Wettre theo tiêu chuẩn ISO 11475 dựa vào thành phần huỳnh quang của CIE Whiteness D65 từ mặt trên.

Kết quả được trình bày trong bảng 8. Kết quả được thể hiện cả đối với các mẫu mẫu giấy thử nghiệm có hồ bề mặt (theo sáng chế) và cả mẫu mẫu giấy thử nghiệm không có hồ bề mặt (giấy nền) để chứng minh rằng, tác dụng thu được không chỉ xuất phát từ việc phủ hồ bề mặt, mà còn từ việc bổ sung các hóa chất thành phần huyền phù

vào huyền phù sợi. Có thể thấy rằng, giá trị Cobb60 được cải thiện một cách rõ ràng sau khi hồ bề mặt. Ngoài ra, hệ số truyền PDA được cải thiện bằng cách bổ sung các vi hạt bentonit và APAM-CR2 vào huyền phù sợi và phủ hồ bề mặt (thử nghiệm 3-3 so với thử nghiệm 3-1). Góc tiếp xúc ít nhất 90 độ đạt được đối với giấy có hồ bề mặt trong các thử nghiệm 3-3 và 3-6 ngay cả với liều lượng ASA thấp. Thử nghiệm 3-3 nói chung chỉ ra đặc tính hồ tốt ngay cả với liều lượng ASA thấp và liều lượng thấp của APAM liên kết ngang IV thấp. AKD tạo ra sự hồ bên trong thích hợp dựa vào Cobb60, nhưng giá trị PDA của giấy có hồ là thấp hơn ngay cả khi độ bắt giấy cao hơn. Do đó, ASA làm chất hồ bên trong có thể được ưu tiên trong một số phương án của sáng chế. Sự phát huỳnh quang là cao hơn ở các thử nghiệm 3-3 và 3-5 so với thử nghiệm 3-4 cũng như trong thử nghiệm 3-8 so với thử nghiệm 3-9. Điều này chỉ ra rằng, độ bắt giấy và huỳnh quang có thể được gia tăng bởi APAM liên kết ngang IV thấp.

Thậm chí nếu sáng chế được mô tả với tham chiếu tới phương án 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 phần yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Bảng 8 Các đặc điểm của các mẫu giấy thử nghiệm.

	Giấy nền	Có hồ bề mặt	Giấy nền	Có hồ bề mặt	Giấy nền	Có hồ bề mặt	Có hồ bề mặt	Có hồ bề mặt
	Cobb60 g/m ²	Cobb60 g/m ²	PDA %	PDA %	Góc tiếp xúc (độ)	Góc tiếp xúc (độ)	Độ bắt giấy %	Huỳnh quang %
Thử nghiệm số								
3-1*	90	78	28	22	40	73	9,5	17,5
3-2	92	77	38	20	41	78	9,9	17,8
3-3	90	72	27	85	57	93	9,8	18,4

3-4	90	75	27	26	46	79	9,6	16,8
3-5	88	76	32	31	53	82	10,2	17,4
3-6	79	73	23	28	72	90	9,2	16,5
3-7	84	73	26	28	58	82	10,2	18,1
3-8	69	65	27	65	91	103	8,1	15,2
3-9	71	66	26	65	87	98	7,7	14,6
3-10	71	65	29	63	90	100	8,0	15,1
3-11	104	86	22	17	26	42	10,1	16,6
3-12	92	78	17	56	43	78	11,2	16,4

* Điểm thử nghiệm tham chiếu không có copolyme anion của acrylamit

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất giấy hoặc lớp bề mặt của bìa nhiều lớp từ huyền phù sợi, trong đó ít nhất 90% khối lượng của sợi xuất phát từ quy trình nghiền bột giấy hóa học, quy trình nghiền bột giấy hóa - nhiệt cơ học và/hoặc quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng, huyền phù sợi còn bao gồm các hạt khoáng vô cơ và tinh bột cation, phương pháp này bao gồm các bước:
 - kết hợp copolyme cation của acrylamit và các monome cation vào huyền phù sợi và cho phép nó tương tác bằng cách tạo keo tụ với ít nhất một số thành phần nêu trên của huyền phù sợi,
 - bổ sung copolyme anion của acrylamit và hơn 30% mol của các monome anion vào huyền phù sợi,
 - tạo huyền phù sợi thành màng sợi và sấy khô màng sợi tới trạng thái khô ít nhất 80%, và
 - phủ thành phần bề mặt dạng nước bao gồm chất kết dính polyme lên bề mặt của màng sợi.
2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, lượng các hạt khoáng vô cơ trong huyền phù sợi cung cấp hàm lượng tro ít nhất 8% khối lượng, tốt hơn là ít nhất 15% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 22% khối lượng.
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, các hạt khoáng vô cơ bao gồm canxi cacbonat, tốt hơn nữa là canxi cacbonat kết tủa.
4. Phương pháp theo điểm 1, 2 hoặc 3, khác biệt ở chỗ:
 - bổ sung tinh bột cation với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 20 kg/tấn, tốt hơn là từ 3 đến 13 kg/tấn, tốt hơn nữa là từ 5 đến 10 kg/tấn, và/hoặc,
 - bổ sung copolyme cation của acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 1000 g/tấn, tốt hơn là từ 100 đến 500 g/tấn, tốt hơn nữa là từ 150 đến 250 g/tấn, và/hoặc

- bổ sung copolyme anion của acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 500 g/tấn, tốt hơn là từ 30 đến 100 g/tấn, tốt hơn nữa là từ 50 đến 75 g/tấn.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4 nêu trên, khác biệt ở chỗ, kết hợp tinh bột cation, copolyme cation của acrylamit và copolyme anion của acrylamit trong huyền phù sợi từng thành phần một và riêng biệt với nhau, tốt hơn là tại các vị trí xử lý khác nhau.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5 nêu trên, khác biệt ở chỗ, bổ sung các vi hạt bentonit vào huyền phù sợi, tốt hơn với lượng nằm trong khoảng từ 1,5 đến 4 kg/tấn, tốt hơn là từ 2 đến 3 kg/tấn.
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, bổ sung các vi hạt bentonit vào huyền phù sợi một cách đồng thời nhưng riêng biệt với copolyme anion của acrylamit, tốt hơn sau giai đoạn cắt cơ học cuối cùng trước hộp bột.
8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7 nêu trên, khác biệt ở chỗ, bổ sung copolyme cation của acrylamit vào huyền phù sợi sau khi kết hợp tinh bột cation và trước khi bổ sung copolyme anion của acrylamit và các vi hạt bentonit tùy ý.
9. Hệ xử lý để tạo ra giấy hoặc lớp bề mặt của bìa nhiều lớp từ huyền phù sợi, trong đó ít nhất 90% khối lượng của sợi xuất phát từ quy trình nghiền bột giấy cơ học, hóa - nhiệt cơ học và/hoặc quy trình nghiền bột khử mực giấy thải văn phòng, hệ này bao gồm:

- thành phần huyền phù, thành phần này được kết hợp vào trong huyền phù sợi và thành phần này bao gồm ít nhất là các thành phần sau:

- (a) tinh bột cation, thành phần này được kết hợp vào trong huyền phù sợi,
 - (b) copolyme cation của acrylamit và các monome cation,
 - (c) copolyme anion của acrylamit và hơn 30% mol của các monome anion;
- và

- thành phần bề mặt, thành phần này được phủ lên bề mặt của giấy và thành phần này bao gồm thành phần bề mặt dạng nước bao gồm chất kết dính polyme.
10. Hệ xử lý theo điểm 9, khác biệt ở chỗ, copolyme cation của acrylamit là copolyme của acrylamit và ít nhất một monome cation được lựa chọn từ 2-(dimethylamino)ethylacrylat (ADAM), [2-(acryloyloxy)ethyl] trimethylamoni clorua (ADAM-Cl), 2-(dimethylamino)ethyl acrylat benzylclorua, 2-(dimethylamino)ethyl acrylat dimetylsulphat, 2-dimethylaminoethyl metacrylat (MADAM), [2-(metacryloyloxy)ethyl] trimethylamoni clorua (MADAM-Cl), 2-dimethylaminoethyl metacrylat dimetylsulphat, [3-(acryloylamino)propyl] trimethylamoni clorua (APTAC) và [3-(metacryloylamino)propyl] trimethylamoni clorua (MAPTAC).
 11. Hệ xử lý theo điểm 9 hoặc 10, khác biệt ở chỗ, copolyme cation là copolyme cation của acrylamit và ít nhất 4% mol, tốt hơn nữa 4 đến 15% mol, thậm chí tốt hơn nữa 5 đến 11% mol, của các monome cation.
 12. Hệ xử lý theo điểm 9, 10 hoặc 11, khác biệt ở chỗ, copolyme anion của acrylamit bao gồm nhiều hơn 40% mol, tốt hơn 45 đến 70% mol, của các monome anion.
 13. Hệ xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 12 nêu trên, khác biệt ở chỗ, copolyme anion của acrylamit có độ nhớt bên trong nằm trong khoảng từ 1,3 đến 3,5 dl/g.
 14. Hệ xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 12 nêu trên, khác biệt ở chỗ, copolyme anion của acrylamit có độ nhớt bên trong nằm trong khoảng từ 5 đến 10 dl/g.
 15. Hệ xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 14 nêu trên, khác biệt ở chỗ, copolyme anion của acrylamit có trị số $\tan(\delta)$ nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5, tốt hơn từ 0,8 đến 1,8.
 16. Hệ xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 15 nêu trên, khác biệt ở chỗ, copolyme anion của acrylamit là copolyme anion liên kết ngang.

17. Hệ xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 16 nêu trên, khác biệt ở chỗ, thành phần huyền phù còn chứa chất hồ bên trong tổng hợp được ổn định bằng polyme cation, chất hồ bên trong tổng hợp này tốt hơn là alkyl succinic anhydrit.
18. Hệ xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 17 nêu trên, khác biệt ở chỗ, thành phần bề mặt là thành phần hồ bề mặt chứa tinh bột thoái biến làm chất kết dính polyme.
19. Hệ xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 18 nêu trên, khác biệt ở chỗ, thành phần huyền phù còn chứa các vi hạt bentonit.

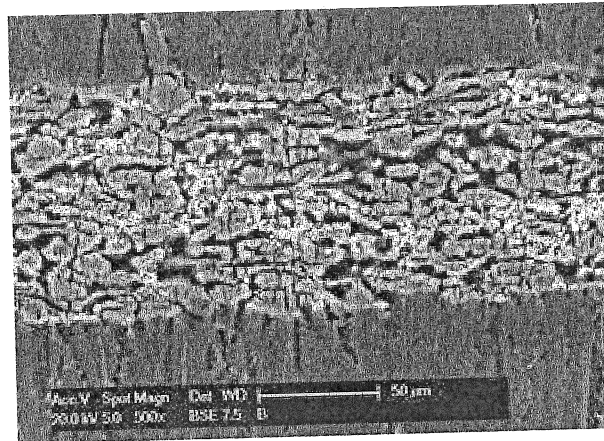


Fig.1a

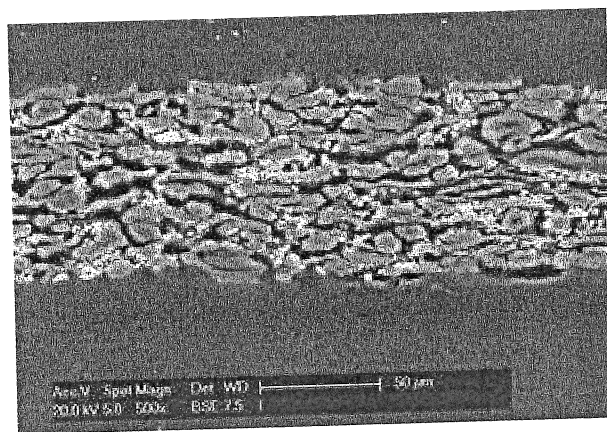


Fig.1b