



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

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

(11)



1-0033954

(51)⁷ C08L 5/06; C08F 251/00; C08L 3/02

(13) B

(21) 1-2016-02606

(22) 15/07/2016

(45) 25/11/2022 416

(43) 25/01/2018 358A

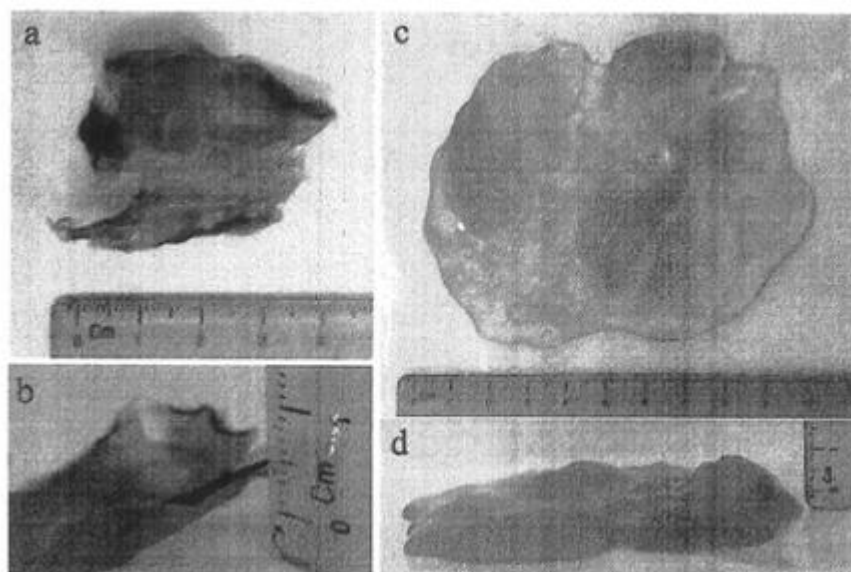
(73) Viện Công nghệ Hóa học (VN)

Số 1A Thanh Lộc 29, phường Thanh Lộc, quận 12, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Đỗ Mạnh Huy (VN); Phạm Tuấn Anh (VN); Đỗ Anh Nhật (VN); Trần Đức Tuấn (VN); Hồ Trọng Khánh (VN); Nguyễn Xuân Thơm (VN); Dương Phước Đạt (VN).

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU SIÊU HẤP PHỤ NƯỚC TỪ CÂY SƯƠNG SÁO (*PLATOSTOMA PALUSTRE*) VÀ VẬT LIỆU SIÊU HẤP PHỤ NƯỚC THU ĐƯỢC TỪ PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*) và vật liệu siêu hấp phụ nước thu được từ phương pháp này. Phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*) bao gồm các công đoạn: (i) chiết dịch của cây sương sáo (*Platostoma palustre*), (ii) biến tính tinh bột, (iii) polyme hóa dịch chiết với gel tinh bột biến tính thu được, (iv) định hình, (v) đề hydrat hóa và (vi) sấy. Vật liệu siêu hấp phụ nước thu được từ phương pháp này có khả năng hấp phụ nước gấp 100-400 lần trọng lượng của vật liệu (g/g) mà không bị phân tán trong nước. Vật liệu siêu hấp phụ nước thu được này có nguồn gốc thực vật tự nhiên an toàn, đáp ứng tiêu chí phát triển bền vững, giá thành thấp, có khả năng hấp phụ nước tương đối cao. Quá trình sản xuất đơn giản, dễ triển khai sản xuất quy mô công nghiệp.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu siêu hấp phụ nước từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*). Cụ thể liên quan đến phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước thân thiện môi trường từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*) và vật liệu siêu hấp phụ nước thu được bằng phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật liệu siêu hấp phụ nước hay polyme siêu hấp phụ nước là những polyme có liên kết chéo ưa nước, chúng có thể hấp phụ lượng lớn chất lỏng lên đến hàng nghìn lần so với khối lượng của chúng. Do khả năng hấp phụ và duy trì lượng nước vượt trội so với vật liệu hấp phụ truyền thống (như xenluloza, bột biển, cotton,...), polyme siêu hấp phụ nước được sử dụng rộng rãi trong nông nghiệp, lâm nghiệp, dược phẩm, bảo quản nông sản thực phẩm, xử lý môi trường, hóa phẩm đời thường. Hiện tại, hầu hết vật liệu siêu hấp phụ nước được tổng hợp trên cơ sở sử dụng polyme có nguồn gốc hóa dầu, có giá thành cao, khó phân hủy, gây ô nhiễm môi trường. Để khắc phục điều này, gần đây nhiều nghiên cứu đã được tiến hành theo hướng sử dụng vật liệu có khả năng phân hủy sinh học như xenluloza, tinh bột, chitosan, nấm, rong biển để tạo ra vật liệu composit siêu hấp phụ. Song quá trình này tổng hợp phức tạp, vật liệu khi hấp phụ nước thường bị phân rã vào nước.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế này là nhằm giải quyết các hạn chế, thiếu sót của vật liệu siêu hấp phụ nước nêu trên, như giá thành cao, không thể tái sinh, khó phân hủy, không thân thiện môi trường, thường bị phân rã trong nước, quá trình tổng hợp phức tạp, sử dụng các monome có nguồn gốc hóa dầu, đắt tiền. Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước thân thiện môi trường trên cơ sở thực vật, cụ thể là từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*). Phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*), phương pháp này bao gồm các công đoạn sau:

- (i) Chiết dịch của cây sương sáo: cây sương sáo (gồm cả thân và lá) và nước tỷ lệ 1-20 : 80 theo trọng lượng được nấu ở 80-140°C, áp suất 50-300 kPa trong 2-6 tiếng, sau đó lọc tách thu dịch chiết;
- (ii) Biến tính tinh bột thành gel trong suốt: sấy tinh bột ở 100-150°C trong 3-20 giờ; trộn tinh bột đã sấy với dung dịch kiềm nồng độ 0,01-0,1% theo tỷ lệ 1/10-1/50 (trọng lượng (g)/thể tích (ml)), sau đó gia nhiệt ở 80-100°C trong 5-30 phút thu được gel tinh bột trong suốt;

- (iii) Đồng polyme hóa dịch chiết sương sáo và gel tinh bột biến tính: khuấy trộn dịch chiết thu được sau bước (i) với gel tinh bột biến tính thu được sau bước (ii) theo tỷ lệ trọng lượng 1-5 : 1 tương ứng, ở 80-100°C trong 5-30 phút;
- (iv) Định hình đổ khuôn dung dịch thu được sau bước (iii), để nguội thu được sản phẩm hydrogen;
- (v) Đề hydrat hóa sản phẩm hydrogen: ngâm sản phẩm hydrogen trong etanol sau đó rửa lại bằng nước sạch; và
- (vi) Sấy sản phẩm nhận được ở bước (v) ở 60-100°C thu được sản phẩm vật liệu siêu hấp phụ nước.

Theo một phương án khác, sáng chế còn đề xuất vật liệu siêu hấp phụ nước thu được từ phương pháp sản xuất trên.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1 biểu diễn hình ảnh của mẫu vật liệu siêu hấp phụ nước thu được ở ví dụ 1 và 2 trước (a, b) và sau (c, d) khi hấp phụ nước.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*) đề xuất trong sáng chế này bao gồm các công đoạn sau:

- (i) Chiết dịch của cây sương sáo: cây sương sáo (gồm cả thân và lá) và nước tỷ lệ 1-20 : 80 theo trọng lượng được nấu ở 80-140°C, áp suất 50-300 kPa trong 2-6 tiếng, sau đó lọc tách thu dịch chiết;
- (ii) Biến tính tinh bột thành gel trong suốt: sấy tinh bột ở 100-150°C trong 3-20 giờ; trộn tinh bột đã sấy với dung dịch kiềm nồng độ 0,01-0,1% theo tỷ lệ 1/10-1/50 (trọng lượng (g)/thể tích (ml)), sau đó gia nhiệt ở 80-100°C trong 5-30 phút thu được gel tinh bột trong suốt;
- (iii) Đồng polyme hóa dịch chiết sương sáo và gel tinh bột biến tính: khuấy trộn dịch chiết thu được sau bước (i) với gel tinh bột biến tính thu được sau bước (ii) theo tỷ lệ trọng lượng 1-5 : 1 tương ứng, ở 80-100°C trong 5-30 phút;
- (iv) Định hình đổ khuôn dung dịch thu được sau bước (iii), để nguội thu được sản phẩm hydrogen;
- (v) Đề hydrat hóa sản phẩm hydrogen: ngâm sản phẩm hydrogen trong etanol sau đó rửa lại bằng nước sạch; và
- (vi) Sấy sản phẩm nhận được ở bước (v) ở 60-100°C thu được sản phẩm vật liệu siêu hấp phụ nước.

Trong đó, dung dịch kiềm có thể là NaOH, KOH, NH₄OH. Tinh bột được chọn trong nhóm bao gồm bột gạo, bột mì, bột sắn, bột ngô, bột khoai tây, bột khoai lang, bột năng. Quá trình ngâm sản phẩm hydrogen trong dung môi etanol sau đó rửa lại bằng nước sạch có thể tiến hành lặp lại 2-10 lần để tăng tính bền và giảm thời gian sấy.

Vật liệu siêu hấp phụ nước thu được từ phương pháp sản xuất trên có khả năng hấp phụ nước trong khoảng 100 – 400 (g nước)/(g vật liệu) mà không bị phân tán trong nước.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: nấu 5 g bột cây sương sáo khô với 90 g nước trong nồi áp suất ở 100°C, áp suất khoảng 150 kPa, trong 3 tiếng, sau đó lọc qua lớp vải thu được dịch chiết sương sáo.

Cân 0,4 g bột gạo đã qua công đoạn sấy ở 130°C trong 15 giờ vào cốc thủy tinh 250 ml cùng với 20 ml dung dịch NaOH 0,03 %, gia nhiệt ở 100°C và khuấy đều trong 6 phút, dung dịch bột chuyển thành gel trong suốt, tiếp đến thêm 50 g dung dịch chiết sương sáo ở trên vào khuấy thêm 10 phút, rồi đem dung dịch trong cốc đổ vào khuôn ống trụ rỗng, để nguội, dung dịch đông đặc thành hydrogen. Đem sản phẩm hydrogen này ngâm rửa trong etanol và nước sạch 3 lần rồi sấy khô ở 70°C thu được vật liệu siêu hấp phụ nước.

Để xác định khả năng hấp phụ nước, vật liệu khô được đem cân xác định khối lượng $m_{\text{khô}}$ sau đó được ngâm trong nước. Sau khi đã trương nở bảo hòa, vật liệu được đem cân xác định khối lượng $m_{\text{trương}}$. Khả năng hấp phụ nước của vật liệu được tính theo công thức: $Q = (m_{\text{trương}} - m_{\text{khô}}) / m_{\text{khô}}$. Kết quả tính toán cho thấy vật liệu có khả năng hấp phụ nước là 122 (g nước/g vật liệu siêu hấp phụ) và vật liệu không bị phân tán vụn vào trong nước, hình ảnh của vật liệu siêu hấp phụ trước và sau khi hấp phụ nước được biểu diễn trên hình 1.

Ví dụ 2: nấu 5 g bột cây sương sáo khô với 90 g nước trong nồi áp suất ở 100°C, áp suất khoảng 150 kPa, trong 3 tiếng, sau đó lọc qua lớp vải thu được dịch chiết sương sáo.

Cân 0,4 g bột gạo đã qua công đoạn sấy ở 150 °C trong 5 giờ vào cốc thủy tinh 250 ml cùng với 20 ml dung dịch NaOH 0,03 % gia nhiệt ở 100°C, khuấy đều trong 6 phút, dung dịch bột chuyển thành gel trong suốt, tiếp đến thêm 50 g dung dịch chiết sương sáo ở trên vào khuấy thêm 10 phút, rồi đem dung dịch trong cốc đổ vào khuôn, để nguội dung dịch đông đặc thành hydrogen. Đem sản phẩm hydrogen này ngâm rửa trong etanol và nước sạch 8 lần rồi sấy khô ở 70 °C thu được vật liệu siêu hấp phụ nước.

Để xác định khả năng hấp phụ nước vật liệu khô được đem cân xác định khối lượng $m_{\text{khô}}$ sau đó được ngâm trong nước. Sau khi đã trương nở bảo hòa, vật liệu được đem cân xác định khối lượng $m_{\text{trương}}$. Khả năng hấp phụ nước của vật liệu được tính theo công thức: $Q = (m_{\text{trương}} - m_{\text{khô}}) / m_{\text{khô}}$. Kết quả tính toán cho thấy vật liệu có khả năng hấp phụ nước là 345 (g nước/g vật liệu siêu hấp phụ) và vật liệu không bị phân tán vụn vào trong nước, hình ảnh của mẫu vật liệu siêu hấp phụ trước và sau khi hấp phụ nước được biểu diễn trên hình 1 cho thấy cả chiều dài của mẫu tăng hơn 2 lần và chiều cao tăng hơn 10 lần sau khi hấp phụ nước.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Quá trình chiết dịch sương sao đơn giản, ít công đoạn, không cần sử dụng hóa chất tổng hợp NaHCO_3 và thiết bị đặc biệt như máy li tâm. Có thể sử dụng tất cả bộ phận thân, rễ, lá của cây sương sao để chiết.

Biến tính tinh bột bởi nhiệt kết hợp kiềm cho phép hồ hóa tất cả các loại tinh bột mà không cần khống chế tốc độ nhỏ dung dịch kiềm nên thuận tiện hơn trong sản xuất. Tuy quá trình này sử dụng hai lần gia nhiệt, nhưng nhiệt trong lần hai này được tận dụng trực tiếp cho phản ứng đồng trùng hợp tạo sản phẩm trong bước tiếp theo.

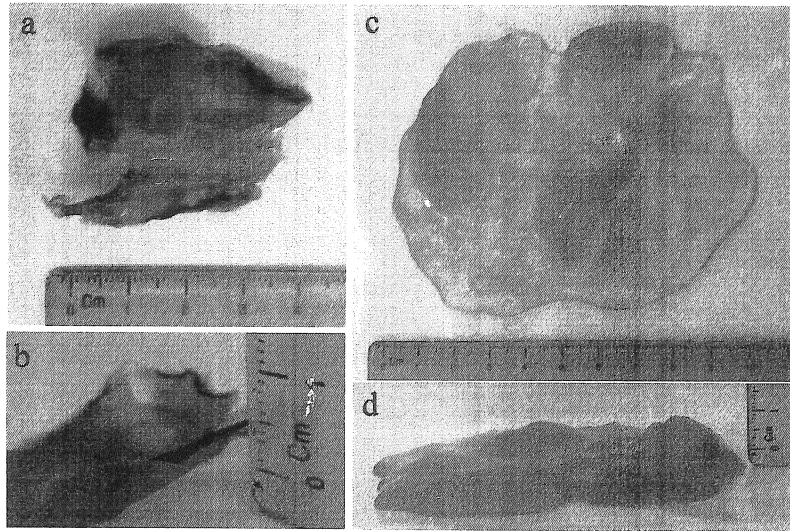
Hoàn toàn có thể và dễ sản xuất quy mô công nghiệp vật liệu siêu hấp phụ nước trên cơ sở liên kết thực vật tinh bột với sương sao mà không cần sử dụng các monome có nguồn gốc hóa dầu, đắt tiền như axit acrylic hay acrylamit, thậm chí còn không cần phải sử dụng chất tạo lưới N, N'-metylenbisacrylamit cùng chất khơi mào $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$.

Do có bản chất tự nhiên nên vật liệu siêu hấp phụ nước này an toàn, thân thiện môi trường, có tính bền vững cao. Ngoài ra vật liệu có khả năng hấp phụ nước cùng độ bền của liên kết polyme tốt, cho phép chúng sau khi hấp phụ nước vẫn bảo đảm trong một hình thái gel nhất định mà không bị phân rã vào nước.

Nguyên liệu tự nhiên cây sương sao, tinh bột sẵn có trong nước nên việc sản xuất và sử dụng vật liệu siêu hấp phụ này cũng giúp gia tăng giá trị sử dụng của cây nông nghiệp như lúa, khoai, ngô, sương sao.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước từ cây sương sáo (*Platostoma palustre*) bao gồm các công đoạn:
 - (i) Chiết dịch của cây sương sáo: cây sương sáo (gồm cả thân và lá) và nước tỷ lệ 1-20 : 80 theo trọng lượng được nấu ở 80-140°C, áp suất 50-300 kPa trong 2-6 tiếng, sau đó lọc tách thu dịch chiết;
 - (ii) Biến tính tinh bột thành gel trong suốt: sấy tinh bột ở 100-150°C trong 3-20 giờ; trộn tinh bột đã sấy với dung dịch kiềm nồng độ 0,01-0,1% theo tỷ lệ 1/10-1/50 (trọng lượng (g)/thể tích (ml)), sau đó gia nhiệt ở 80-100°C trong 5-30 phút thu được gel tinh bột trong suốt;
 - (iii) Đồng polyme hóa dịch chiết sương sáo và gel tinh bột biến tính: khuấy trộn dịch chiết thu được sau bước (i) với gel tinh bột biến tính thu được sau bước (ii) theo tỷ lệ trọng lượng 1-5 : 1 tương ứng, ở 80-100°C trong 5-30 phút;
 - (iv) Định hình đồ khuôn dung dịch thu được sau bước (iii), để nguội thu được sản phẩm hydrogen;
 - (v) Đề hydrat hóa sản phẩm hydrogen: ngâm sản phẩm hydrogen trong etanol sau đó rửa lại bằng nước sạch; và
 - (vi) Sấy sản phẩm nhận được ở bước (v) ở 60-100°C thu được sản phẩm vật liệu siêu hấp phụ nước.
2. Phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước trên cơ sở thực vật tính theo điểm 1, trong đó tinh bột được chọn trong nhóm bao gồm bột gạo, bột mì, bột sắn, bột ngô, bột khoai tây, bột khoai lang, bột năng.
3. Phương pháp sản xuất vật liệu siêu hấp phụ nước trên cơ sở thực vật tính theo điểm 1, trong đó dung dịch kiềm được chọn trong nhóm bao gồm NaOH, KOH, NH₄OH.
4. Vật liệu siêu hấp phụ nước thu được từ nguyên liệu cây sương sáo (*Platostoma palustre*) và tinh bột bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3.
5. Vật liệu siêu hấp phụ nước theo điểm 4, trong đó vật liệu này có khả năng hấp phụ nước 100-400 lần khối lượng của vật liệu mà không bị phân tán trong nước.



Hình 1