



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0002972

(51) **C09D 5/18**
2020.01

(13) **Y**

(21) 2-2020-00245

(22) 01/06/2020

(45) 25/08/2022 413

(43) 27/07/2020 388AHI

(73) Viện Hóa học, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam (VN)
Viện Hóa học, Viện Hàn lâm Khoa học & Công nghệ Việt Nam - Số 18 Hoàng Quốc
Việt, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) Trần Quang Vinh (VN); Vũ Anh Tuấn (VN); Nguyễn Thị Nhiệm (VN); Đoàn Thị
Hải (VN).

(54) QUY TRÌNH CHẾ TẠO VẢI POLYESTE - COTTON CHỐNG CHÁY

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình chế tạo chế tạo vải polyeste - cotton chống
cháy bao gồm các bước:

(i) tạo ra dung dịch phủ chứa graphen đa lớp được biến tính với 9,10-dihydro-9-oxa-10-
phosphaphenanthren-10-oxit, dung dịch keo silic oxit 40% và nước; trong đó tỷ lệ theo
khối lượng của graphen đa lớp : dung dịch keo silic oxit 40% : nước là 1 : (1-1,5) : (2-2,5);

(ii) phủ dung dịch phủ lên vải polyeste - cotton bằng cách nhúng vải polyeste - cotton
vào trong dung dịch phủ, rung siêu âm dung dịch phủ để tăng khả năng phân tán của dung
dịch phủ vào vải, lấy vải ra để khô tự nhiên, sau đó sấy khô để thu được vải polyeste -
cotton đã được phủ; và

(iii) tùy ý, lặp lại bước (ii).

Vải polyeste - cotton chống cháy thu được có mức chỉ số oxy tới hạn đạt 34%.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình chế tạo vải polyeste - cotton chống cháy sử dụng graphen đa lớp và dung dịch chất kết dính .

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Vải dạng tổ hợp polyeste - cotton được sử dụng rộng rãi trong ngành công nghiệp may mặc dân dụng và quốc phòng. Trong lĩnh vực cứu hỏa, vải dạng tổ hợp polyeste - cotton được sử dụng để chế tạo quần áo và găng tay cho lính cứu hỏa. Tuy nhiên, với khả năng chống cháy kém, vật liệu tỏ ra chưa phù hợp với mục đích nêu trên. Các nghiên cứu đã biết trong chế tạo vật liệu vải dạng tổ hợp polyeste - cotton chống cháy tập trung vào phương pháp tạo lớp phủ chống cháy bảo vệ bên ngoài bề mặt vải với kỹ thuật tạo ra nhiều tầng lớp chống cháy với mục đích phủ kín hoàn toàn bề mặt vải. Yimin Ji và các cộng sự đã công bố kết quả nghiên cứu trên tạp chí Materials & Design (doi: 10.1016/j.matdes.2017.08.006) về chế tạo vải lụa chống cháy bằng phương pháp phủ graphen oxit lên bề mặt vải. Graphen oxit được chế tạo dưới dạng dung dịch sol-gel. Dung dịch này được điều chế qua nhiều bước, với hàm lượng graphen oxit khá thấp (25 mg/ml). Bởi vậy, để đạt được hàm lượng graphen oxit đảm bảo phủ kín bề mặt vải, quá trình phủ đòi hỏi mất nhiều thời gian và số lần phủ. Hơn thế nữa, sau khi phủ, graphen oxit cần được khử về dạng graphen. Các quy trình để chế tạo vải chống cháy khi đó trở nên phức tạp, khó triển khai ở quy mô lớn.

Trong một công bố tổng quan tình hình nghiên cứu của Giulio Malucelli công bố trên tạp chí coatings, tập 6(33) (doi:10.3390/coatings6030033) cũng cho thấy khi phủ graphen oxit lên các loại vải khác như cotton, polyeste hay các dạng vải tổ hợp, bề mặt vải trước đó cần được xử lý biến tính giúp tạo ra các nhóm chức phù hợp để tạo liên kết với graphen oxit. Điều này càng làm cho quy trình chế tạo vật liệu trở nên phức tạp, khó triển khai và tốn kém.

Do đó, có nhu cầu về quy trình chế tạo vải polyeste - cotton chống cháy đơn giản nhưng vẫn đảm bảo được hiệu quả chống cháy.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất quy trình chế tạo vải polyeste - cotton chống cháy sử dụng graphen đa lớp kết hợp với dung dịch chất kết dính keo silic oxit và nước để tạo ra lớp phủ có khả năng chống cháy cao, đơn giản hóa quá trình kết nối giữa graphen đa lớp và bề mặt vải thông qua chất cầu nối trung gian là silic oxit. Ngoài ra, lớp silic oxit phủ lên bề mặt cũng có tác dụng giúp tăng khả năng chống cháy của vải rất hiệu quả, tức là dung dịch keo silic oxit được sử dụng với cả vai trò chất kết dính và chất tăng khả năng chống cháy.

Để đạt được mục đích trên, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình chế tạo vải polyeste - cotton chống cháy sử dụng graphen đa lớp kết hợp với dung dịch chất kết dính keo silic oxit và nước, bao gồm các bước:

(i) tạo ra dung dịch phủ chứa graphen đa lớp được biến tính với 9,10-dihydro-9-oxa-10-phosphaphenanthren-10-oxit, dung dịch keo silic oxit 40% và nước; trong đó tỷ lệ theo khối lượng của graphen đa lớp : dung dịch keo silic oxit 40% : nước là 1 : (1-1,5) : (2-2,5);

(ii) phủ dung dịch phủ lên vải polyeste – cotton bằng cách nhúng vải polyeste – cotton vào trong dung dịch phủ, rung siêu âm dung dịch phủ để tăng khả năng phân tán của dung dịch phủ vào vải, lấy vải ra để khô tự nhiên, sau đó sấy khô để thu được vải polyeste – cotton đã được phủ; và

(iii) tùy ý, lặp lại bước (ii).

Theo một phương án ưu tiên, tốt nhất nếu tỷ lệ theo khối lượng của graphen đa lớp : dung dịch keo silic oxit 40% : nước là 1 : 1,43 : 2,43.

Theo một phương án ưu tiên khác, tổng số lần phủ là 16 lần và, sau lần sấy sau cùng, tấm vải được rửa lại bằng nước, sau đó sấy khô.

Theo một phương án ưu tiên khác, tốt hơn nếu vải polyeste – cotton được xử lý bề mặt để làm sạch các chất bẩn hoặc chất bảo vệ bề mặt vải, tốt

nhất nếu vải polyeste – cotton được xử lý bằng cách ngâm trong axeton để loại bỏ chất phủ bề mặt sợi, sau đó sấy khô.

Mặc dù các nền khác cũng có thể được sử dụng trong giải pháp hữu ích này để thay thế cho nền vải polyeste - cotton, tuy nhiên, để tăng khả năng chống cháy thì vải polyeste – cotton được ưu tiên sử dụng. Ngoài ra, để cân bằng giữa khả năng chống cháy của polyeste và độ mềm mại, thoáng của vải cotton, tức là cân bằng giữa hiệu năng và cảm giác của người sử dụng, tốt nhất nếu vải polyeste – cotton là vải chứa 65% khối lượng polyeste và 35% khối lượng cotton.

(i) xử lý bề mặt của vải polyeste - cotton:

- a. rửa vải 3 lần với nước cất;
- b. sấy vải đã rửa bằng nước cất ở 70°C trong 1 giờ;
- c. ngâm vải đã sấy với axeton trong 24 giờ, rửa lại 3 lần bằng nước cất;
- d. sấy vải đã xử lý axeton ở 70°C trong 1 giờ;

(ii) tổng hợp graphen đa lớp:

- a. sấy khô bột graphit ở 70°C trong 10 giờ;
- b. bột graphit được khuấy trong hỗn hợp dung dịch $\text{H}_2\text{O}_2(30\%):\text{H}_2\text{SO}_4(98\%) = 1:1,5$ về thể tích trong 2 giờ ở nhiệt độ 20°C;
- c. rửa bột graphit thu được đến khi pH=7, sấy trong điều kiện chân không ở 70°C trong 24 giờ;
- d. sốc nhiệt bột graphit thu được trong lò vi sóng với công suất 800W trong 70 giây;
- e. bột thu được sau sốc nhiệt tiếp tục được thực hiện lại các bước b, c, d thêm một lần nữa để thu được graphit dẫn nhiệt;
- f. phân tán graphit dẫn nhiệt trong dung môi axetonitril, siêu âm hỗn hợp bằng máy siêu âm đầu cực phẳng (48W, 24 kHz) trong 12 giờ ở nhiệt độ duy trì 15-30°C bằng nước đá;

- g. rửa chất rắn bằng cồn và nước cất, sấy trong điều kiện chân không ở 80°C trong 24 giờ, thu được graphen đa lớp;
- (iii) biến tính graphen đa lớp với 9,10-dihydro-9-oxa-10-phosphaphenanthren-10-oxit (DOPO):
- hỗn hợp chứa 2.5 gam graphen đa lớp phân tán trong 100 ml tetrahydrofuran (THF) được siêu âm 30 phút trong bể siêu âm;
 - hỗn hợp được chuyển vào bình cầu ba cổ và thổi đuổi không khí bằng khí trơ Ar;
 - khuấy hòa tan 1 gam DOPO trong 25 ml THF, sau đó thêm vào hỗn hợp chứa graphen đa lớp và THF đã chuẩn bị ở trên;
 - đun nóng hỗn hợp đến 70°C và hồi lưu trong 12 giờ trong điều kiện thổi khí Ar;
 - lọc chất rắn và rửa bằng 100 ml dung môi THF khan và 100 ml axeton, sau đó sấy khô mẫu rắn trong tủ sấy chân không ở 80°C trong 24 giờ để thu được vật liệu graphen đa lớp biến tính với phospho (Gnp-P);
- (iv) tạo ra dung dịch phủ chứa Gnp-P kết hợp với dung dịch kết dính gồm ludox AS-40 và nước theo tỷ lệ về khối lượng (graphen đa lớp: ludox AS-30 : nước) bằng (1 : 1,43 : 2,43);
- (v) phủ dung dịch lên bề mặt vải 16 lần, mỗi lần phủ bao gồm các công đoạn:
- nhúng 2 mét vuông vải (4 tấm vải kích thước 71x71 cm) đã xử lý bề mặt vào 3 lít dung dịch phủ;
 - siêu âm 30 phút;
 - lấy vải ra và để khô tự nhiên 15 phút;
 - sấy ở 80°C trong 30 phút;
 - rửa đến khi pH về bằng 7;
 - sấy khô lại ở 110°C trong 1 giờ;

Vải polyeste - cotton chống cháy thu được bằng quy trình nêu trên có hiệu quả chống cháy cao, đạt mức V-0 theo phương pháp đo tiêu chuẩn UL-94 và chỉ số oxy tới hạn đạt 34%.

Kỹ thuật sử dụng dung dịch kết dính gồm ludox AS-40 và nước là điểm khác biệt nhất của giải pháp hữu ích này so với những công trình đã công bố trước đây. Các tác giả giải pháp hữu ích nhận thấy rằng, nhờ việc sử dụng dung dịch chất kết dính, vải polyeste không cần trải qua bước biến tính bề mặt, giúp đơn giản hóa quá trình phủ graphen lên bề mặt vải. Ngoài ra, chất kết dính silic oxit cũng là một tác nhân rất tốt giúp tăng cường khả năng chống cháy của vật liệu vải polyeste - cotton thu được từ quy trình này.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Dưới đây, giải pháp hữu ích sẽ được mô tả chi tiết hơn theo từng phương án thực hiện.

Trong giải pháp hữu ích này, việc sử dụng chất kết dính giúp đơn giản hóa quy trình chế tạo vải chống cháy và khả năng triển khai ở quy mô lớn. Hơn thế nữa, silic oxit cũng được biết đến là một chất chống cháy rất hiệu quả khi ở dạng màng bao phủ bề mặt của vật liệu như vải. Sự có mặt của silic oxit sẽ hỗ trợ tăng cường khả năng bảo vệ bề mặt vải cùng với graphen. Không những thế, graphen trước khi sử dụng được biến tính với hợp chất chứa phospho như (9,10-Dihydro-9-oxa-10-phosphaphenanthren 10-oxit) (dưới đây gọi tắt là DOPO). DOPO được biết đến là một chất chống cháy dạng phòng nổ, rất hiệu quả để bảo vệ các bề mặt khỏi sự cháy, được sử dụng nhiều trong chế tạo sơn chống cháy. Việc biến tính graphen với DOPO không những giúp tăng khả năng phân tán của graphen trên bề mặt vải mà còn giúp tạo ra một dạng hợp chất chống cháy hiệu quả để bảo vệ bề mặt của vật liệu vải dạng tổ hợp polyeste - cotton. Theo đó, việc sử dụng graphen biến tính với DOPO kết hợp với sử dụng chất kết dính dạng silic oxit để tăng cường khả năng chống cháy của bề mặt vải dạng tổ hợp polyeste - cotton không những có thể áp

dụng cho loại vải này mà còn áp dụng được cho các loại vải khác nhằm tạo ra sự đa dạng cho việc chế tạo các loại vải chống cháy.

Xử lý vải polyeste – cotton

Như đã nêu ở trên, vải polyeste – cotton sẽ được xử lý để loại bỏ các chất bẩn, các lớp bảo vệ trong quá trình sản xuất vải. Tất cả các biện pháp làm sạch đều có thể áp dụng. Tốt nhất nếu vải này được rửa sạch, sấy khô, sau đó ngâm trong axeton để loại bỏ các chất hữu cơ, màng bảo vệ. Để loại bỏ triệt để các chất hữu cơ bảo vệ trên bề mặt vải, vải được ngâm với axeton trong vài giờ, tốt nhất là 24 giờ. Axeton sẽ hòa tan hoàn toàn các chất bảo vệ. Thời gian thấp hơn 24 giờ sẽ không đủ để loại bỏ hoàn toàn các chất bảo vệ. Vải sau đó được rửa lại bằng nước để loại bỏ axeton còn bám lại trong vải và được sấy khô lại ở 70°C trong 1 giờ. Bước sấy khô vải cần thực hiện ở nhiệt độ thấp vì vải polyeste - cotton có độ bền nhiệt thấp. Thời gian 1 giờ là vừa đủ để làm khô tấm vải.

Ngoài ra, để cân bằng giữa khả năng chống cháy của polyeste và độ mềm mại, thoáng của vải cotton, tức là cân bằng giữa hiệu năng và cảm giác của người sử dụng, tốt nhất nếu vải polyeste – cotton là vải chứa 65% khối lượng polyeste và 35% khối lượng cotton.

Biến tính graphen đa lớp với DOPO

Graphen đa lớp viết tắt là Gnp có thể được mua sẵn trên thị trường hoặc được tổng hợp theo cách được mô tả sau đây. Tốt nhất nếu Gnp được tự tổng hợp để chủ động trong sản xuất và giảm chi phí. Vật liệu Gnp được thực hiện quá trình biến tính với hợp chất chứa phospho với 2 mục đích gồm hữu cơ hóa bề mặt của Gnp để tăng cường khả năng phân tán Gnp trên vải. Ngoài ra hợp chất DOPO sử dụng trong quá trình biến tính bề mặt Gnp được biết đến là chất chống cháy dạng phòng nổ, sẽ hỗ trợ rất tốt cho Gnp để tạo thành một lớp bảo vệ bên ngoài bề mặt của vải polyeste - cotton.

Việc biến tính Gnp bằng DOPO có thể dễ dàng được thực hiện bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật bởi bất kỳ cách thức phù

hợp nào miễn sao tạo ra được Gnp biến tính DOPO. Tốt nhất, Gnp được biến tính theo các bước sau.

Quá trình biến tính Gnp được thực hiện trong dung môi THF là dung môi phân cực, giúp phân tán tốt cả Gnp và DOPO. Thiết bị thực hiện quá trình biến tính trước đó được siêu âm để tạo hỗn hợp đồng nhất và đuổi không khí bằng khí trơ Ar để tránh hiện tượng DOPO phản ứng với hơi ẩm trong không khí làm biến đổi tính chất của DOPO. Quá trình biến tính được thực hiện ở nhiệt độ thấp 70°C trong 12 giờ ở điều kiện hồi lưu và thổi khí Ar là các điều kiện tối ưu giúp DOPO được cố định lên Gnp. Sau đó, chất rắn được rửa lại bằng dung môi THF khan và axeton để loại bỏ hoàn toàn DOPO dư, và được sấy khô lại trong điều kiện chân không ở 80°C để loại bỏ hoàn toàn lượng nước trong vật liệu, thu được vật liệu graphen đa lớp biến tính với phospho (Gnp-P);

Tổng hợp graphen đa lớp

Vật liệu graphen đa lớp (Gnp) được tổng hợp từ graphit có độ sạch cao trên 99% khối lượng được thực hiện bằng cách sấy khô graphit ở 70°C trong 10 giờ để đảm bảo loại bỏ hoàn toàn lượng ẩm (nếu có) ở trong mẫu graphit. Nhiệt độ sấy ở 70°C để đảm bảo graphit không bị oxy hóa bởi nhiệt độ làm thay đổi tính chất của nguyên liệu. Tiếp theo, graphit được trộn với các chất có tính oxy hóa mạnh là H₂O₂ 30% và H₂SO₄ đặc để tạo ra các nhóm chức chèn vào giữa các lớp graphit, làm cho khoảng cách giữa các lớp graphit giãn rộng thêm, tạo điều kiện cho quá trình bóc tách lớp ở các bước sau. Thời gian 2 giờ khuấy graphit trong hỗn hợp dung dịch H₂O₂ 30% và H₂SO₄ đặc là đủ để tăng khoảng cách giữa các lớp graphit đến một giá trị không thay đổi nếu tiếp tục tăng thời gian. Trong quá trình oxy hóa graphit bằng dung dịch H₂O₂ 30% và H₂SO₄ đặc, nhiệt độ của hệ sẽ bị tăng lên do bản chất quá trình oxy hóa tỏa nhiệt. Sự tăng nhiệt độ làm giảm khả năng oxy hóa graphit. Vì vậy cần khống chế nhiệt độ quá trình oxy hóa ở 20°C bằng một lớp nước đá bao quanh bình phản ứng.

Sau quá trình oxy hóa, cần loại bỏ các tác nhân oxy hóa bằng cách rửa bột graphit với nước đến khi pH đạt bằng 7, tiếp theo là quá trình sấy graphit ở 70°C trong điều kiện chân không, 24 giờ để loại bỏ hoàn toàn lượng nước sau quá trình rửa mẫu.

Bột graphit đã được oxy hóa được tiến hành sốc nhiệt trong lò vi sóng với công suất 800W (công suất lớn nhất của lò vi sóng thương mại) trong 70 giây để đảm bảo quá trình bóc tách xảy ra hoàn toàn. Sau quá trình sốc nhiệt lần 1, bột graphit lại được thực hiện lại các bước từ trộn với dung dịch H₂O₂ 30% và H₂SO₄ đặc để oxy hóa lần 2 và sau đó sốc nhiệt lần 2 để tăng hiệu quả quá trình bóc tách bột graphit.

Quá trình bóc tách graphit tiếp tục được tiến hành ở bước cao hơn, sử dụng phương pháp siêu âm đầu cực. Graphit được phân tán trong dung môi axetonitril là dung môi giúp hỗ trợ quá trình bóc tách graphit. Quá trình siêu âm đầu cực được tiến hành trên máy siêu âm đầu cực phẳng (48W, 24 kHz) trong 12 giờ ở nhiệt độ duy trì 15-30°C bằng nước đá. 12 giờ là thời gian tối ưu để vật liệu đạt được diện tích bề mặt riêng lớn nhất có thể với phương pháp bóc tách bằng siêu âm đầu cực. Quá trình siêu âm làm tăng nhiệt độ rất nhanh, vì vậy cần khống chế nhiệt độ bằng nước đá để đảm bảo luôn giữ được nhiệt độ quá trình siêu âm từ 15-30°C. Sau quá trình siêu âm, vật liệu được rửa lại bằng cồn và sau đó bằng nước cất để loại bỏ hết dung môi axeton nitril và sấy lại ở nhiệt độ 70°C trong 24 giờ để loại bỏ hoàn toàn lượng nước trong mẫu vật liệu Gnp thu được.

Dung dịch keo silic oxit trong nước

Keo silic oxit trong nước là dung dịch chất kết dính đã được bán sẵn trên thị trường và được sử dụng khá phổ biến làm chất kết dính. Các tiền chất silic oxit ở dạng Si(OH)₄ có trong dung dịch sẽ thủy phân tạo ra mạng lưới silic oxit. Keo silic oxit trong nước được bán sẵn dưới tên thương mại Ludox như Ludox AS, Ludox TM, Ludox AM với các nồng độ từ 30 đến 50% keo silica phân tán trong nước.

Sau khi chuẩn bị các nguyên liệu bao gồm Gnp-P, dung dịch keo silic oxit, nước, tiến hành phối trộn để tạo ra dung dịch phủ dùng để phủ lên vải polyeste-cotton.

Tạo ra dung dịch phủ chứa Gnp-P kết hợp với dung dịch kết dính

Dung dịch phủ chứa Gnp-P được chế tạo bằng cách trộn Gnp-P với dung dịch keo silic oxit 40% và nước; trong đó tỷ lệ theo khối lượng của graphen đa lớp : dung dịch keo silic oxit 40% : nước là 1 : (1-1,5) : (2-2,5), tốt nhất nếu tỷ lệ này là 1 : 1,43 : 2,43. Để tăng sự phân bố đồng đều, các biện pháp như khuấy, rung siêu âm được sử dụng.

Có thể sử dụng dung dịch keo silic oxit có nồng độ khác, miễn sao tỷ lệ nồng độ của silic oxit trong dung dịch phủ không có sự thay đổi.

Phủ dung dịch lên bề mặt vải

Sau khi có dung dịch phủ, Gnp-P được tiến hành phủ lên bề mặt vải bằng cách nhúng vải vào dung dịch phủ, sử dụng siêu âm để phân tán đều Gnp-P len lỏi vào các thớ vải, đảm bảo phủ kín bề mặt vải. Quá trình phủ được thực hiện lặp đi lặp lại vài lần nhất định miễn sao tạo ra lớp phủ đủ dày, kín toàn bộ bề mặt vải để tạo thành lớp bảo vệ chống cháy hữu hiệu. Số lần nhúng không bị hạn chế, nhưng tốt nhất là từ 10 đến dưới 20 lần nhúng. Quá trình phủ sử dụng siêu âm 30 phút là đủ thời gian để phân tán đều các hạt Gnp-P. Giữa các lần nhúng, cần để vải khô tự nhiên trong 15 phút để loại bỏ một phần dung dịch phủ thừa ra khỏi vải, sau đó mới tiến hành sấy nhanh ở 80°C trong 30 phút. Quá trình là đủ để Gnp-P liên kết với bề mặt vải mà không cần loại bỏ hoàn toàn lượng nước có trong vật liệu.

Sau lần phủ cuối cùng, vải được rửa bằng nước để hạ pH về trung tính, sấy khô ở 110°C trong 1 giờ để làm khô hoàn toàn vải.

Đặc trưng vật liệu

Mẫu vải polyeste - cotton chống cháy thu được bằng quy trình nêu trên được đặc trưng các tính chất Hóa lý bằng các phương pháp đo Fe-SEM,

phương pháp đo độ bền xé và độ bền đâm xuyên. Tính chất chống cháy của vải được xác định bằng các phương pháp đo chỉ số oxy tới hạn LOI.

Phương pháp đo Fe-SEM cho thấy rõ ràng chất chống cháy Gnp-P đã được bao phủ lên toàn bộ bề mặt tấm vải với độ che phủ tuyệt đối. Tính chất cơ lý độ bền xé bị giảm khoảng 50% so với vải ban đầu. Trong khi đó, độ bền đâm xuyên của mẫu vải polyeste - cotton chống cháy không thay đổi nhiều.

Vải polyeste - cotton chống cháy có chỉ số LOI phân tích đạt 34% theo phương pháp đo chỉ số oxy tới hạn. Kết quả này cho thấy mẫu vải có khả năng chống cháy cũng như tự dập tắt rất tốt.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: Chế tạo 2 mét vuông vải polyeste - cotton (65/35% khối lượng) chống cháy

2 mét vuông vải (4 tấm kích thước 71x71 cm) được làm sạch với nước cất 3 lần để loại bỏ triệt để các loại bụi bẩn cơ học trên bề mặt vải. Sau đó, vải được sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ 70°C trong 1 giờ. Vải được ngâm với axeton trong 24 giờ, sau đó được rửa lại bằng nước 3 lần và được sấy khô lại trong tủ sấy ở 70°C trong 1 giờ.

Biến tính graphen đa lớp với DOPO: 50 gam graphen đa lớp (Gnp) được phân tán trong 3 lít dung môi THF, siêu âm bằng bể siêu âm trong 30 phút để tạo hỗn hợp đồng nhất và đuổi không khí trong bình phản ứng bằng khí trơ Ar (tốc độ thổi khí 5 lít/phút) trong 30 phút. Quá trình biến tính được thực hiện ở nhiệt độ thấp 70°C trong 12 giờ ở điều kiện hồi lưu và thổi khí Ar. Chất rắn thu được sau phản ứng được lọc và rửa lại bằng 3 lít dung môi THF khan và 3 lít axeton, sấy khô lại trong điều kiện chân không ở 80°C, thu được vật liệu graphen đa lớp biến tính với phospho (Gnp-P);

Tạo ra dung dịch phủ chứa Gnp-P kết hợp với dung dịch kết dính:

Dung dịch phủ chứa Gnp-P được chế tạo bằng cách trộn 50 gam Gnp-P với dung dịch kết dính gồm 71,5 gam Ludox AS-40 và 121,5 gam nước, siêu âm hỗn hợp trong bể siêu âm 30 phút.

Phủ dung dịch lên bề mặt vải 16 lần:

Gnp-P được tiến hành phủ lên bề mặt vải bằng cách nhúng 4 tấm vải vào 3 lít dung dịch phủ có thành phần như trên, sử dụng siêu âm 30 phút, lấy vải ra để ráo dung dịch trong 15 phút và sấy khô ở 80°C trong 30 phút. Quá trình phủ được thực hiện 16 lần. Vải thu được sau quá trình phủ được rửa bằng nước để hạ pH mẫu về 7, sấy khô trong tủ sấy ở 110°C trong 1 giờ để thu được 2 mét vuông vải polyeste - cotton (65/35% khối lượng) chống cháy.

Vải polyeste/cotton (65/35% khối lượng) chống cháy thu được ở trên có hiệu quả chống cháy cao, đạt mức V-0 theo phương pháp đo tiêu chuẩn UL-94 và chỉ số oxy tối hạn đạt 34%.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Đã chế tạo thành công vải polyeste - cotton chống cháy sử dụng graphen đa lớp biến tính DOPO trộn với dung dịch chất kết dính nền keo silic oxit. Vải polyeste - cotton chống cháy có hiệu quả chống cháy cao, mức chỉ số oxy tối hạn LOI đạt 34%. Quy trình chế tạo đơn giản, dễ thực hiện. Vải polyeste - cotton chống cháy có thể được ứng dụng trong nhiều sản phẩm khác nhau sử dụng vải polyeste - cotton với khả năng chống cháy được tối ưu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình chế tạo chế tạo vải polyeste – cotton chống cháy bao gồm các bước:

(i) tạo ra dung dịch phủ chứa graphen đa lớp được biến tính với 9,10-dihydro-9-oxa-10-phosphaphenanthren-10-oxit, dung dịch keo silic oxit 40% và nước; trong đó tỷ lệ theo khối lượng của graphen đa lớp : dung dịch keo silic oxit 40% : nước là 1 : (1-1,5) : (2-2,5);

(ii) phủ dung dịch phủ lên vải polyeste – cotton bằng cách nhúng vải polyeste – cotton vào trong dung dịch phủ, rung siêu âm dung dịch phủ để tăng khả năng phân tán của dung dịch phủ vào vải, lấy vải ra để khô tự nhiên, sau đó sấy khô để thu được vải polyeste – cotton đã được phủ; và

(iii) tùy ý, lặp lại bước (ii).

2. Quy trình chế tạo vải polyeste – cotton chống cháy theo điểm 1, trong đó tỷ lệ theo khối lượng của graphen đa lớp : dung dịch keo silic oxit 40% : nước là 1 : 1,43 : 2,43.

2. Quy trình chế tạo vải polyeste – cotton chống cháy theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tổng số lần phủ là 16 lần và, sau lần sấy sau cùng, tấm vải được rửa lại bằng nước, sau đó sấy khô.

3. Quy trình chế tạo vải polyeste – cotton chống cháy theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vải polyeste – cotton được xử lý bề mặt bằng cách ngâm với axeton trong 24 giờ để loại bỏ chất phủ bề mặt sợi, sau đó sấy khô ở 70°C trong 1 giờ.

4. Quy trình chế tạo vải polyeste – cotton chống cháy theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vải polyeste – cotton là vải chứa 65% khối lượng polyeste và 35% khối lượng cotton.