



(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)



1-0041690

(51)^{2020.01} C09D 101/02; B82Y 40/00; C08L 1/02

(13) B

(21) 1-2021-07824

(22) 06/12/2021

(45) 25/11/2024 440

(43) 25/02/2022 407

(73) Viện Hóa học, Viện Hàn Lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam (VN)
Nhà A18, Số 18 Hoàng Quốc Việt, Quận Cầu Giấy, Thành Phố Hà Nội

(72) Trịnh Đức Công (VN); Ngô Trịnh Tùng (VN); Vũ Đức Lợi (VN); Trần Thị Thanh
Hợp (VN); Lương Như Hải (VN); Đặng Thị Mai (VN); Nguyễn Thị Thúc (VN);
Trần Thị Ý Nhi (VN).

(54) QUY TRÌNH CHẾ TẠO CHẾ PHẨM PHỦ CHỐNG THẤM NƯỚC DÙNG CHO
GIẤY VÀ CHẾ PHẨM PHỦ CHỐNG THẤM NƯỚC DÙNG CHO GIẤY THU
ĐƯỢC TỪ QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy, đặc biệt thích hợp là giấy kraft, bao gồm các bước biến tính vi sợi xenluloza bằng octadexylamin (ODA) thông qua khớp nối glutaraldehyt (GA) và bước phân tán vi sợi xenluloza biến tính và PVA vào trong nước. Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy thu được từ quy trình này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước và chế phẩm phủ chống thấm nước thu được từ quy trình này. Cụ thể là, chế phẩm phủ chống thấm nước này là chế phẩm phủ vi sợi xenluloza biến tính ODA có góc tiếp xúc giọt nước $> 90^\circ$ và được sử dụng để phủ lên bề mặt giấy để tạo ra tính năng chống thấm nước, giấy này đặc biệt thích hợp nếu là giấy kraft để làm bao bì chống thấm nước.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hiện nay, vấn đề ô nhiễm môi trường do rác thải nhựa, đặc biệt là các loại bao bì nhựa truyền thống như PE, PP, PVC ngày càng trầm trọng, gây ảnh hưởng lớn đến chất lượng sống của người dân, xã hội. Chính vì vậy, thời gian gần đây chính phủ đã ban hành nhiều quyết sách nhằm làm giảm rác thải nhựa không có khả năng phân hủy sinh học và khuyến khích nghiên cứu phát triển các loại vật liệu bao bì thân thiện với môi trường.

Bên cạnh việc nghiên cứu phát triển các loại nhựa có khả năng phân hủy sinh học làm vật liệu bao bì như tinh bột nhiệt dẻo, PLA, v.v., việc sử dụng giấy kraft làm vật liệu bao bì cũng rất được quan tâm. Giấy kraft là loại giấy được chế tạo theo công nghệ kraft có hàm lượng xenluloza cao và do vậy có các tính chất cơ lý cao, phù hợp với làm vật liệu bao bì. Tuy nhiên, giấy kraft có nhược điểm lớn là thành phần xenluloza có trong giấy với các nhóm chức OH có khả năng hút nước cao là làm giảm tính chất cơ lý của giấy kraft. Vì vậy, đối với giấy kraft chưa được chống thấm thì phải bảo quản trong môi trường có độ ẩm nhỏ hơn 7%. Để chống thấm cho giấy kraft hay tạo tính chất kỵ nước cho giấy kraft, cho đến nay một số loại giấy kraft được phủ màng nhựa PE, PP, PVC hay keo alkyl keten dime (AKD) đã được ứng dụng rộng rãi trong thực tế.

Tuy nhiên, các màng phủ nhựa và keo này đều là các thành phần khó phân hủy trong môi trường tự nhiên và do đó có thể có tác động không tốt đến môi trường sống.

Vì vậy, có nhu cầu cao đối với chế phẩm phủ chống thấm nước thân thiện môi trường có khả năng chống thấm nước cho giấy, đặc biệt là giấy kraft dùng làm bao bì.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là khắc phục các nhược điểm nêu trên.

Để khắc phục các nhược điểm nêu trên, sáng chế đã thực hiện biến tính vi sợi xenluloza bằng octadexylamin (ODA) thông qua khớp nối glutaraldehyt (GA) để tạo ra vi sợi xenluloza có tính kỵ nước. Để nâng cao khả năng chống thấm nước cho chế phẩm phủ, tác giả đã thực hiện phân tán rượu polyvinyllic (PVA) vào vi sợi xenluloza đã biến tính trong nước khử ion để thu được chế phẩm phủ chống thấm nước thân thiện với môi trường. Việc sử dụng PVA làm chất kết dính giúp chế phẩm phủ được phủ lên bề mặt sản phẩm đồng đều và đạt hiệu quả chống thấm nước tốt hơn.

Cụ thể là, sáng chế đề cập đến quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy bao gồm các công đoạn:

(i) biến tính vi sợi xenluloza bằng octadexylamin (ODA) thông qua khớp nối glutaraldehyt (GA) bằng cách:

- phân tán vi sợi xenluloza vào trong nước;
- hoà tan octadexylamin vào trong etanol, sau đó bổ sung từ từ kết hợp khuấy vào dung dịch vi sợi xenluloza;
- bổ sung từ từ kết hợp có khuấy dung dịch glutaraldehyt vào trong dung dịch vi sợi xenluloza có ODA, sau đó tăng nhiệt độ dung dịch đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C, tốt nhất là 60°C để thực hiện phản ứng biến tính;
- sau khi kết thúc phản ứng biến tính, lọc và rửa bằng nước và etanol để thu vi sợi xenluloza biến tính;
- tùy ý, sấy khô vi sợi xenluloza biến tính;

(ii) chế tạo chế phẩm phủ bằng cách phân tán vi sợi xenluloza biến tính và PVA vào trong nước, trong đó:

- nồng độ PVA trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% khối lượng; và
- nồng độ vi sợi xenluloza biến tính trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,5% khối lượng.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy thu được từ quy trình nêu trên.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là phổ FTIR của vi sợi xenluloza trước và sau khi biến tính ODA.

Hình 3 là giản đồ nhiệt khối lượng của vi sợi xenluloza trước và sau khi biến tính với ODA.

Hình 4 là ảnh kết quả thu được của phương pháp đo góc tiếp xúc giọt nước trên bề mặt giấy kraft phủ xenluloza biến tính ODA.

Hình 5 là ảnh hưởng của số lần phủ cũng như ảnh hưởng của chất kết dính PVA đến góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính.

Hình 6 là ảnh hưởng của hàm lượng ODA biến tính đến góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính ODA/

Hình 7 là ảnh hưởng của hàm lượng xenluloza biến tính ODA trong dung dịch phủ 1% PVA.

Hình 8 là ảnh hưởng của tỷ lệ chất kết dính PVA đến góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính ODA.

Hình 9 là hình ảnh góc tiếp xúc giọt nước theo thời gian để đánh giá tính chất kỵ nước của giấy kraft phủ vi sợi xenluloza biến tính ODA.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy theo sáng chế là quy trình chế tạo an toàn, thân thiện với môi trường và chế phẩm phủ chống thấm nước thu được có hiệu quả chống thấm nước tốt với góc tiếp xúc giọt nước trên bề mặt vật liệu sau khi phủ đạt trên 90° .

Về bản chất, xenluloza là loại vật liệu có tính ưa nước do chứa các nhóm -OH, tuy nhiên, các nhóm -OH này đồng thời cũng là điều kiện thuận lợi để biến tính bề mặt xenlulozo với các chất có tính kỵ nước để tạo ra vật liệu có nguồn gốc xenluloza mà vẫn có khả năng chống thấm nước, để tăng khả năng ứng dụng cho xenluloza.

Tác giả sáng chế đã nghiên cứu quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước trên cơ sở vi sợi xenluloza biến tính octadexylamin (ODA) thông qua khớp nối glutaraldehyt (GA) được tăng cường khả năng phủ đồng đều và khả năng kỵ nước bằng chất liên kết polyvinyllic (PVA). Theo sáng chế, glutaraldehyt có tác dụng làm cầu nối liên kết giữa nhóm -OH của xenluloza và nhóm $-NH_2$ của octadexylamin. Octadexylamin được chọn làm chất kỵ nước dùng để biến tính xenluloza do octadexylamin có mạch hydrocacbon dài giúp giảm năng lượng bề mặt của vi sợi xenluloza sau biến tính. ODA có nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt thấp, cụ thể là khoảng 165°C , giúp giảm nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt của vi sợi xenluloza xuống đến khoảng 200°C và tốc độ phân hủy nhiệt trong cùng điều kiện nhiệt độ của vi sợi xenluloza biến tính ODA cao hơn vi sợi xenluloza không biến tính. Hiệu quả của ODA

đối với nhiệt độ phân hủy của chế phẩm trên cơ sở vi sợi xenluloza dẫn đến các ưu điểm của chế phẩm này so với các chế phẩm khác đối với môi trường.

Polyvinyllic (PVA) được sử dụng làm chất liên kết hay chất kết dính giúp vi sợi xenluloza biến tính ODA liên kết tốt hơn trên bề mặt vật liệu sau khi phủ, làm tăng khả năng chống thấm nước cho bề mặt vật liệu. Cụ thể là, việc sử dụng PVA khiến cho vật liệu sau khi phủ chế phẩm phủ có góc tiếp xúc giọt nước lớn hơn so với khi phủ chế phẩm thông thường không sử dụng PVA. Chất kết dính PVA còn có tác dụng giúp lớp phủ được phủ đồng đều hơn lên bề mặt vật liệu, làm tăng độ bền và làm giảm số lần phủ cần thiết mà vẫn giữ được khả năng chống thấm nước toàn diện, từ đó tiết kiệm thời gian và chi phí cho việc sản xuất.

Vật liệu, cụ thể là giấy, cụ thể hơn là giấy sử dụng làm bao bì sau khi được phủ chế phẩm phủ chống thấm nước được đánh giá khả năng chống thấm nước bằng phương pháp đo góc tiếp xúc bề mặt. Phương pháp này được thực hiện bởi các thiết bị đo góc tiếp xúc giọt nước đã có sẵn trên thị trường. Nếu góc tiếp xúc giọt nước $< 90^\circ$ thì là được coi là vật liệu ưa nước, và nếu góc tiếp xúc giọt nước $> 90^\circ$ thì được coi là vật liệu kỵ nước. Trong trường hợp góc tiếp xúc giọt nước $> 150^\circ$ thì vật liệu được coi là vật liệu siêu kỵ nước. Các vật liệu có góc tiếp xúc giọt nước càng cao, thì khả năng chống thấm nước càng tốt.

Quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy theo sáng chế bao gồm các công đoạn sau.

(i) Biến tính vi sợi xenluloza bằng octadexylamin (ODA) thông qua khớp nối glutaraldehyt (GA). Cụ thể là, vi sợi xenluloza được phân tán vào nước khử ion bằng máy khuấy từ có tốc độ 400-600 vòng/phút trong thời gian từ 10 đến 20 phút để tạo dung dịch A. Octadexylamin được hòa tan vào trong etanol bằng máy khuấy từ có tốc độ 100-300 vòng/phút trong thời gian 10-20 phút để tạo dung dịch B. Dung dịch glutaraldehyt được hòa tan trong nước khử ion để tạo dung dịch C. Dung dịch B được thêm từ từ kết hợp có khuấy bằng máy khuấy từ ở tốc độ 400-600 vòng/phút vào dung dịch A trong 20-40 phút thu được dung dịch vi sợi xenluloza có ODA, sau đó nhỏ giọt dung dịch C kết hợp có khuấy bằng máy khuấy từ ở tốc độ 400-600 vòng/phút vào dung dịch vi sợi xenluloza có ODA này. Sau khi nhỏ hết dung dịch C, dung dịch hỗn hợp được tăng nhiệt độ đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C , tốt nhất là

60°C để thực hiện phản ứng biến tính. Sau khi kết thúc phản ứng biến tính, vi sợi xenluloza biến tính ODA được lọc rửa bằng nước khử ion và etanol.

Hàm lượng ODA được sử dụng để biến tính vi sợi xenluloza ảnh hưởng trực tiếp đến khả năng kỵ nước của chế phẩm phủ, cụ thể là ảnh hưởng đến góc tiếp xúc giọt nước của vật liệu sau khi phủ chế phẩm phủ này. Tốt hơn là, lượng ODA được điều chỉnh để vi sợi xenluloza biến tính chứa ODA nằm trong khoảng từ 1 đến 50% khối lượng; tốt hơn nữa là, nằm trong khoảng từ 15 đến 25% khối lượng, tính theo khối lượng vi sợi xenluloza biến tính. Hàm lượng ODA được điều chỉnh bằng cách giữ nguyên lượng vi sợi xenluloza và tăng lượng ODA, hoặc giữ nguyên lượng ODA và giảm lượng vi sợi xenluloza sao cho đạt được hàm lượng % khối lượng mong muốn.

Hàm lượng dung dịch GA được điều chỉnh sao cho tỷ lệ mol ODA/GA nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1, tốt nhất là 0,88.

Vi sợi xenluloza biến tính ODA thu được ở bước (i) có thể tùy ý được sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng 50-80°C trong 4-6 giờ để dễ dàng bảo quản, và khi cần sử dụng làm chế phẩm phủ, vi sợi xenluloza biến tính này được phân tán lại trong nước với tỉ lệ nằm trong khoảng 0,1-0,5g/ml trước khi tiến hành chế tạo chế phẩm phủ.

(ii) Chế tạo chế phẩm phủ bằng cách phân tán vi sợi xenluloza biến tính và PVA vào trong nước tạo dung dịch đồng nhất.

Tốt hơn là, nồng độ PVA nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% khối lượng, tính theo khối lượng chế phẩm phủ. Tốt hơn nữa là, nồng độ PVA nằm trong khoảng 0,4 đến 0,6% khối lượng; tốt hơn nữa là, nồng độ PVA là 0,5% khối lượng, tính theo khối lượng chế phẩm phủ. PVA là polyme ưa nước, có thể tan trong nước, do đó việc sử dụng PVA với nồng độ cao không có tác dụng tăng góc tiếp xúc giọt nước mà ngược lại, làm tính chất kỵ nước của chế phẩm phủ giảm đi.

Tốt hơn là, nồng độ vi sợi xenluloza biến tính ODA nằm trong khoảng từ 1 đến 15% khối lượng, tính theo khối lượng chế phẩm phủ. Tốt hơn nữa là, nồng độ vi sợi xenluloza biến tính ODA nằm trong khoảng từ 4 đến 6%; tốt hơn nữa là, nồng độ vi sợi xenluloza biến tính ODA là 5%, tính theo khối lượng chế phẩm phủ. Khi nồng độ vi sợi xenluloza biến tính ODA càng tăng, độ nhớt của dung dịch phủ cũng tăng lên làm ảnh hưởng đến hiệu quả chống thấm nước của lớp phủ, ảnh hưởng đến độ hoàn thiện bề mặt của lớp phủ và có thể sẽ khó khăn khi thực hiện việc phủ. Hơn nữa, việc

tăng nồng độ vì sợi quá 15% cũng không làm tăng hiệu quả chống thấm nước một cách đáng kể, gây lãng phí nguyên liệu.

Trong bước (ii), bọt khí có thể xuất hiện, làm ảnh hưởng đến bề mặt vật liệu sau khi phủ, làm ảnh hưởng đến tính chất kỵ nước của sản phẩm. Do đó, tùy ý, thực hiện khử khí dung dịch để giảm tỉ lệ bọt khí xuất hiện trong chế phẩm phủ trước khi sử dụng.

Quy trình phủ chế phẩm phủ lên bề mặt giấy sử dụng làm bao bì, đặc biệt thích hợp là giấy kraft, được thực hiện bằng các kỹ thuật phủ như phủ phun, phủ nhúng, phủ phun nhiệt, phủ phun trong chân không, v.v.. Tốt hơn là, quy trình phủ được thực hiện bằng phương pháp phủ nhúng. Vật liệu cần phủ được nhúng hoàn toàn trong dung dịch chế phẩm phủ theo sáng chế. Vật liệu sau khi phủ được đem sấy sơ bộ ở nhiệt độ 50 đến 70°C trong khoảng 5 phút để làm se bề mặt phủ. Quá trình phủ và sấy sơ bộ này được tiến hành ít nhất 1 lần hoặc tùy ý, lặp lại từ 2-5 lần để tăng độ đồng đều của lớp phủ, làm cho vật liệu sau khi phủ đạt được khả năng kỵ nước tốt hơn.

Sáng chế cập đến chế phẩm phủ chống thấm nước được tạo ra bởi quy trình chế tạo nêu trên. Trong đó, chế phẩm phủ chống thấm nước này có nồng độ PVA trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% khối lượng; và nồng độ vì sợi xenluloza biến tính trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 1 đến 15% khối lượng. Chế phẩm phủ này có thể ở dạng khô để bảo quản hoặc dạng phân tán trong nước để sử dụng. Chế phẩm phủ chống thấm nước theo sáng chế có nhiệt độ bắt đầu phân hủy thấp, khả năng kỵ nước cao và độ phủ đồng đều trên bề mặt vật liệu cần phủ, cụ thể là giấy sử dụng làm bao bì.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa cụ thể hơn thông qua các ví dụ thực hiện sau đây.

Ví dụ 1: Biến tính vì sợi xenluloza bằng ODA ở các hàm lượng ODA là 20%.

Bước 1: Điều chế dung dịch A bao gồm 0,3 g xenluloza được phân tán trong 200 ml nước khử ion sử dụng máy khuấy từ ở tốc độ khuấy 500 vòng/phút, thời gian 15 phút.

Bước 2: Điều chế dung dịch B bao gồm 0,06 g ODA hòa tan trong 20 ml etanol sử dụng máy khuấy từ ở tốc độ khuấy 200 vòng/phút, thời gian 15 phút.

Bước 3: Điều chế dung dịch C bao gồm hòa tan 0,075 g dung dịch GA (50%) trong 20 ml nước khử ion, sao cho tỷ lệ mol của ODA/GA = 1.

Bước 4: Cho từ từ dung dịch B vào dung dịch A sử dụng máy khuấy từ ở tốc độ khuấy 500 vòng/phút, thời gian 30 phút tạo dung dịch xenluloza/ODA.

Bước 5: Nhỏ giọt dung dịch C vào dung dịch xenluloza/ODA đồng thời khuấy đều ở tốc độ khuấy 500 vòng/phút. Sau khi đã cho hết dung dịch C vào dung dịch xenluloza/ODA, bắt đầu gia nhiệt dung dịch lên đến 60°C. Thời gian duy trì nhiệt độ 60°C là 4h.

Bước 6: Sau khi phản ứng biến tính xenluloza với ODA kết thúc, xenluloza biến tính được lọc rửa bằng nước khử ion và etanol.

Để nghiên cứu cấu trúc và tính chất của sản phẩm, xenluloza biến tính được sấy khô ở nhiệt độ 60°C, thời gian 5h trong tủ sấy. Để làm vật liệu phủ, xenluloza biến tính được phân tán lại trong nước ở tỷ lệ 0,2g/ml.

Đối với các mẫu xenluloza biến tính ODA với hàm lượng là 1%, 10%, 30%, 40% và 50%, cách thức làm tương tự như trình bày ở trên với các tỷ lệ xenluloza/ODA đã được xác định. Tỷ lệ mol của ODA/GA = 1.

Sự thay đổi cấu trúc xenluloza trước và sau khi biến tính ODA được đánh giá bằng phương pháp phổ hồng ngoại (FTIR).

Tham chiếu đến hình 1, xenluloza với các đỉnh đặc trưng sau: 3150 – 3620 cm^{-1} là của dao động thẳng của nhóm OH, 1057 cm^{-1} là dao động thẳng của nhóm C-O-C trong cấu trúc vòng pyranose, 897 cm^{-1} là dao động liên kết beta-glycosidic.

Sau khi xenluloza được biến tính ODA, xuất hiện đỉnh mạnh ở 2931 và 2846 cm^{-1} và 1640 cm^{-1} . Dao động ở 2931 và 2846 cm^{-1} là dao động thẳng của C-H trong cấu trúc $(\text{CH}_2)_{16}$ của ODA, còn dao động ở 1640 cm^{-1} là của nhóm NH_2 của ODA. Từ kết quả phân tích phổ FTIR cho thấy, ODA đã được biến tính thành công lên bề mặt vi sợi xenluloza. Ngoài ra, nhìn bằng mắt thường có thể thấy sự chuyển màu của xenluloza chưa biến tính có màu trắng sang màu hồng đỏ sau khi được biến tính bằng ODA.

Để xác định hàm lượng ODA được ghép lên bề mặt vi sợi xenluloza, phương pháp phân tích nhiệt trọng lượng được sử dụng. Điều kiện đo môi trường không khí, tốc độ gia nhiệt 10°C/phút.

Tham chiếu đến hình 2, giản đồ nhiệt khối lượng (TGA) của xenluloza xuất hiện 3 giai đoạn mất khối lượng:

- Giai đoạn 1 từ 30°C đến 150°C: mất khối lượng 2% được cho là mất H₂O có trong xenluloza.
- Giai đoạn 2 từ 261°C đến 380°C: mất 58% khối lượng do sự phân hủy nhiệt của hemi-xenluloza và một phần xenluloza.
- Giai đoạn 3 từ 380°C đến 700°C: mất 26,4% khối lượng do sự phân hủy của xenluloza cũng như có thể của lignin có trong xenluloza.

Sau khi được biến tính với ODA, nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt của xenluloza biến tính giảm xuống còn 200°C. Nguyên nhân là ODA có nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt thấp khoảng 165°C. Trên giản đồ TGA của xenluloza biến tính với 20% ODA xuất hiện 4 giai đoạn mất khối lượng.

- Giai đoạn 1 từ 30°C đến 150°C: mất 7% khối lượng là do mất H₂O có trong xenluloza.
- Giai đoạn 2 từ 200°C đến 315°C: mất 20% do mất khối lượng của ODA, hemi-xenluloza.
- Giai đoạn 3 từ 315°C đến 400°C: mất 54% khối lượng là do phân hủy nhiệt của hemi-xenluloza, xenluloza.
- Giai đoạn 4 từ 400°C đến 520°C: mất 9% khối lượng là do sự phân hủy của xenluloza cũng như có thể của lignin có trong xenluloza.

Từ giản đồ phân tích nhiệt TGA của xenluloza trước và sau khi biến tính, ta có thể định lượng khối lượng ODA được gắn lên bề mặt xenluloza như sau: Tổng khối lượng tổn hao của xenluloza biến tính ODA trong vùng nhiệt độ từ 200°C đến 315°C là 20%. Trong vùng nhiệt độ này, khối lượng xenluloza mất đi là 9% được xác định từ giản đồ TGA của xenluloza ban đầu. Từ đó, khối lượng ODA được xác định là 20% – 9% = 11%.

Ví dụ 2: Điều chế dung dịch phủ xenluloza biến tính với ODA (xenluloza biến tính ODA với hàm lượng xenluloza biến tính 10%).

Lấy 5ml dung dịch xenluloza biến tính ODA 0,2g/ml hòa thêm với 5ml nước khử ion. Khuấy đều đến khi hỗn hợp đồng nhất thu được dung dịch phủ với hàm lượng xenluloza biến tính 10%.

Ví dụ 3: Điều chế dung dịch phủ xenluloza biến tính với ODA với hàm lượng xenluloza biến tính là 0,03%, 0,15%, 0,3% và 0,5% có chất kết dính PVA ở các tỷ lệ 0,5%, 1%, 2% và 3%

Hòa tan PVA trong nước khử ion sau đó thêm dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml và khuấy đều hỗn hợp đến khi đồng nhất, trong đó hàm lượng PVA, nước khử ion và dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml tương ứng như bảng 1.

Dung dịch phủ xenluloza biến tính với ODA		Nồng độ xenluloza/ODA			
		0,03%	0,15%	0,3%	0,5%
Nồng độ PVA	0,5%	PVA: 0,05g Nước khử ion: 9,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 0,5 ml	PVA: 0,05g Nước khử ion: 7,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 2,5 ml	PVA: 0,05g Nước khử ion: 5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 5 ml	PVA: 0,05g Nước khử ion: 2,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 7,5 ml
	1%	PVA: 0,1g Nước khử ion: 9,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 0,5 ml	PVA: 0,1g Nước khử ion: 7,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 2,5 ml	PVA: 0,1g Nước khử ion: 5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 5 ml	PVA: 0,1g Nước khử ion: 2,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 7,5 ml
	2%	PVA: 0,2g Nước khử ion: 9,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 0,5 ml	PVA: 0,2g Nước khử ion: 7,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 2,5 ml	PVA: 0,2g Nước khử ion: 5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 5 ml	PVA: 0,2g Nước khử ion: 2,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 7,5 ml
	3%	PVA: 0,3g Nước khử ion: 9,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 0,5 ml	PVA: 0,3g Nước khử ion: 7,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 2,5 ml	PVA: 0,3g Nước khử ion: 5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 5 ml	PVA: 0,3g Nước khử ion: 2,5ml Dung dịch xenluloza/ODA 0,2g/ml: 7,5 ml

Bảng 1: Hàm lượng PVA, nước khử ion và dung dịch xenluloza/ODA để điều chế dung dịch phủ xenluloza biến tính với ODA với hàm lượng xenluloza biến tính là 1%, 5%, 10%, 15% có chất kết dính PVA ở các tỷ lệ 0,5%, 1%, 2% và 3%

Ví dụ 4: Quy trình phủ dung dịch xenluloza biến tính ODA lên bề mặt giấy kraft

Bước 1: Chuẩn bị dung dịch phủ xenluloza được biến tính ở các hàm lượng ODA khác nhau từ 1%, 10%, 20%, 30%, 40% và 50%. Hàm lượng xenluloza biến tính

trong dung dịch là 0,03%, 0,15%, 0,3% và 0,5%. Tỷ lệ PVA trong dung dịch là 0%, 0,5%, 1%, 2% và 3%.

Bước 2: Giấy kraft được cắt theo kích thước khoảng 1,5 x 1,5 cm

Bước 3: Giấy kraft được phủ bằng công nghệ phủ nhúng. Các mẫu giấy kraft được nhúng trong dung dịch phủ với số lần nhúng là từ 1 đến 3 lần. Sau mỗi một lần nhúng, mẫu giấy kraft phủ được sấy sơ bộ ở nhiệt độ 60°C, trong 5 phút để se bề mặt phủ. Sau khi quá trình phủ nhúng kết thúc, mẫu giấy kraft được sấy khô hoàn toàn ở nhiệt độ 60°C trong 5h.

Việc đánh giá tính chất chống thấm của giấy kraft được thực hiện bằng việc xác định góc tiếp xúc giọt nước. Kết quả góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft đạt khoảng 110°.

Sự ảnh hưởng của số lần phủ cũng như ảnh hưởng của chất kết dính PVA đến góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính được thử nghiệm với dung dịch phủ bao gồm 10% xenluloza biến tính 30% ODA, không có PVA và có 1% PVA (xem hình 4).

Tham chiếu đến hình 4, chế phẩm phủ khi có sử dụng chất kết dính PVA cho kết quả tốt hơn so với chế phẩm phủ không sử dụng chất kết dính PVA. Đối với mẫu có PVA góc tiếp xúc giọt nước đạt từ 93° – 95°. Khi tăng số lần phủ, góc tiếp xúc cũng tăng lên, nhất là đối với các mẫu không có chất kết dính PVA. Nguyên nhân ở đây có thể là khi có chất kết dính PVA thì bề mặt phủ được đồng đều hơn (xem hình 5).

Hàm lượng ODA ảnh hưởng đến góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính ODA, cụ thể là, khi hàm lượng ODA biến tính là 1%, lớp phủ xenluloza biến tính ODA không có khả năng chống thấm nước. Khi hàm lượng ODA biến tính tăng đến 20%, góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính ODA tăng mạnh. Sau đó, khi tiếp tục tăng hàm lượng ODA biến tính đến 50%, góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính tăng chậm dần. Ở hàm lượng ODA biến tính là 30% thì góc tiếp xúc giọt nước > 90°. Khi hàm lượng ODA tăng lên thì bề mặt lớp phủ cũng chuyển sang màu đỏ sẫm hơn.

Tham chiếu đến hình 6, khi hàm lượng xenluloza biến tính là 1%, giấy kraft sau khi phủ chế phẩm phủ không có khả năng chống thấm nước.

Khi hàm lượng xenluloza biến tính tăng lên 5%, góc tiếp xúc giọt nước tăng mạnh lên 106,9°. Sau đó, khi tiếp tục tăng hàm lượng xenluloza lên 15% thì thấy góc

tiếp xúc giọt nước giảm nhẹ. Ở đây ta có thể quan sát thấy, độ nhót dung dịch phủ tăng lên khi hàm lượng xenluloza biến tính tăng lên. Trong quá trình phủ, xuất hiện nhiều bọt khí và trong quá trình làm khô mẫu giấy kraft phủ các bọt khí này có thể làm ảnh hưởng đến chất lượng bề mặt lớp phủ và làm giảm góc tiếp xúc giọt nước.

Tham chiếu đến hình 9, với tỷ lệ PVA là 0,5%, góc tiếp xúc giọt nước đạt 102,06°. Khi tỷ lệ PVA tăng lên đến 3% thì góc tiếp xúc giọt nước của giấy kraft phủ xenluloza biến tính giảm nhẹ xuống còn khoảng 94°. Nguyên nhân có thể là do PVA là polymer ưa nước có thể tan trong nước và do vậy ở tỷ lệ PVA cao làm cho tính chất kỵ nước của lớp phủ giảm đi.

Ví dụ 5: Đánh giá độ bền chống thấm nước của giấy kraft phủ vi sợi xenluloza

Sử dụng tấm giấy kraft có kích thước 1,5 x 4 cm. Sau đó ½ tấm giấy được phủ với dung dịch 0,15% xenluloza biến tính 50% ODA, tỷ lệ PVA là 0,5 %, số lần phủ là 3 lần. Sau khi phủ xong, mẫu được làm khô ở nhiệt độ 60°C trong 5h.

Để đánh giá độ bền chống thấm nước của giấy kraft phủ vi sợi xenluloza, nhỏ giọt nước lên trên bề mặt giấy kraft đã được chống thấm xem khả năng thấm nước của vật liệu và đối chiếu với bề mặt giấy không được chống thấm.

Tham chiếu đến hình 9, sau 5 phút, trên bề mặt giấy kraft ban đầu giọt nước đã thấm hoàn toàn trên tấm giấy. Đối với giấy kraft đã được chống thấm bằng lớp phủ vi sợi xenluloza biến tính ODA, sau 90' vẫn còn xuất hiện giọt nước trên bề mặt. Tuy nhiên, hình dạng giọt nước không còn được rõ nét như giọt nước ban đầu. Nguyên nhân có thể là do trong thời gian thử nghiệm ở nhiệt độ phòng khoảng 30°C, nước có thể bị bay hơi và làm thay đổi kích thước giọt nước ban đầu. Thêm vào nữa, quan sát mặt sau của tấm giấy sau 90 phút thử nghiệm cũng không thấy xuất hiện vết thấm nước.

Tính chất kỵ nước với góc tiếp xúc giọt nước $> 90^\circ$ được duy trì trong 6 phút. Sau 20 phút góc tiếp xúc giọt nước vẫn còn duy trì ở mức 77°.

Từ các ví dụ và đánh giá trên, có thể thấy chế phẩm phủ chống thấm nước từ vi sợi xenluloza biến tính ODA kết hợp với PVA có khả năng chống thấm nước rất tốt, đồng thời thân thiện với môi trường.

Sáng chế có thể biến đổi và thay thế khác nhau có thể được tạo ra từ các phương án được thực hiện bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy bao gồm các công đoạn:

(i) biến tính vi sợi xenluloza bằng octadexylamin (ODA) thông qua khớp nối glutaraldehyt (GA) bằng cách:

- phân tán vi sợi xenluloza vào trong nước;
- hoà tan octadexylamin vào trong etanol, sau đó bổ sung từ từ kết hợp khuấy vào dung dịch vi sợi xenluloza;
- bổ sung từ từ kết hợp có khuấy dung dịch glutaraldehyt vào trong dung dịch vi sợi xenluloza có ODA, sau đó tăng nhiệt độ dung dịch đến nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C, tốt nhất là 60°C để thực hiện phản ứng biến tính;
- sau khi kết thúc phản ứng biến tính, lọc và rửa bằng nước và etanol để thu vi sợi xenluloza biến tính;
- tùy ý, sấy khô vi sợi xenluloza biến tính;

(ii) chế tạo chế phẩm phủ bằng cách phân tán vi sợi xenluloza biến tính và PVA vào trong nước, trong đó:

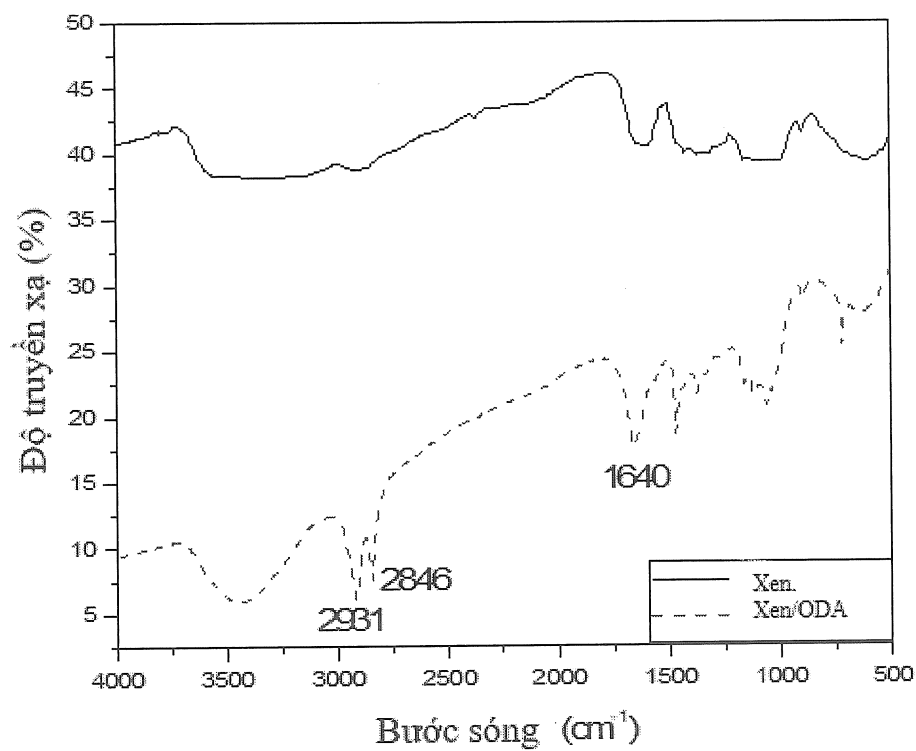
- nồng độ PVA trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% khối lượng; và
- nồng độ vi sợi xenluloza biến tính trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,5% khối lượng.

2. Quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy theo điểm 1, trong đó: lượng ODA trong bước (i) được điều chỉnh để vi sợi xenluloza biến tính chứa ODA nằm trong khoảng từ 1 đến 50% khối lượng, tính theo khối lượng vi sợi xenluloza biến tính.

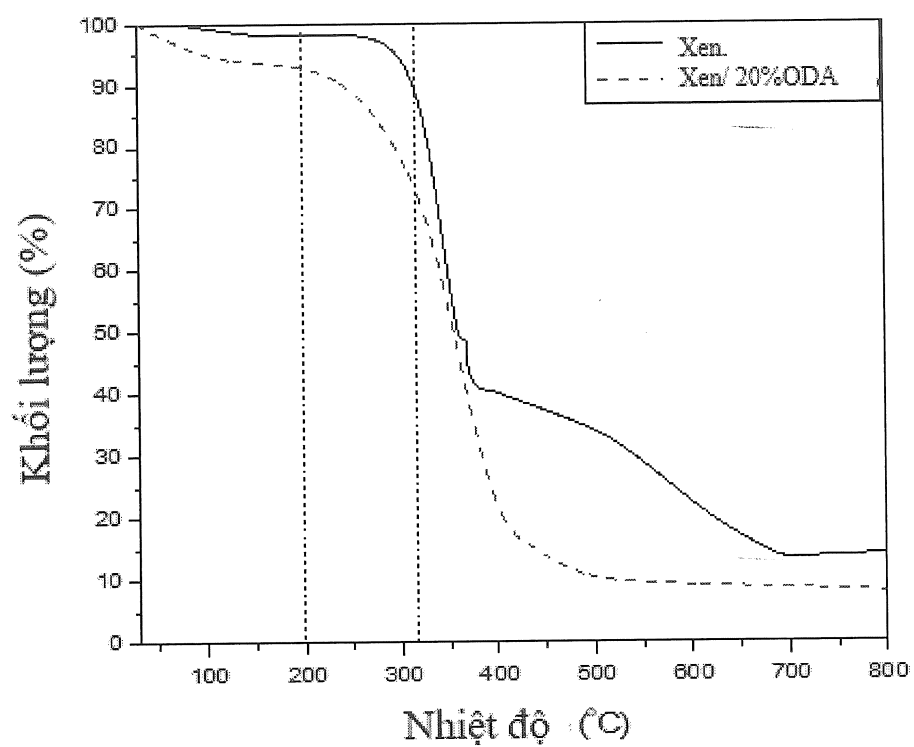
3. Quy trình chế tạo chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong bước (i) dung dịch glutaraldehyt được lấy sao cho tỷ lệ mol ODA/GA nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1, tốt nhất là 0,88.

4. Chế phẩm phủ chống thấm nước dùng cho giấy thu được từ quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, chế phẩm này có:

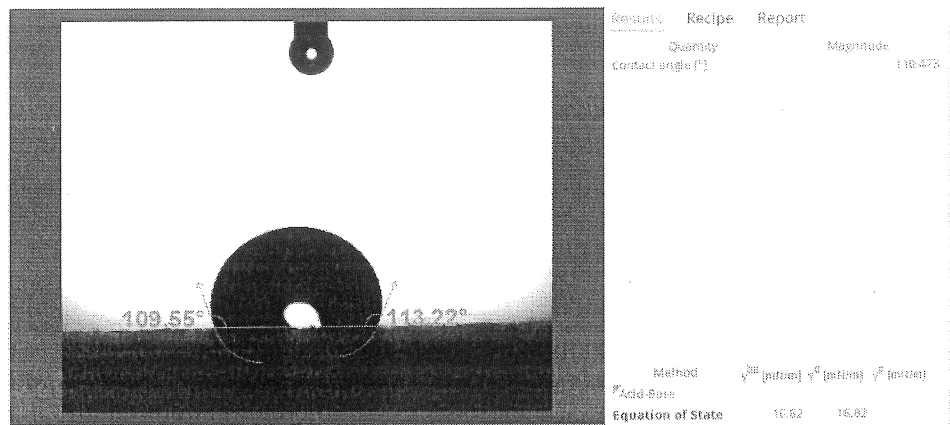
- nồng độ PVA trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% khối lượng; và
- nồng độ vi sợi xenluloza biến tính trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,5% khối lượng.



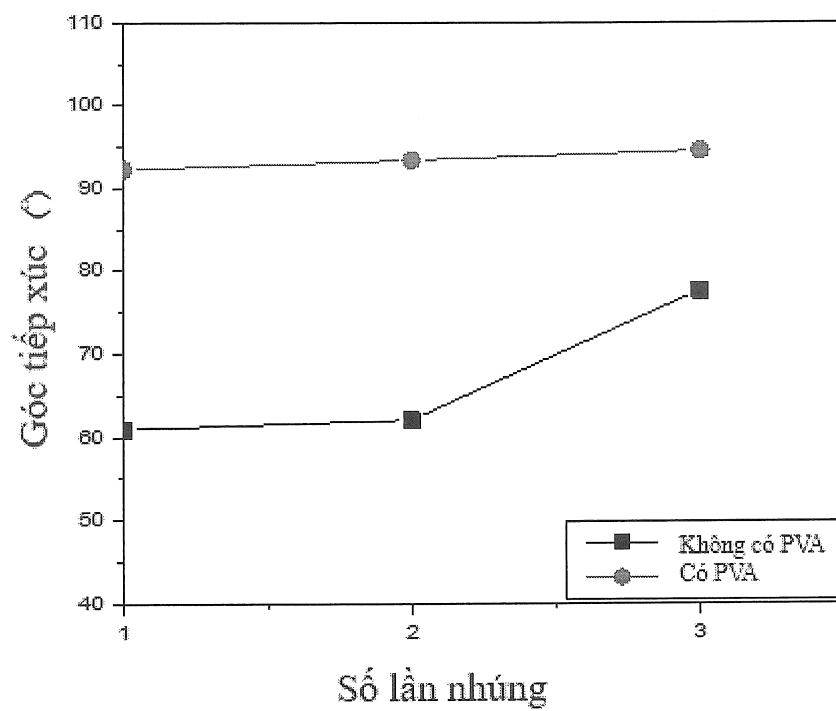
Hình 1



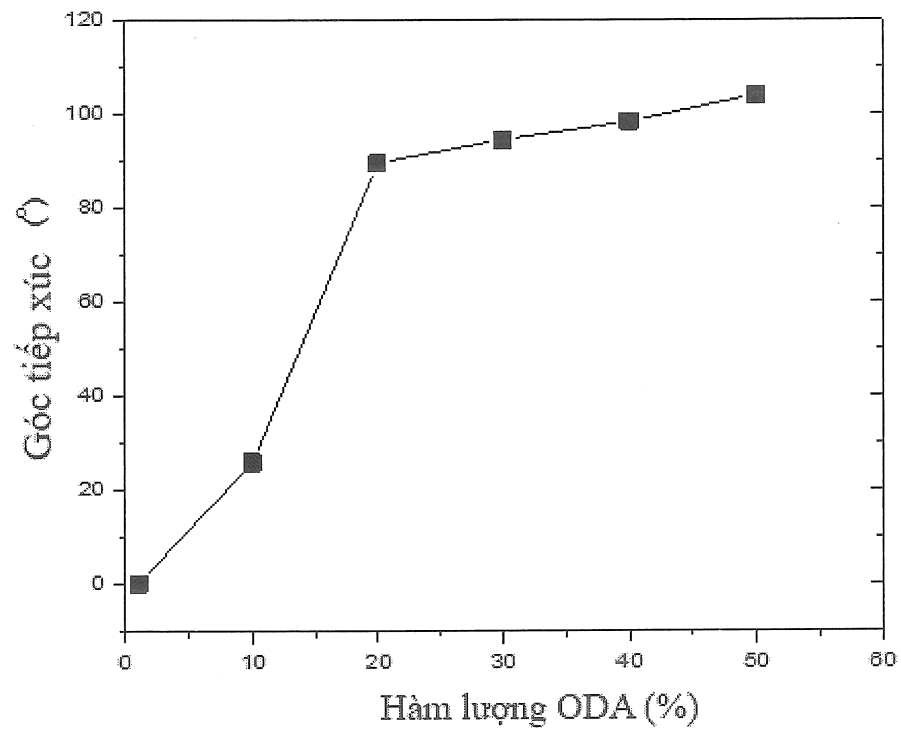
Hình 3



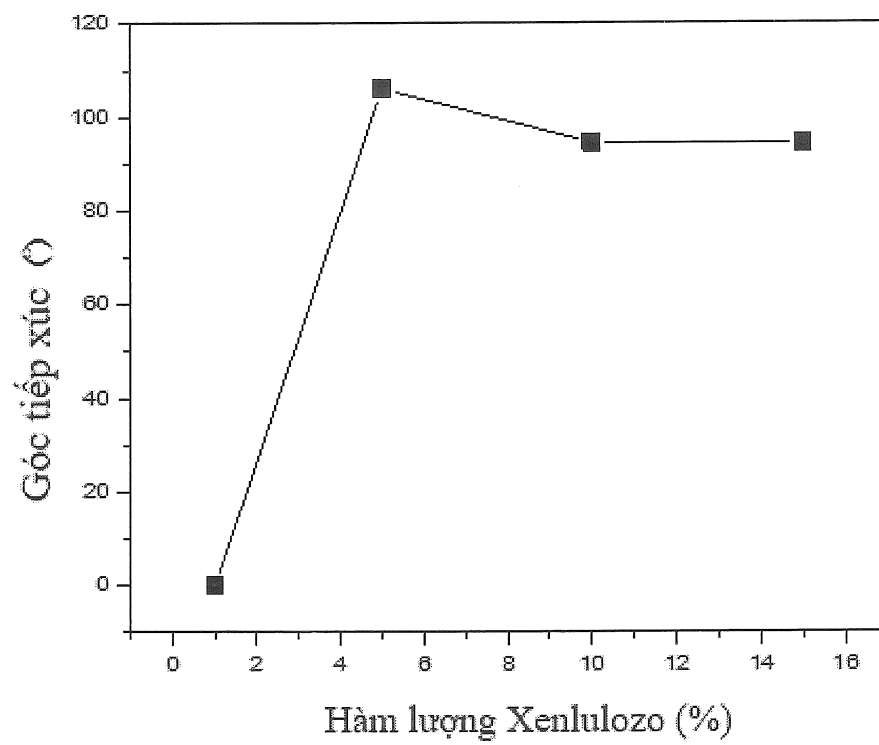
Hình 4



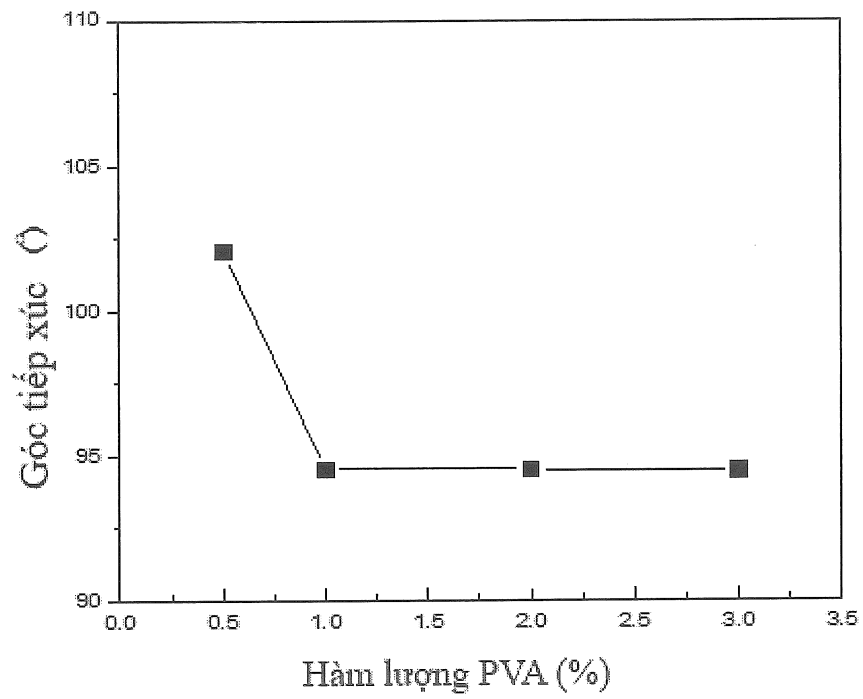
Hình 5



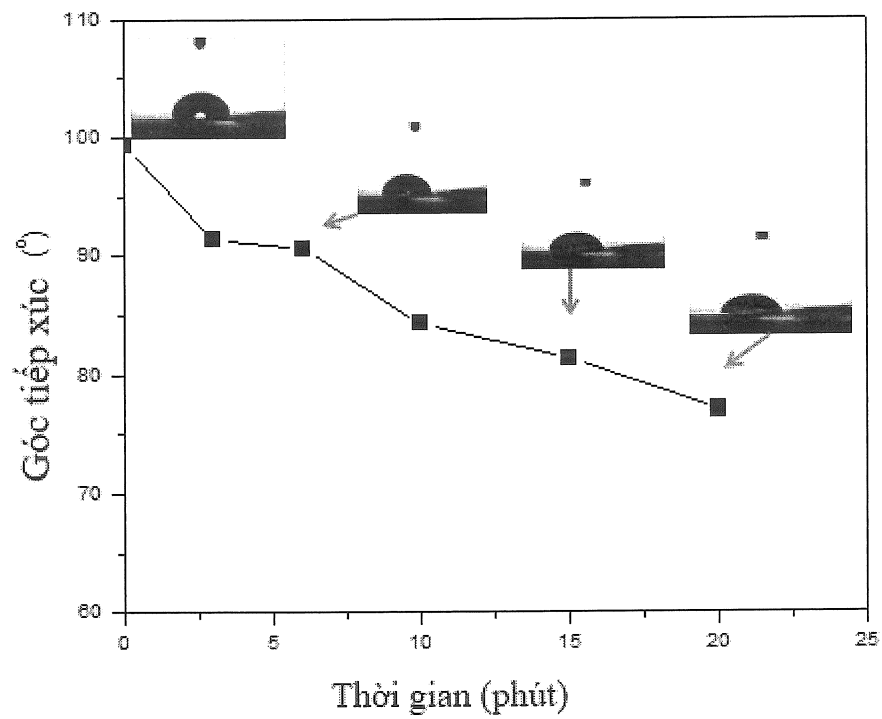
Hình 6



Hình 7



Hình 8



Hình 9