



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

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

(11)



2-0004201

(51) **C09K 21/00; B29K 31/00; C08K 7/02**
2020.01

(13) **Y**

(21) 2-2021-00186

(22) 07/05/2021

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/11/2022 416A

(73) Trường Đại học Bách Khoa - Đại học Quốc gia Thành phố Hồ Chí Minh (VN)
268 Lý Thường Kiệt, phường 14, quận 10, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Lê Thị Kim Phụng (VN); Đỗ Nguyễn Hoàng Nga (VN).

(54) **QUY TRÌNH TỔNG HỢP COMPOZIT GEL KHÍ SILIC OXIT CHẬM CHÁY TỪ
TRO TRẤU VÀ SỢI POLYETYLEN TEREPHTALAT TÁI CHẾ**

(21) 2-2021-00186

(57) Quy trình tổng hợp composit gel khí silic oxit chậm cháy từ tro trấu và sợi polyetylen terephthalat tái chế (rPET) bao gồm bốn giai đoạn chính: thu hồi silic oxit từ tro trấu, sol-gel, kị nước hóa và sấy khô ở áp suất khí quyển.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực Công nghệ hóa học và vật liệu, cụ thể là đề cập đến quy trình tổng hợp compozit gel khí silic oxit chậm cháy từ tro trấu và sợi polyetylen terephthalat tái chế (rPET).

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Gel khí là vật liệu rắn siêu nhẹ sở hữu cấu trúc rỗng xốp chứa hơn 95% thể tích là không khí và khối lượng riêng cực thấp trong khoảng $0,003 - 0,5 \text{ g/cm}^3$. Với cấu trúc vi mô được tạo bởi các hạt hoặc các sợi nano, vật liệu gel khí có tính cách nhiệt nổi bật với độ dẫn nhiệt siêu thấp từ $0,018 - 0,075 \text{ W/m.K}$. Gel khí thường được tổng hợp từ gel ướt, là kết quả của quá trình sol-gel, và kết hợp phương pháp sấy CO_2 siêu tới hạn hoặc thăng hoa nhằm thay thế dung môi trong hệ gel bằng pha khí. Nguồn nguyên liệu chế tạo gel khí rất đa dạng gồm polyme tổng hợp hoặc từ tự nhiên như xenluloza, oxit kim loại hay phổ biến nhất là gel khí từ silic oxit. Gel khí silic oxit có thể tồn tại ở dạng hạt, bột hoặc nguyên khối. Quá trình sol-gel của gel khí silic oxit là sự chuyển hóa silic oxit sol (huyền phù keo ổn định của các hạt nano từ tiền chất silic oxit) thành gel silic oxit thông qua việc bổ sung các chất xúc tác sự gel hóa. Trong quá trình chuyển đổi sol-gel, các hạt sơ cấp được hình thành, sau đó kết tụ lại thành các hạt thứ cấp và cuối cùng liên kết với nhau thành cấu trúc siêu rỗng với các lỗ trống có kích thước mao quản trung bình. Các tiền chất silic oxit được sử dụng trong công nghiệp hiện nay gồm thủy tinh lỏng và silic alcoxit. Gel ướt thu được sau khi sol-gel tiếp tục được già hóa nhằm gia cố cấu trúc các hạt thứ cấp và ngăn ngừa sự co rút ở bước sấy lúc sau. Do đặc tính ưa nước của gel khí silic oxit có thể hút ẩm trong không khí gây sụp đổ cấu trúc rỗng vi mô nên trước khi sấy khô, gel silic oxit được kị nước hóa những gốc hydroxy ($-\text{OH}$) theo phương pháp silan hóa bề mặt bằng cách ngâm gel trong dung dịch trimethylclosilan (TMCS). Bên cạnh việc tăng tính ổn định của gel khí silic oxit, việc kị nước hóa gel silic oxit cho phép gel được sấy khô ở áp suất khí quyển, một kỹ thuật sấy tiết kiệm chi phí sản xuất hơn. Ngày nay, gel khí silic oxit thương mại được biết đến là vật liệu siêu cách nhiệt do độ dẫn nhiệt cực thấp ($0,01 \text{ W/m.K}$). Bên cạnh đó, gel khí silic oxit còn có các ứng dụng tiềm năng khác như cách âm; chất xúc tác hoặc giá đỡ cho chất xúc tác; lọc khí và trữ khí; dẫn điện và điện môi.

Tuy nhiên, cấu trúc siêu rỗng được tạo thành từ phản ứng kết tụ các hạt nano khiến cho độ bền cơ học của gel khí silic oxit kém, trở thành rào cản khi áp dụng rộng rãi vật liệu này. Tính chất cơ học của gel khí silic oxit phụ thuộc vào khối lượng riêng của vật liệu. Với khối lượng riêng dưới $0,090 \text{ g/cm}^3$, gel khí silic oxit bị biến dạng dẻo và không có tính đàn hồi khi nén với mô-đun Young rất thấp. Với khối lượng riêng cao hơn, ví dụ như $0,150 \text{ g/cm}^3$, gel khí silic oxit có tính giòn và dễ vỡ. Vì vậy, trên thị trường xuất hiện các tấm gel khí compozit có nguồn gốc từ gel khí silic oxit được gia cố bởi các sợi bằng cách ngâm tấm silic oxit sol vào các tấm sợi không dệt nhằm cải thiện độ bền cơ học của vật liệu.

Trong thập kỷ qua, vật liệu compozit gel khí silic oxit được nghiên cứu rộng rãi bằng cách kết hợp gel khí silic oxit với các loại sợi tổng hợp. gel silic oxit được tổng hợp từ tetraethyl orthosilic oxit (TEOS) bằng phương pháp sol-gel hai giai đoạn sử dụng axit và bazơ làm chất xúc tác gel hóa. Sau đó, các sợi gồm với chiều dài 30 – 40 mm và đường kính trung bình 4 – 5 μm được bổ sung vào gel và già hóa để hình thành các khung cấu trúc của gel khí compozit. Cuối cùng, quá trình sấy siêu tới hạn được tiến hành với etanol ở 243°C và 6,3 MPa và thu được compozit gel khí silic oxit với khoảng 7% thể tích là sợi gia cố. Thành phẩm thu được có khối lượng riêng đạt $0,29 \text{ g/cm}^3$ và mô-đun Young ở 25°C là 7,4 MPa. Gel khí silic oxit có thể được gia cố bằng sợi silic oxit có đường kính khoảng 6 μm theo tỉ lệ thể tích giữa silic oxit và sợi là 99,49:0,51. Tương tự như gel khí silic oxit truyền thống, compozit gel khí silic oxit được tạo thành bằng phương pháp sol-gel TEOS và sấy siêu tới hạn. Vật liệu tạo thành có độ rỗng đạt 83,5% với khối lượng riêng là $0,346 \text{ g/cm}^3$ và độ dẫn nhiệt chỉ $0,035 \text{ W/m.K}$ tại 27°C . Ngoài ra, tấm compozit gel khí silic oxit với khối lượng riêng thấp ($0,09 \text{ g/cm}^3$) và độ dẫn nhiệt thấp ($0,031 \text{ W/m.K}$) đã được tổng hợp từ huyền phù gel khí silic oxit thông qua kỹ thuật ngâm tấm. Cụ thể, bột gel khí silic oxit thương mại được phân tán trong dung dịch etanol chứa chất kết dính polyvinyl ancol (PVA). Sau đó, các tấm sợi polyethylene không dệt được ngâm vào hỗn hợp trên và sấy khô ở áp suất khí quyển, 110°C trong 2 giờ.

Một nghiên cứu khác đã chế tạo tấm compozit gel khí silic oxit bằng phương pháp sol-gel TEOS hai giai đoạn trên vải không dệt polyetylen terephthalat có khối lượng riêng theo diện tích là 206 g/m^2 và sấy khô ở áp suất khí quyển. Cụ thể, trong giai đoạn thủy phân silic oxit sol bằng axit, vải không dệt được ngâm trong silic oxit sol ở 60°C trong 30 phút. Sau đó, mẫu được làm lạnh đến 30°C , tạo gel bằng amoniac đến pH 7-8 và tiếp tục được ủ ở 50°C trong 1,5 giờ để già hóa. Sau đó, chất lỏng trong gel được trao đổi với etanol trong

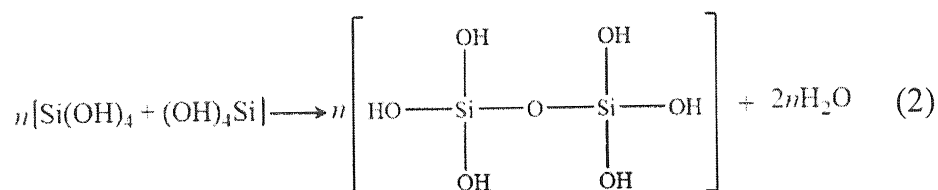
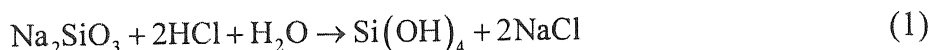
24 giờ và với hexan trong 24 giờ tiếp theo. Trước khi sấy, mẫu được kị nước hóa với TMCS 5% trong hexan tại 45 °C trong 12 giờ và rửa với hexan trong 12 giờ tiếp theo. Cuối cùng, mẫu được sấy trong 12 giờ ở áp suất khí quyển với chương trình sấy là 5 giờ tại 60 °C, 5 giờ tại 80 °C và 2 giờ tại 120 °C. Kết quả cho thấy đường kính lỗ xốp của compozit gel khí silic oxit khoảng 71,5 μm . Vật liệu có khối lượng riêng và độ rỗng lần lượt là 0,21 – 0,33 g/cm^3 và 85 – 89%.

Nhìn chung, vật liệu compozit gel khí silic oxit trong các nghiên cứu trước sử dụng hóa chất TEOS làm tiền chất silic oxit, được tổng hợp bằng phương pháp sol-gel và sấy siêu tới hạn hoặc sấy ở áp suất khí quyển. Thực tế, TEOS được sử dụng là hóa chất tinh khiết với giá thành cao nên ứng dụng vào sản xuất công nghiệp lớn còn hạn chế. Thêm vào đó, phương pháp sấy siêu tới hạn yêu cầu kỹ thuật cao để gia công thiết bị có thể hoạt động trong điều kiện áp suất và nhiệt độ cao nên chi phí đầu tư thiết bị rất cao. Với tiêu chí xây dựng quy trình tổng hợp vật liệu gel khí silic oxit có giá trị kỹ thuật cao, bền cơ học, có nguồn gốc từ tự nhiên nhưng có tính khả thi ở quy mô sản xuất công nghiệp với chi phí sản xuất thấp, silic oxit ở dạng natri silic oxit (Na_2SiO_3) thu hồi từ phụ phẩm nông nghiệp tro trấu được sử dụng làm tiền chất để tổng hợp compozit gel khí silic oxit. Các thành phần hữu cơ và vô cơ trong vỏ trấu sẽ chuyển hóa thành tro khi đốt cháy vỏ trấu và trong tro trấu chứa đến 80 – 90% khối lượng là silic oxit. Thêm vào đó, compozit gel khí silic oxit trong giải pháp hữu ích này được tổng hợp theo phương pháp sol-gel silic oxit sol trên khung sợi không dệt rPET tái chế từ chai nhựa thải và sấy thường tại áp suất khí quyển. Hiện nay, chưa có công bố nào về chế tạo vật liệu compozit gel khí silic oxit có nguồn gốc từ tro trấu kết hợp sợi rPET với bốn giai đoạn: thu hồi silic oxit từ tro trấu, sol-gel, kị nước hóa và sấy khô ở áp suất khí quyển. Sợi rPET được sử dụng làm chất gia cố cho compozit gel khí silic oxit vì tính chất cơ học và chống ăn mòn hóa học vượt trội với giá thành thấp.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích này là chuyển hóa phụ phẩm nông nghiệp tro trấu và chai nhựa thải thành vật liệu compozit gel khí silic oxit siêu nhẹ có giá trị kỹ thuật cao. Sản phẩm của quá trình kiềm hóa tro trấu là Na_2SiO_3 được sử dụng là tiền chất của gel silic oxit. Dưới xúc tác axit clohidric, Na_2SiO_3 chuyển hóa thành axit silixic $\text{Si}(\text{OH})_4$ và tiếp tục được polyme hóa thành các hạt gel silic oxit sơ cấp như phương trình (1) và (2). Các hạt sơ cấp sau đó tập hợp lại thành các hạt thứ cấp lớn hơn và hình thành nên cấu trúc như hình vòng cổ trai thông qua các cầu nối Si-O-Si. Mạng lưới các hạt thứ cấp này sẽ bám lên trên bề mặt

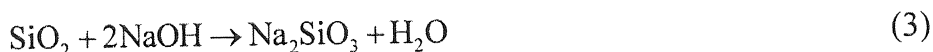
các sợi rPET và thông qua bước kị nước hóa composit giữa gel silic oxit và sợi rPET bằng cách silan hóa các nhóm OH trên bề mặt kết hợp quá trình sấy khô ở áp suất khí quyển, dung môi trong gel silic oxit được loại bỏ hoàn toàn mà không làm tổn hại đến cấu trúc rỗng đã được hình thành bởi sự sol-gel silic oxit và sự đan xen các sợi rPET.



Cụ thể, quy trình tổng hợp composit gel khí silic oxit chậm cháy từ tro trấu và sợi rPET bao gồm bốn giai đoạn được mô tả như sau:

- Giai đoạn 1: Thu hồi silic oxit từ tro trấu

Tro trấu với hàm lượng SiO_2 trên 85% theo khối lượng được đun sôi hoàn lưu trong dung dịch natri hidroxit (NaOH) ở 90°C trong 2 giờ với tỉ lệ tro trấu và NaOH là 5:3 theo khối lượng. Sự trích ly silic oxit từ tro trấu trong môi trường kiềm được thể hiện qua phương trình phản ứng (3). Sau đó, hỗn hợp rắn lỏng được lọc và thu lấy dung dịch lỏng, chính là Na_2SiO_3 .



- Giai đoạn 2: Sol-gel

Các tấm sợi không dệt rPET được ngâm trong dung dịch Na_2SiO_3 trích ly từ tro trấu ở giai đoạn 1. Chất xúc tác gel hóa HCl được thêm từ từ vào hỗn hợp để quá trình sol-gel diễn ra và các hạt gel silic oxit được hình thành. gel silic oxit tiếp tục được già hóa ở nhiệt độ phòng trong 24 giờ để mạng lưới các hạt thứ cấp gel silic oxit được gia cố và bám lên bề mặt các sợi rPET.

- Giai đoạn 3: Kị nước hóa

Khối gel silic oxit/sợi rPET được tiến hành trao đổi dung môi nước trong hệ thành hexan trong 48 giờ liên tục ở nhiệt độ phòng và cứ mỗi 24 giờ thay dung môi n-hexan 1 lần. Sau đó, khối gel silic oxit/sợi rPET được kị nước hóa bề mặt trong 24 giờ ở nhiệt độ phòng bằng cách ngâm trong hỗn hợp dung môi n-hexan và methyltrimethoxysilane (MTMS) với tỉ lệ thể tích giữa n-hexan và MTMS là 5:1, cứ mỗi 12 giờ thay hỗn hợp dung môi 1 lần.

- Giai đoạn 4: Sấy khô ở áp suất khí quyển

Khối gel silic oxit/sợi rPET đã kị nước hóa được tiến hành sấy khô ở áp suất khí

quyển với chế độ sấy lần lượt là 60 °C trong 3 giờ, 80 °C trong 3 giờ tiếp theo và 110 °C trong 3 giờ cuối cùng. Sau giai đoạn này, dung môi trong khối gel silic oxit/sợi rPET được loại bỏ và compozit gel khí silic oxit được tạo thành ở dạng khối rắn chắc.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1. Hình ảnh mẫu gel khí silic oxit từ tro trấu dạng bột và compozit gel khí silic oxit ở dạng khối.

Hình 2. Hình thái học của compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET với sự tăng dần mật độ mặt của sợi rPET.

Hình 3. Phân tích nhiệt trọng lượng của compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET với sự tăng dần mật độ mặt của sợi rPET.

Hình 4. Kết quả thử nghiệm trì hoãn sự cháy của compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET với sự tăng dần mật độ mặt của sợi rPET.

Hình 5. Quy trình tổng hợp vật liệu compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Quy trình tổng hợp compozit gel khí silic oxit chậm cháy từ tro trấu và sợi rPET bao gồm bốn giai đoạn chính:

- Giai đoạn 1: Thu hồi silic oxit từ tro trấu

Tro trấu với hàm lượng SiO_2 trên 85% theo khối lượng được đun sôi hoàn lưu trong dung dịch NaOH ở 90 °C trong 2 giờ, tốc độ khuấy 400-500 vòng/phút với tỉ lệ tro trấu và NaOH là 5:3 theo khối lượng và tỉ lệ rắn lỏng là 1:15 g/mL. Sau đó, hỗn hợp rắn lỏng được lọc và lấy dung dịch Na_2SiO_3 .

- Giai đoạn 2: Sol-gel

Các tấm sợi không dệt rPET được ngâm trong dung dịch Na_2SiO_3 trích ly từ tro trấu ở giai đoạn 1. Chất xúc tác gel hóa HCl 7% được thêm từ từ vào hỗn hợp với tốc độ 2-3 mL/phút để quá trình sol-gel diễn ra và các hạt gel silic oxit được hình thành. gel silic oxit tiếp tục được già hóa ở nhiệt độ phòng (30 - 35 °C) trong 24 giờ để mạng lưới các hạt thứ cấp gel silic oxit được gia cố và bám lên bề mặt các sợi rPET.

- Giai đoạn 3: Kị nước hóa

Khối gel silic oxit/sợi rPET được tiến hành trao đổi dung môi nước trong hệ thành hexan trong 48 giờ liên tục ở nhiệt độ phòng và cứ mỗi 24 giờ thay dung môi n-hexan 1 lần. Sau đó, khối gel silic oxit/sợi rPET được kị nước hóa bề mặt trong 24 giờ ở nhiệt độ phòng bằng cách ngâm trong hỗn hợp dung môi n-hexan và methyltrimethoxysilane (MTMS) với

tỉ lệ thể tích giữa n-hexan và MTMS là 5:1, cứ mỗi 12 giờ thay hỗn hợp dung môi 1 lần.

- Giai đoạn 4: Sấy khô ở áp suất khí quyển

Khối gel silic oxit/sợi rPET đã kị nước hóa được tiến hành sấy khô ở áp suất khí quyển trong 9 giờ liên tục với chế độ sấy lần lượt là 60 °C trong 3 giờ, 80 °C trong 3 giờ tiếp theo và 110 °C trong 3 giờ cuối cùng. Sau giai đoạn này, composít gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET được tạo thành ở dạng khối rắn chắc.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Tro trấu chứa 85,70% silic oxit và các thành phần khác (Bảng 1) được đun sôi hoàn lưu trong dung dịch kiềm NaOH ở 90 °C trong 2 giờ, tốc độ khuấy trộn 400 – 500 vòng/phút với tỉ lệ tro trấu và NaOH theo khối lượng là 5:3 và tỉ lệ rắn lỏng là 1:15 g/mL. Sau 2 giờ, hỗn hợp tro trấu và dung dịch NaOH được lọc chân không và thu lấy dung dịch Na_2SiO_3 .

Bảng 1. Thành phần hóa học của tro trấu.

Thành phần	SiO_2	K_2O	CaO	P_2O_5	MgO	MnO	Fe_2O_3	Al_2O_3	Khác
% khối lượng	85,70	4,57	1,35	0,78	0,43	0,39	0,26	0,19	6,33

Các tấm sợi không dệt rPET có khối lượng của mỗi tấm là 1 g được ngâm hoàn toàn vào dung dịch chứa 40 mL dung dịch Na_2SiO_3 . Tiếp theo, 20 mL dung dịch HCl 7% được thêm vào hỗn hợp với tốc độ 2-3 mL/phút để xúc tác quá trình sol-gel. gel silic oxit tiếp tục được già hóa ở nhiệt độ phòng (30 - 35 °C) trong 24 giờ để mạng lưới các hạt thứ cấp gel silic oxit được gia cố và bám lên bề mặt các sợi rPET.

Khối gel silic oxit/sợi rPET được tiến hành trao đổi dung môi nước trong hệ thành hexan trong 48 giờ liên tục ở nhiệt độ phòng và cứ mỗi 24 giờ thay dung môi n-hexan 1 lần. Sau đó, khối gel silic oxit/sợi rPET được kị nước hóa bề mặt trong 24 giờ ở nhiệt độ phòng bằng cách ngâm trong hỗn hợp dung môi n-hexan và metyltrimetoxysilan (MTMS) với tỉ lệ thể tích giữa n-hexan và MTMS là 5:1, cứ mỗi 12 giờ thay hỗn hợp dung môi 1 lần.

Khối gel silic oxit/sợi rPET đã kị nước hóa được tiến hành sấy khô ở áp suất khí quyển trong 9 giờ liên tục với chế độ sấy lần lượt là tại 60 °C trong 3 giờ, 80 °C trong 3 giờ tiếp theo và 110 °C trong 3 giờ cuối cùng. Sau giai đoạn này, composít gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET được tạo thành ở dạng khối rắn chắc. Các điều kiện khảo sát tổng hợp mẫu composít gel khí silic oxit được trình bày ở bảng 2, trong đó mẫu SAC0 được tổng hợp theo quy trình đề xuất nhưng không bổ sung sợi rPET.

Bảng 2. Các điều kiện khảo sát.

Tên mẫu	Mật độ mặt của sợi rPET (g/m^2)	Số lớp sợi	Na_2SiO_3 (mL)	HCl 7% (mL)
SAC0	0	0	40	20
SAC1	80	1	40	20
SAC2	140	1	40	20
SAC3	200	1	40	20

Tiến hành tổng hợp compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET theo quy trình đề xuất cho các kết quả như sau:

a. Hình ảnh của vật liệu

Mẫu SAC0 không có sợi rPET sau khi sấy ở dạng bột trắng. Do phản ứng sol-gel xảy ra cục bộ trong mẫu SAC0 nên liên kết Si-O-Si giữa các cấu trúc vòng cổ trai của các hạt silic oxit thứ cấp không vững chắc. Vì vậy, sau khi sấy khô, gel khí silic oxit không giữ nguyên dạng khối của gel silic oxit. Tuy nhiên, các mẫu compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi không dệt rPET sau khi sấy có dạng khối rắn chắc như hình 1. Có thể thấy, các hạt silic oxit ngưng tụ ở phản ứng (2) bám chặt trên bề mặt của các sợi rPET. Với mật độ mặt của sợi là 80 g/m^2 , khối lượng sợi trên một đơn vị diện tích thấp nên bề mặt của gel khí compozit không được phủ kín các hạt silic oxit và để lộ những khoảng trống. Khi mật độ mặt của sợi tăng lên 140 và 200 g/m^2 , các hạt silic oxit phủ đều và kín bề mặt của các sợi rPET do vị trí bám của chúng trên sợi nhiều hơn.

b. Hình thái học của vật liệu

Qua hình 2 có thể thấy rằng compozit gel khí silic oxit thể hiện cấu trúc xốp với mạng lưới các sợi rPET đan xen vào nhau, là kết quả của quá trình cuộn cán nóng các sợi rPET, tạo thành các lỗ rỗng có đường kính xấp xỉ khoảng $20 - 60 \mu\text{m}$. Khi mật độ mặt của sợi rPET tăng dần từ 80 đến 200 g/m^2 , kích thước lỗ trống ngày càng nhỏ do mạng lưới sợi rPET trở nên đặc hơn và dẫn đến kích thước lỗ trống của vật liệu giảm (Hình 2).

c. Thông số vật lý của compozit gel khí silic oxit

Kết quả bảng 3 cho thấy compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET có khối lượng riêng thấp từ 0,368 đến $0,653 \text{ g/cm}^3$. Với sự tăng dần mật độ mặt của sợi rPET từ 80 đến 200 g/m^2 , khối lượng riêng của compozit gel khí silic oxit giảm dần. Tuy nhiên, độ co rút của vật liệu theo thể tích tăng dần khi mật độ mặt của sợi rPET tăng từ 80 đến 200 g/m^2 .

Bảng 3. Thông số vật lý của compozit gel khí silic oxit.

Tên mẫu	Mật độ mặt của sợi rPET (g/m^2)	Khối lượng riêng (g/cm^3)	Độ co rút (% thể tích)	Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/s)	Thời gian dập tắt sự cháy (giây)
SAC1	80	$0,653 \pm 0,013$	$12,63 \pm 0,10$	1,43	14
SAC2	140	$0,477 \pm 0,012$	$16,98 \pm 0,32$	1,07	15
SAC3	200	$0,368 \pm 0,017$	$20,45 \pm 0,27$	1,00	10

d. Tính chất nhiệt của compozit gel khí silic oxit

Kết quả hình 3 phân tích nhiệt trọng lượng của compozit gel khí silic oxit trong khoảng nhiệt độ khảo sát từ 30 đến 900 °C, môi trường không khí cho thấy vật liệu có độ bền nhiệt lên đến 400 °C. Cụ thể, trong khoảng nhiệt độ 100 °C, các mẫu SAC1, SAC2 và SAC3 đều có sự giảm khối lượng khoảng 2-9% do sự bay hơi nước trong vật liệu. Khối lượng của các mẫu compozit gel khí silic oxit có xu hướng giữ nguyên cho đến nhiệt độ 400 °C bắt đầu có sự phân hủy bởi nhiệt. Giai đoạn này mẫu có sự sụt giảm khối lượng nhiều nhất với độ mất khối lượng tương ứng với SAC1, SAC2 và SAC3 lần lượt là 18,89%, 33,00% và 42,26%. Thêm vào đó, giai đoạn này là do sự phân hủy của rPET nên độ sụt giảm khối lượng của vật liệu tăng dần theo mật độ mặt của sợi từ 80 đến 200 g/m^2 . Khi nhiệt độ tăng từ 650 đến 900 °C, khối lượng mẫu có xu hướng giữ nguyên vì thành phần còn lại trong mẫu là silic oxit.

e. Tính chất trì hoãn sự cháy của compozit gel khí silic oxit

Các mẫu compozit gel khí silic oxit với chiều dài, chiều rộng và bề dày lần lượt là 60, 10 và 8 mm, được thử nghiệm khả năng trì hoãn sự cháy. Cạnh chiều rộng của các mẫu tiếp xúc với đầu trên của ngọn lửa có chiều cao 30 mm. Từ bảng 3 cho thấy, tốc độ lan truyền ngọn lửa của các mẫu compozit gel khí silic oxit thấp trong khoảng từ 1,00 đến 1,43 mm/s. Như vậy, vật liệu compozit gel khí silic oxit từ tro trấu và sợi rPET có khả năng trì hoãn sự cháy. Thêm vào đó, khi mật độ mặt của sợi rPET tăng từ 80 đến 200 g/m^2 , tốc độ lan truyền ngọn lửa của mẫu và thời gian dập tắt sự cháy có xu hướng giảm. Điều này là do khi mật độ sợi càng cao, các hạt silic oxit có nhiều vị trí bám trên khung sợi rPET và phủ đều lên bề mặt của sợi rPET (hình 3), tạo thành lớp bảo vệ vật liệu compozit gel khí silic oxit và từ đó, trì hoãn sự cháy khi vật liệu tiếp xúc với ngọn lửa.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Quy trình tổng hợp composít gel khí silíc oxít chậm cháy từ tro trấu và sợi rPET đạt được những hiệu quả sau:

- Hai nguồn chất thải gồm tro trấu và sợi rPET từ chai nhựa thải được kết hợp tái chế thành sản phẩm composít gel khí silíc oxít có giá trị kỹ thuật cao.
- Vật liệu composít gel khí silíc oxít với tiền chất silíc oxít là Na_2SiO_3 kết hợp với sợi rPET như khung giá đỡ của composít có khối lượng riêng thấp (0,263 đến 0,342 g/cm³).
- Quy trình tổng hợp composít gel khí silíc oxít chậm cháy từ tro trấu và sợi rPET được xây dựng và phát triển theo cơ sở tận dụng Na_2SiO_3 thu được từ quá trình kiềm hóa tro trấu làm tiền chất tạo gel khí silíc oxít kết hợp khung sợi không dệt rPET để tăng cứng và gia cố cấu trúc của gel khí silíc oxít. Tiền chất này được tạo ra từ phụ phẩm tro trấu có giá thành siêu thấp 600.000 – 800.000 đồng/tấn nên có thể thay thế được tiền chất TEOS tinh khiết đắt đỏ. Quy trình tổng hợp không sử dụng máy móc đắt tiền như thiết bị sấy siêu tới hạn, thay vào đó là phương pháp sấy khô ở áp suất khí quyển với giá thành thiết bị rất thấp. Thêm vào đó, quy trình sử dụng MTMS ở giai đoạn kỵ nước hóa khối gel silíc oxít/sợi rPET thay thế cho TMCS trong các nghiên cứu trước. Hóa chất MTMS có giá thành thấp hơn 3 lần so với TMCS nên chi phí sản xuất vật liệu composít gel khí silíc oxít từ tro trấu và sợi rPET sẽ giảm đáng kể và có tính khả thi hơn với các bước tổng hợp đơn giản.

YÊU CẦU BẢO HỘ

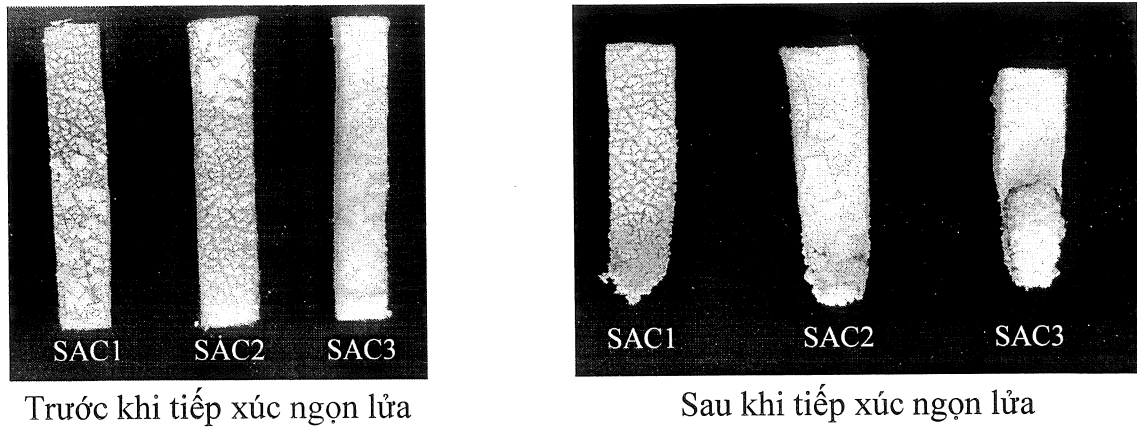
1. Quy trình tổng hợp composit gel khí silic oxit chậm cháy từ tro trấu và sợi polyetylen terephthalat tái chế (rPET) bao gồm các giai đoạn sau:

- giai đoạn 1: tro trấu với hàm lượng silic oxit (SiO_2) trên 85% theo khối lượng được đun sôi hoàn lưu trong dung dịch natri hydroxit (NaOH) ở $90\text{ }^\circ\text{C}$ trong 2 giờ, tốc độ khuấy 400-500 vòng/phút với tỉ lệ tro trấu và NaOH là 5:3 theo khối lượng và tỉ lệ rắn lỏng là 1:15 g/mL; sau đó, hỗn hợp rắn lỏng được lọc và thu lấy dung dịch natri silic oxit (Na_2SiO_3);

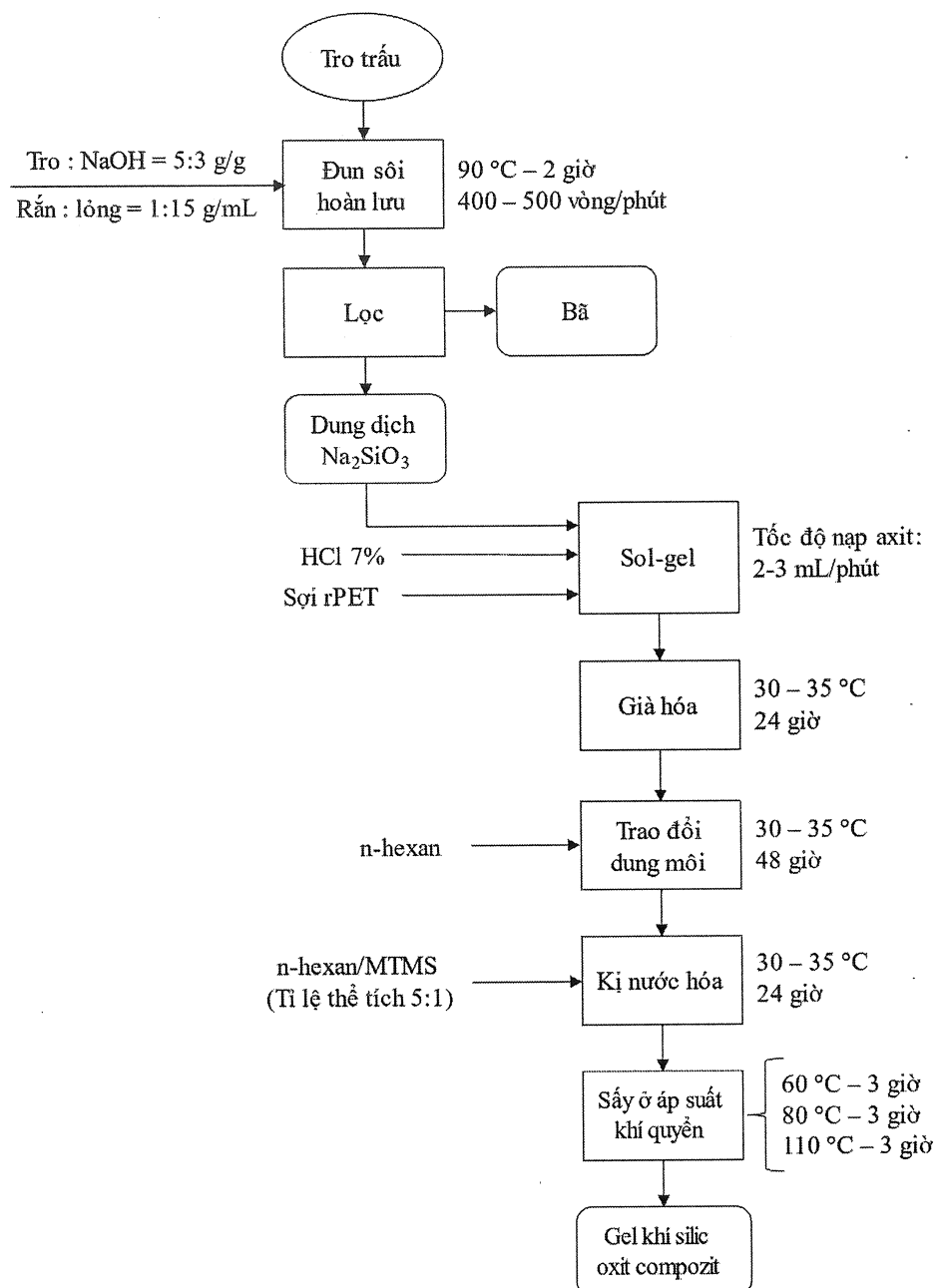
- giai đoạn 2: các tấm sợi không dệt rPET được ngâm trong dung dịch Na_2SiO_3 ở giai đoạn 1; thêm từ từ chất xúc tác gel hóa là HCl 7% vào hỗn hợp với tốc độ 2-3 mL/phút để quá trình sol-gel diễn ra; gel silic oxit tiếp tục được già hóa ở nhiệt độ phòng ($30 - 35\text{ }^\circ\text{C}$) trong 24 giờ thu được khối gel silic oxit/sợi rPET;

- giai đoạn 3: khối gel silic oxit/sợi rPET nêu trên được ngâm trong n-hexan trong 48 giờ liên tục ở nhiệt độ phòng và cứ mỗi 24 giờ thay dung môi n-hexan 1 lần; sau đó, khối gel silic oxit/sợi rPET được kị nước hóa bề mặt trong 24 giờ ở nhiệt độ phòng bằng cách ngâm trong hỗn hợp dung môi n-hexan và metyltrimethoxysilan (MTMS) với tỉ lệ thể tích giữa n-hexan và MTMS là 5:1, cứ mỗi 12 giờ thay hỗn hợp dung môi 1 lần;

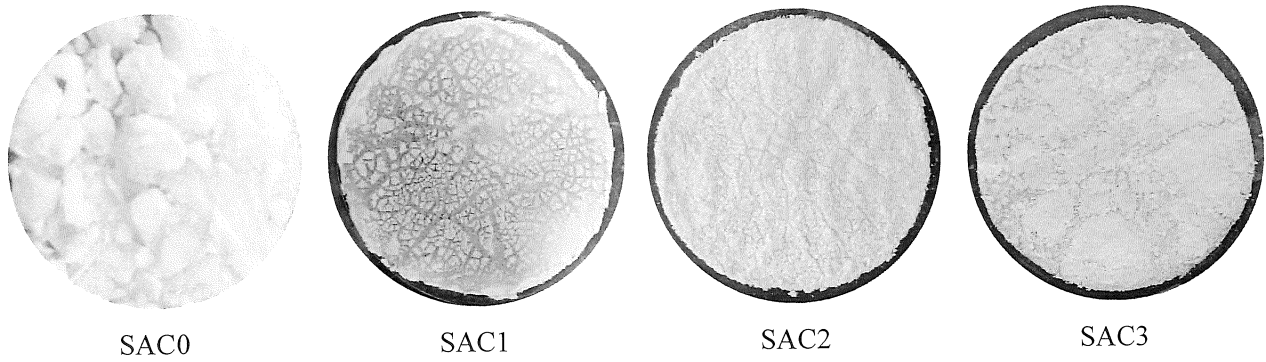
- giai đoạn 4: khối gel silic oxit/sợi rPET đã kị nước hóa ở giai đoạn 3 được tiến hành sấy khô ở áp suất khí quyển trong 9 giờ liên tục với chế độ sấy lần lượt là $60\text{ }^\circ\text{C}$ trong 3 giờ, $80\text{ }^\circ\text{C}$ trong 3 giờ tiếp theo và $110\text{ }^\circ\text{C}$ trong 3 giờ cuối cùng và tạo thành composit gel khí silic oxit ở dạng khối rắn chắc.



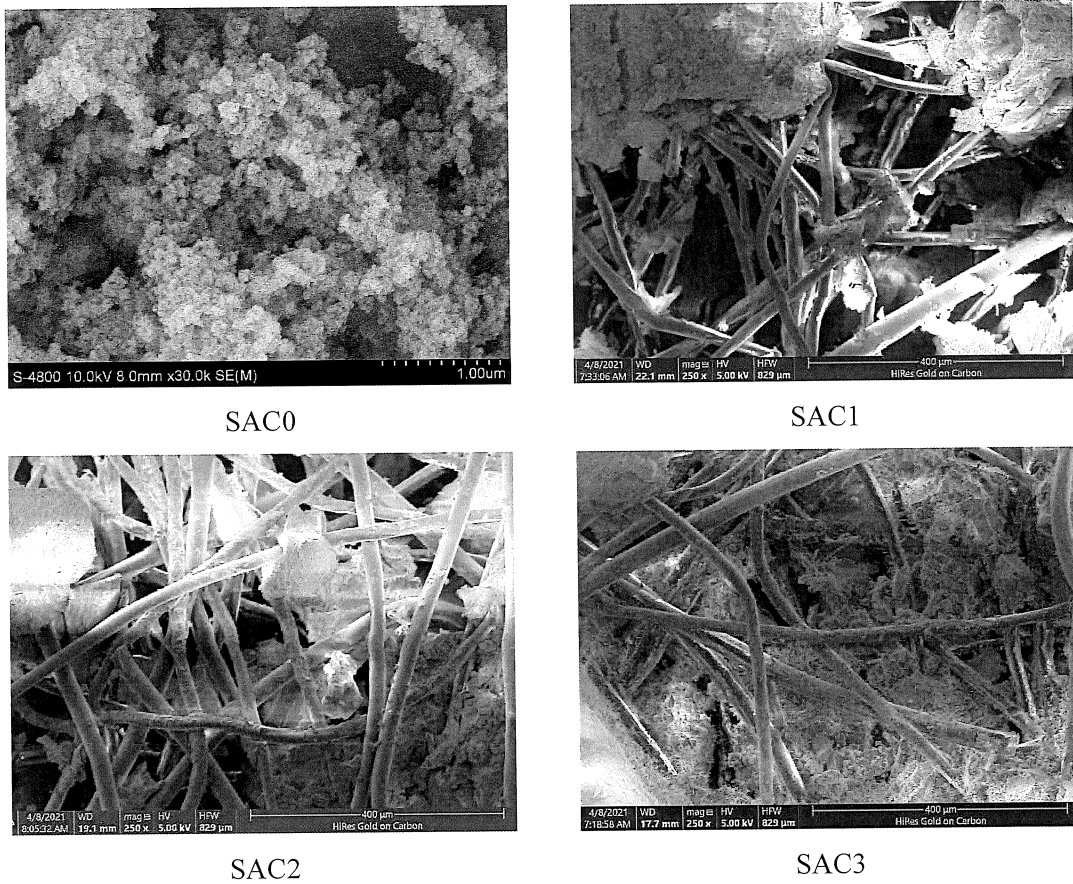
Hình 4.



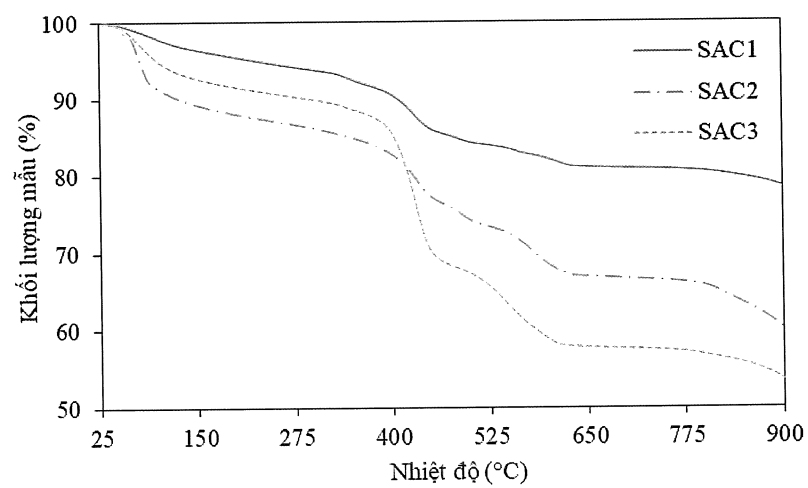
Hình 5.



Hình 1.



Hình 2.



Hình 3.