



(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)



1-0053377

(51)^{2022.01} C08J 5/06; H04L 9/40; C08K 9/06

(13) B

(21) 1-2023-08419

(22) 27/11/2023

(45) 25/11/2025 452

(43) 25/01/2024 430A

(73) Viện Kỹ thuật nhiệt đới, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam (VN)
Nhà A13, 18 đường Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) Nguyễn Vũ Giang (VN); Thái Hoàng (VN); Mai Đức Huỳnh (VN); Trần Hữu Trung (VN); Nguyễn Thị Thu Trang (VN); Nguyễn Hữu Đạt (VN); Đàm Xuân Thắng (VN); Trần Thị Mai (VN); Nguyễn Thúy Chinh (VN); Đỗ Văn Công (VN).

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT COMPOZIT NHỰA NHIỆT DẪO ĐƯỢC GIA CƯỜNG BẰNG SỢI GAI XANH

(21) 1-2023-08419

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất composit nhựa nhiệt dẻo được gia cường bằng sợi gai xanh (*Boehmeria nivea*); quy trình này bao gồm các công đoạn:

(i) biến tính sợi gai xanh bằng nhóm silan hữu cơ bằng cách:

- xử lý sơ bộ sợi gai xanh thô bằng cách ngâm sợi vào dung dịch kiềm có nồng độ nằm trong khoảng từ 1M đến 5M, trong đó dung dịch kiềm được chọn từ nhóm bao gồm: NaOH, KOH, Ca(OH)₂;

- rửa sợi đã ngâm bằng nước đến độ pH trung tính;

- ngâm sợi đã xử lý vào dung dịch silan hữu cơ, thực hiện phản ứng thủy phân để gắn các nhóm silanol lên cấu trúc sợi;

- rửa sợi đến khi nước rửa đạt độ pH trung tính, sấy khô đến khối lượng không đổi;

(ii) phối trộn sợi gai xanh biến tính với nhựa phân cực, tạo hình bằng cách ép nóng chảy để thu được composit nhựa phân cực được gia cường bằng sợi gai xanh, trong đó nhựa nhiệt dẻo là nhựa phân cực và có nhiệt độ nóng chảy không lớn hơn 200°C.

Composit thu được thích hợp ứng dụng trong các sản phẩm nội thất bền cơ học cho ô tô, máy bay hoặc các ứng dụng đòi hỏi nhựa kỹ thuật cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu polyme compozit nhựa nhiệt dẻo được gia cường bằng sợi gai xanh, vật liệu này được ứng dụng trong các sản phẩm nội thất cho ô tô, máy bay và các sản phẩm compozit trong lĩnh vực khác.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cây gai xanh (*Boehmeria nivea*) là loại cây thân thảo được trồng nhiều nơi trên thế giới. Ngoài tên gai xanh, nó còn được gọi là cỏ sú hoặc cỏ trắng. Cây gai xanh chủ yếu được trồng để lấy chất xơ. Là thực vật bán nhiệt đới, cây gai xanh có thể phát triển mạnh tại các vùng khí hậu ẩm áp và ẩm ướt có lượng mưa hàng năm lên tới 1000 mm với chiều cao lên đến 1,5-2 m. Trong sợi tự nhiên, thành phần hóa học thay đổi phụ thuộc vào từng loại sợi. Thành phần hóa học cũng như cấu trúc của sợi thực vật khá phức tạp. Phần lớn các sợi thực vật, trừ sợi bông, đều bao gồm những thành phần chính là xenlulo, hemixenlulo và lignin. Thông thường, sợi có từ 60-80% xenlulo, 5-20% lignin và 10-20% hơi ẩm. Sợi gai xanh có thành phần hóa học nhìn chung tương tự các loại sợi khác, ngoại trừ hàm lượng lignin thấp hơn rõ rệt so với các loại sợi tự nhiên khác, điều này giải thích tại sao loại sợi này có màu trắng và mềm. Nhờ hàm lượng lignin thấp, việc xử lý tách sợi cây gai xanh được cho là dễ dàng hơn so với một số loại sợi tự nhiên khác. Thông thường, sợi tự nhiên thường được xử lý bằng phương pháp kiềm nóng NaOH để cải thiện khả năng phân hủy lignin, loại bỏ lignin thu được các sợi cơ bản có độ bền cơ học cao. Ưu điểm của phương pháp này là tốc độ phân hủy lignin nhanh, phù hợp với các sợi có hàm lượng lignin cao. Tuy nhiên, phương pháp này cũng có nhược điểm, đó là tồn tại dung môi có tính kiềm cao, sau khi xử lý sợi thường phát thải ra ngoài gây ô nhiễm môi trường. Bên cạnh đó việc khống chế nồng độ NaOH là một vấn đề phức tạp, ở nồng độ dung dịch cao, độ bền sợi còn bị ảnh hưởng nghiêm trọng do xenlulo cũng bị thủy phân một phần. Việc xử lý bằng dung dịch có tính kiềm nhẹ, ít tác động môi trường cần được quan tâm. Tuy nhiên, mỗi một loại sợi tự nhiên lại có thành phần và cấu tạo khác nhau, việc lựa chọn các chất kiềm để đảm bảo xử lý tốt sợi nhưng không làm ảnh hưởng xấu đến đặc tính cơ lý của sợi gặp rất nhiều khó khăn, và không có một quy luật chung nào.

Hiện nay, sợi của cây gai xanh chủ yếu được dùng để dệt vải, vải sợi gai không những bền mà còn dễ nhuộm màu, có khả năng kháng khuẩn cao, chống được việc bám bẩn tự nhiên, chống được nấm mốc, có độ bền cao đối với ánh sáng, tốc độ khô nhanh khi phơi, chịu được nhiệt độ cao khi giặt... Độ bền kéo đứt của sợi cây gai xanh có thể đạt 1300 MPa (gấp 2 lần sợi tre và sợi đay, gấp 5 lần sợi xơ dừa), mô-đun đàn hồi đạt 60-70 GPa (cao hơn nhiều loại sợi tự nhiên khác) nhưng có độ mềm dẻo, độ chịu uốn cao. Tuy nhiên nghiên cứu ứng dụng sợi cây gai xanh làm vật liệu gia cường cho nhựa nhiệt dẻo và nhiệt rắn, chế tạo các sản phẩm polyme compozit sợi tự nhiên chưa được nghiên cứu phát triển. Nếu sợi cây gai xanh được xử lý thích hợp, có tiềm năng sử dụng như vật liệu gia cường tốt cho các polyme nền để chế tạo vật liệu polyme compozit mới, tính năng cao.

Việc sử dụng sợi làm vật liệu gia cường trong các compozit nhựa đối mặt với vấn đề về tính tương hợp giữa sợi gia cường và nền polyme. Các chất tương hợp phù hợp cũng đã được đề xuất để khắc phục vấn đề này.

Như vậy, vẫn có nhu cầu cải tiến quy trình sản xuất compozit nhựa, đặc biệt là việc lựa chọn loại sợi gia cường và cải tiến phương pháp xử lý sợi để đảm bảo tăng đặc tính cơ lý của compozit.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên, bằng cách chế tạo sợi gai xanh bằng phương pháp hóa học phù hợp, sợi gai xanh tạo thành được xử lý và biến tính với silan để cải thiện khả năng tương hợp với nhựa nền. Sau đó kết hợp sợi gai xanh với nhựa nền nhiệt dẻo có tính phân cực để chế tạo vật liệu polyme compozit bằng phương pháp ép nóng chảy để tạo ra sản phẩm có độ bền cơ học cao.

Theo đó, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất compozit nhựa nhiệt dẻo được gia cường bằng sợi gai xanh (*Boehmeria nivea*); quy trình này bao gồm các công đoạn:

(i) biến tính sợi gai xanh bằng nhóm silan hữu cơ bằng cách:

- xử lý sơ bộ sợi gai xanh thô bằng cách ngâm sợi vào dung dịch kiềm có nồng độ nằm trong khoảng từ 1M đến 5M, trong đó dung dịch kiềm được chọn từ nhóm bao gồm: NaOH, KOH, Ca(OH)₂;

- rửa sợi đã ngâm bằng nước đến độ pH trung tính;

- ngâm sợi đã xử lý vào dung dịch silan hữu cơ, thực hiện phản ứng thủy phân để gắn các nhóm silanol lên cấu trúc sợi;

- rửa sợi đến khi nước rửa đạt độ pH trung tính, sấy khô đến khối lượng không đổi;

(ii) phối trộn sợi gai xanh biến tính với nhựa phân cực, tạo hình bằng cách ép nóng chảy để thu được composit nhựa phân cực được gia cường bằng sợi gai xanh, trong đó nhựa nhiệt dẻo là nhựa phân cực và có nhiệt độ nóng chảy không lớn hơn 200°C.

Theo một phương án khác, trong bước xử lý sơ bộ sợi gai xanh, dung dịch kiềm còn bao gồm chất oxy hoá được chọn từ nhóm bao gồm hydro peroxit, javen. Việc bổ sung chất oxy hoá có tác dụng chính là tẩy trắng sợi để ứng dụng trong các composit có yêu cầu về màu sắc của sợi gia cường. Ngoài ra, chất oxy hoá cũng có tác dụng hỗ trợ cho quá trình xử lý cấu trúc tự nhiên của sợi, giúp cải thiện đặc tính cơ lý của sợi. Hiệu quả bất ngờ này được chứng minh trong các ví dụ thực hiện sáng chế.

Theo một phương án khác, trong bước xử lý sơ bộ sợi gai xanh, còn bao gồm bước chải sợi thô thu bằng lược sắt hoặc các dụng cụ nhọn tương tự có khả năng tách sợi, nhờ vậy thu được sợi thô.

Theo một phương án khác, quá trình xử lý sợi gai xanh thô với dung dịch kiềm hoặc dung dịch kiềm và chất oxy hoá có thể thực hiện ở nhiệt độ môi trường đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ môi trường, chẳng hạn như dưới 80°C, thời gian xử lý không bị hạn chế và dễ dàng điều chỉnh phụ thuộc vào nhiệt độ xử lý, dung dịch chất xử lý. Tốt hơn, thời gian ngâm ít nhất là 0,5 giờ để thể hiện rõ đặc tính cơ lý của sợi đã xử lý so với sợi thô.

Theo một phương án khác, để tăng tính tương hợp của nhựa nền và sợi gia cường, cấu trúc sợi được biến tính bằng cách xử lý với hợp chất silan hữu cơ. Thời gian phản ứng thủy phân silan hoặc lượng silan được điều chỉnh sao cho sợi gai xanh biến tính (khô) chứa khoảng từ 1 đến 10% khối lượng silan hữu cơ.

Theo một phương án khác, trong bước phối trộn sợi gai xanh biến tính với nhựa phân cực, lượng của sợi gai xanh biến tính nằm trong khoảng từ lớn hơn 0% khối lượng đến 40% khối lượng, tính theo khối lượng của hỗn hợp.

Theo một phương án khác, nhiệt độ thực hiện phản ứng thuỷ phân là nhiệt độ cao hơn nhiệt độ môi trường đến nhiệt độ không lớn hơn 80°C.

Theo một phương án đặc biệt ưu tiên, quy trình theo sáng chế đặc trưng ở chỗ:

- dung dịch kiềm là dung dịch hỗn hợp của Ca(OH)_2 nồng độ 4M và chất oxy hoá ;
- xử lý sơ bộ sợi gai xanh thô ở nhiệt độ từ 70 đến 80°C và thời gian từ 1 đến 2 giờ;
- silan hữu cơ là vinyltriethoxy silan (VTMS: Vinyl trimethoxy silane).
- nhựa nhiệt dẻo là nhựa PA11 (polyamit 11).

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế được mô tả chi tiết với các phương án và các ví dụ thực hiện cụ thể, tuy nhiên, các phương án và các ví dụ này chỉ nhằm làm rõ bản chất của sáng chế chứ không nhằm mục đích hạn chế phạm vi yêu cầu bảo hộ của sáng chế.

Việc xử lý sợi gai xanh

Sợi gai xanh thô thích hợp dùng trong sáng chế này là sợi thô thu được từ cây gai xanh. Sợi này có thể là sợi vừa được thu hoạch hoặc sợi đã làm khô, có thể đã được tách sợi thành các cụm sợi nhỏ hơn. Việc tách sợi giúp tăng hiệu quả của quá trình xử lý, giảm thời gian xử lý.

Sợi gai xanh thô được tiếp tục ngâm trong dung dịch kiềm có nồng độ nằm trong khoảng từ 1M đến 5M, trong đó dung dịch kiềm được chọn từ nhóm bao gồm: NaOH, KOH, Ca(OH)_2 . Đối với NaOH hoặc KOH nồng độ được ưu tiên có nồng độ thấp, chẳng hạn như không lớn hơn 4M. Tốt nhất, ưu tiên sử dụng Ca(OH)_2 do có chi phí thấp, dễ xử lý nước thải và phù hợp với sợi gai xanh. Xử lý sợi gai xanh bằng Ca(OH)_2 có thời gian dài hơn các chất kiềm còn lại ở cùng điều kiện, nhưng sợi thu được có xu hướng cơ lý tốt hơn. Nhiệt độ xử lý nằm trong khoảng từ nhiệt độ môi trường đến không lớn hơn 80°C. Nhiệt độ tăng sẽ giúp rút ngắn thời gian xử lý và ngược lại. Tuy nhiên, nhiệt độ quá cao, chẳng hạn cao trên 80°C sẽ có xu hướng là ảnh hưởng cấu trúc, giảm đặc tính cơ lý của sợi sau xử lý. Thời gian xử lý có hiệu quả thường lớn 0,5 giờ. Do lượng lignin thấp nên thời gian xử lý thường không cần dài, thường từ vài giờ đến không quá 24 giờ.

Đối với chất kiềm mạnh, như NaOH, KOH nồng độ cao nhất thích hợp dùng là 2M. Cụ thể, tác giả đã thực hiện khảo sát ngâm sợi gai xanh thô trong dung dịch kiềm mạnh như sau: Sợi gai ban đầu được chải tách sợi, sau đó được sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 80°C trong 2 tiếng trước khi tiến hành xử lý. Sau khi được sấy khô, sợi gai được tiến hành ngâm xử lý kiềm ở nồng độ 0,5M, 1M, 2M, 5M ở nhiệt độ 70°C trong vòng 4 giờ. Sợi gai sau khi ngâm kiềm được đưa ra rửa sạch đến khi pH = 7 sau đó ngâm trong nước trong 24h để loại bỏ hoàn toàn NaOH ngấm trong sợi gai. Sau đó, được sấy khô ở tủ sấy với nhiệt độ 80°C đến khối lượng không đổi. Kết quả

Thử nghiệm cho thấy, khi nồng độ dung dịch NaOH tăng thì sự thay đổi khối lượng xenluloza cũng tăng, đồng thời hàm lượng xenluloza cũng tăng và đạt giá trị cực đại với nồng độ NaOH 2M là 82,5%. Sau đó, hàm lượng này giảm. Đó là do quá trình xử lý sợi gai đã phân hủy và hòa tan dần các thành phần không bền với kiềm như hemixellulose, lignin, các axit béo và các tạp chất khác có trong sợi gai nhưng không làm phân hủy và hòa tan xellulose. Vì thế, hàm lượng xenluloza trong sợi tăng lên. Tuy nhiên khi tăng nồng độ NaOH lên 5M khối lượng sợi giảm mạnh đã xảy ra quá trình phân hủy một phần cellulose có trong sợi, vì ở một nồng độ NaOH nhất định, xenluloza sẽ bị phân hủy, khiến cho khối lượng xenluloza có trong sợi sụt giảm. Dựa trên những kết quả đã đạt được, dung dịch NaOH 2M cho khả năng xử lý tốt nhất. Điều tương tự cũng xảy ra với dung dịch KOH.

Chất oxy hoá được chọn từ nhóm bao gồm H₂O₂, dung dịch javen. Lượng dùng các chất này không bị hạn chế, miễn sao đáp ứng yêu cầu về độ trắng của sợi. Tối đa, lượng dung dịch oxy hoà là bằng 15 lần thể tích dung dịch kiềm. H₂O₂ có dạng dung dịch có bán sẵn trên thị trường với nồng độ khoảng 30%. Dung dịch javen có bán sẵn trên thị trường với nồng độ 8-10%.

Sau đó, vớt sợi, tùy ý vắt khô sợi, và rửa sạch đến khi độ pH nước rửa đạt trung tính. Sợi có thể để khô tự nhiên, trước khi tiếp tục phản ứng biến tính với silan hữu cơ.

Silan hữu cơ bất kỳ đều có thể được sử dụng trong sáng chế này. Để phù hợp với chi phí, tốt hơn nếu silan hữu cơ này là vinyltriethoxy silan (VTMS: Vinyl trimethoxy silane). Cách thức thủy phân này đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật, thông thường sợi sẽ được ngâm, kết hợp gia nhiệt dung dịch cồn silan hữu cơ, điều chỉnh độ pH bằng axit yếu, chẳng hạn như axetic, đến độ pH từ 3-4 để thực hiện phản ứng thủy phân.

Lượng silan gắn trên cấu trúc sợi được điều chỉnh bằng thời gian phản ứng và/hoặc lượng tác nhân phản ứng. Sợi gai xanh biến tính (khô) chứa khoảng từ 1 đến 15% khối lượng silan hữu cơ, tốt hơn là từ 5 đến 10% khối lượng.

Sau phản ứng biến tính sợi, sợi được vớt ra, rửa sạch (khi nước rửa đạt trung tính). Có thể sử dụng dung dịch etanol trong nước để rửa. Sợi đã biến tính được sấy khô, bảo quản để sử dụng trong bước tiếp theo.

Ép nóng tạo compozit

Nhựa nhiệt dẻo phân cực có nhiệt độ nóng chảy dưới 200°C đều có thể dùng trong sáng chế này. Nhiệt độ nóng chảy lớn hơn 200°C sẽ làm phân huỷ sợi gia cường trong quá trình chế tạo. Tốt nhất nếu nhựa nền này là nhựa polyamit 11 (PA11).

Để tăng hiệu quả của việc gia cường bằng sợi, các sợi thường được giữ nguyên độ dài có sẵn trước khi thực hiện gia công ép nóng chảy. Các sợi được trải thành từng lớp, hoặc đan xen thành lớp. Các lớp sợi sẽ xen kẽ lớp nhựa nền. Nhựa nền có thể có dạng tấm mỏng hoặc dạng bột. Toàn bộ hỗn hợp sẽ được ép nóng chảy để gia công. Sau khi làm tạo hình và làm nguội sẽ thu được compozit nhựa nhiệt dẻo phân cực được gia cường bằng sợi gai xanh. Lượng dùng của sợi gai xanh biến tính silan nằm trong khoảng từ lớn hơn 0% khối lượng đến 50 khối lượng. Nếu lượng dùng lớn hơn 50% thì compozit thu được dễ bị tách lớp giữa nhựa và sợi gia cường, độ bền cơ lý giảm. Lượng dùng lớn hơn 0% và tăng dần sẽ tăng đặc trưng cơ lý của compozit và lượng này được điều chỉnh theo yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm cuối cùng.

Compozit này có độ bền cao, thích hợp dùng làm nội thất cho ô tô, máy bay và các ứng dụng kỹ thuật khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ về xử lý sợi được thực hiện như sau. Trong đó, với mỗi ví dụ cụ thể, sẽ thay đổi nồng độ và loại tác nhân. Sợi gai xanh thô được chải tách sợi, sau đó được sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 80°C trong 2 tiếng trước khi tiến hành xử lý. Sau khi được sấy khô, sợi gai được tiến hành ngâm trong dung dịch xử lý là kiềm ở nồng độ 1M, 2M, 3M, 4M, 5M, có hoặc không có chất oxy hoá; ở nhiệt độ 80°C trong vòng 4 giờ. Sợi gai sau khi ngâm được đưa ra rửa sạch đến khi pH = 7 sau đó ngâm trong nước

trong 24h để loại bỏ hoàn toàn tác nhân phản ứng ngấm trong sợi. Sau đó, sấy khô ở tủ sấy với nhiệt độ 80°C đến khối lượng không đổi.

Ví dụ 1. Khảo sát điều kiện xử lý sợi

Thực hiện quy trình xử lý sợi như trên với dung dịch xử lý là NaOH, Ca(OH)₂, có hoặc không có chất oxy hoá. Kết quả thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1. Hàm lượng xenluloza của sợi gai ban đầu, sợi xử lý cơ học, sợi xử lý NaOH qua các nồng độ khác nhau

Tác nhân xử lý	Nồng độ (M)	Hàm lượng xenluloza (%)	
Tác nhân oxi (H ₂ O ₂)		Không xử lý	Có xử lý
Sợi ban đầu	-	65-67	
Sợi xử lý NaOH	1M	77-82	78-86
	2M	81-84	73-85
	3M	82-84	75-86
	4M	84-85	85-89
	5M	85-87	91-93
Sợi xử lý Ca(OH) ₂	1M	73-84	82-94
	2M	82-86	84-94
	3M	88-90	79-84
	4M	79-90	83-88
	5M	81-89	84-89

Như thể hiện trên Bảng 1, khi nồng độ dung dịch càng tăng thì hàm lượng xenluloza cũng tăng theo tương ứng, đồng thời sự có mặt của tác nhân oxy hóa giúp việc loại bỏ lignin triệt để hơn. Tại hàm lượng kiềm 5M, hàm lượng cellulose trong mẫu cao nhất tuy nhiên độ bền kéo có xu hướng giảm. Tuy nhiên độ bền cơ học của các mẫu thu được từ bảng 2 cho thấy, rằng ở nồng độ xử lý thấp hơn cho độ bền kéo

tốt hơn. Mẫu sợi xử lý tại NaOH 3M có H₂O₂ cho độ bền kéo đứt lớn nhất là 725,55 MPa. Trong khi mẫu xử lý bằng Ca(OH)₂ 4M và oxy hóa cho độ bền kéo đứt lớn nhất là 1061,6 MPa. Kết quả này có thể do ở dung dịch ở nồng độ cao, có thể dẫn tới sự thủy phân cả xenluloza dẫn tới làm giảm tính chất cơ học.

Bảng 2. Độ bền kéo của sợi gai ban đầu, sợi xử lý cơ học, sợi xử lý NaOH qua các nồng độ khác nhau

	Nồng độ (M)	Độ bền kéo đứt (MPa)	
Tác nhân oxi		Không	Có
Sợi ban đầu	-	674	
Sợi xử lý NaOH	1M	711	690,52
	2M	730,4	861,52
	3M	712,5	725,55
	4M	683,2	607,49
	5M	632,47	589,23
Sợi xử lý Ca(OH) ₂	1M	706,15	723,91
	2M	915,54	945,6
	3M	989,4	1023,4
	4M	1034,68	1061,6
	5M	992,42	962,95

Ví dụ 2: Chế tạo vật liệu polyme compozit PA11/sợi gai xanh chưa xử lý

Sợi gai xanh chưa xử lý sau khi sấy khô được trải sợi và sắp xếp tuyến tính thành từng lớp xen kẽ với lớp màng nhựa PA11, sau đó tiến hành ép nhiệt trên thiết bị Toyoseiki ở điều kiện nhiệt độ 210 độ C và áp suất nén đạt 50 MPa với hàm lượng sợi gai xanh AP1 trong composite được đưa vào lần lượt là: 30%, 40%, 50%. Mẫu sau quá trình chế tạo được để ổn định ở nhiệt độ phòng trong tối thiểu 24 giờ trước khi đem đánh giá các tính chất cơ học đặc trưng của vật liệu, kết quả độ bền cơ học của các

mẫu được trình bày trên bảng 3. Độ uốn của vật liệu tăng theo hàm lượng sợi gai xanh đưa vào, tuy nhiên độ bền kéo của vật liệu có xu hướng giảm khi gia tăng hàm lượng sợi gai xanh. Tại 50 %kl sợi gai xanh, độ bền uốn đạt giá trị lớn nhất 7,16 MPa, độ bền kéo đứt, mô đun đàn hồi giá trị lần lượt là 20,58 MPa, 644,32 MPa.

Bảng 3. Độ bền kéo, mô đun đàn hồi và độ bền uốn của vật liệu compozit PA11/sợi gai xanh chưa xử lý ở các hàm lượng 0, 30, 40, 50 (% sợi)

Tên mẫu	Độ bền kéo (MPa)	Mô đun đàn hồi (MPa)	Độ bền uốn (MPa)
PA11	34,32	850,84	5,63
PA11/sợi gai xanh chưa xử lý-30	28,87	864,41	5,8
PA11/ sợi gai xanh chưa xử lý-40	28,17	676,22	6,04
PA11/ sợi gai xanh chưa xử lý-50	20,58	644,32	7,16

Ví dụ 3: Chế tạo vật liệu polyme compozit PA11/sợi gai xanh 40% khối lượng tại các điều kiện xử lý khác nhau

Mẫu vật liệu polyme compozit PA11/sợi gai xanh sử dụng sợi được xử lý bằng 2 loại kiềm là NaOH và $\text{Ca}(\text{OH})_2$ trong điều kiện có và không có bổ sung tác nhân oxy hóa với hàm lượng kiềm thay đổi từ 1M đến 5M. Hàm lượng sợi sử dụng trong ví dụ được giữ cố định ở 40%. Mẫu được chế tạo bằng phương pháp xếp lớp xen kẽ giữa nhựa và sợi các điều kiện và thiết gia công chế tạo mẫu như nhiệt độ, áp suất, thời gian ép và thời gian ổn định tương tự với các ví dụ trước đó, lần lượt là nhiệt độ 210 °C và áp suất nén 50 MPa ổn định ở nhiệt độ phòng trong tối thiểu 24 giờ trước khi đem đánh giá các tính chất cơ học đặc trưng của vật liệu, kết quả độ bền cơ học của các mẫu được trình bày trên bảng 4. Mẫu sử dụng sợi ở điều kiện xử lý bằng $\text{Ca}(\text{OH})_2$ hàm lượng 4M có tác nhân oxy hóa có kết quả tốt nhất với độ bền kéo, mô đun đàn hồi và độ bền uốn lần lượt là: 57,74 MPa; 1105,52 MPa; 18,81 MPa.

Bảng 4 Độ bền kéo, mô đun đàn hồi và độ bền uốn của vật liệu compozit PA11/sợi gai xanh xử lý ở các điều kiện khác nhau

	Nồng độ (M)	Độ bền kéo đứt (MPa)	Mô đun đàn hồi (MPa)	Độ bền kéo đứt (MPa)
--	----------------	-------------------------	-------------------------	-------------------------

Tác nhân oxi hóa		Không	Có	Không	Có	Không	Có
Sợi xử lý NaOH	1M	42,23	43,33	834,97	940,19	11,20	12,61
	2M	51,30	52,63	845,85	1118,27	13,89	15,64
	3M	44,09	45,24	867,37	976,67	11,75	13,23
	4M	37,83	38,82	758,18	853,73	9,89	11,14
	5M	36,86	37,82	741,30	834,71	9,61	10,82
Sợi xử lý Ca(OH)_2	1M	41,19	45,15	865,85	864,41	11,73	13,20
	2M	44,50	57,20	894,15	874,17	15,21	17,13
	3M	48,62	55,66	966,10	955,19	16,44	18,51
	4M	56,28	57,74	981,80	1105,52	16,70	18,81
	5M	52,35	56,03	854,46	962,14	16,54	18,63

Ví dụ 4. Chế tạo vật liệu polyme compozit PA11/sợi gai xanh biến tính

Sợi gai xanh được biến tính với VTMS tại các hàm lượng khác nhau 3, 4 và 5% biến tính. Sợi gai xanh sau khi sấy khô được trải đều và sắp thành thành từng lớp xen kẽ với lớp màng nhựa PA11, sau đó được ép phẳng trên thiết bị Toyoseiki. Hàm lượng sợi gai xanh biến tính trong compozit được đưa là 40%. Mẫu sau khi chế tạo được để ổn định ở nhiệt độ phòng trong 24 giờ trước khi đem đánh giá các tính chất đặc trưng.

Bảng 5. Độ bền kéo, mô đun đàn hồi và độ bền uốn của vật liệu compozit PA11/sợi gai xanh biến tính và chưa biến tính hàm lượng 40 % sợi

Mẫu compozit	Độ bền kéo (MPa)	Mô đun đàn hồi (MPa)	Độ bền uốn (MPa)
PA11	34,32	850,84	5,63
PA11/sợi gai xanh	57,74	1105,52	18,81
PA11/sợi gai xanh biến tính 3%	81,81	1956,33	22,32
PA11/ sợi gai xanh biến tính 4%	88,37	2356,14	27,77
PA11/ sợi gai xanh biến tính 5%	84,17	2578,96	26,30

Từ kết quả bảng 5 cho thấy, hiệu quả biến tính đã được thể hiện khi so sánh với mẫu không biến tính. Các mẫu biến tính có độ bền cơ học cao hơn so với mẫu không biến tính. Trong đó, mẫu biến 4 %kl VTMS có độ bền kéo đứt, mô đun đàn hồi và độ bền uốn đạt giá trị cao nhất lần lượt là 88,37 MPa, 2356, 14 MPa và 27,77 MPa.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Quy trình theo sáng chế cho phép thu được sợi gai xanh với hàm lượng xenluloza cao hơn do lignin được loại bỏ. Nhờ vậy, sợi gai xanh có độ bền cơ học cao, dễ phân tán và kết dính với nhựa nền. Bằng cách biến tính sợi xenluloza với silan cho phép cải thiện tốt hơn nữa độ bền cơ học, độ bền nhiệt của sợi xenluloza, cũng như khả năng phân tán kết dính với nhựa nền khi so với sợi chưa xử lý.

Ngoài ra, quy trình chế tạo vật liệu polyme compozit - sợi gai xanh được đề cập trong sáng chế dễ thực hiện. Vật liệu polymer compozit thu được có ưu điểm độ bền cơ học tốt, chống thấm nước có thể được ứng dụng này ứng dụng trong các sản phẩm nội thất cho ô tô, máy bay và các ứng dụng khác.

Về hiệu quả kinh tế, việc chế tạo được sợi gai xanh ứng dụng làm vật liệu polymer compozit không chỉ giúp đa dạng hóa cho đầu ra của cây gai xanh mà còn nâng cao hiệu quả kinh tế cho người dân trồng cây gai xanh và các nhà sản xuất vật liệu polymer compozit nhờ chủ động được nguồn nguyên liệu trong nước, vừa làm chủ công nghệ chế tạo vật liệu polyme compozit.

Về mặt môi trường, sản phẩm được tạo ra còn có ý nghĩa to lớn về mặt môi trường nhờ việc sử dụng sợi cây gai xanh thân thiện, dễ phân hủy trong tự nhiên, khả năng tái tạo phục hồi cao, cân bằng hệ sinh thái tốt của cây gai xanh khi so sánh với việc sử dụng các sợi tổng hợp hiện nay như: sợi thủy tinh, sợi aramid

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất composit nhựa nhiệt dẻo được gia cường bằng sợi gai xanh (*Boehmeria nivea*); quy trình này bao gồm các công đoạn:

(i) biến tính sợi gai xanh bằng nhóm silan hữu cơ bằng cách:

- xử lý sơ bộ sợi gai xanh thô bằng cách ngâm sợi vào dung dịch kiềm có nồng độ nằm trong khoảng từ 1M đến 5M, trong đó dung dịch kiềm được chọn từ nhóm bao gồm: NaOH, KOH, Ca(OH)₂;

- rửa sợi đã ngâm bằng nước đến độ pH trung tính;

- ngâm sợi đã xử lý vào dung dịch silan hữu cơ, thực hiện phản ứng thủy phân để gắn các nhóm silanol lên cấu trúc sợi;

- rửa sợi đến khi nước rửa đạt độ pH trung tính, sấy khô đến khối lượng không đổi;

(ii) phối trộn sợi gai xanh biến tính với nhựa phân cực, tạo hình bằng cách ép nóng chảy để thu được composit nhựa phân cực được gia cường bằng sợi gai xanh, trong đó nhựa nhiệt dẻo là nhựa phân cực và có nhiệt độ nóng chảy không lớn hơn 200°C.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó trong bước xử lý sơ bộ sợi gai xanh, dung dịch kiềm còn bao gồm chất oxy hoá được chọn từ nhóm bao gồm hydro peroxit, javen.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó bước xử lý sơ bộ sợi gai xanh được thực hiện ở nhiệt độ không lớn hơn 80°C và trong thời gian ít nhất 0,5 giờ.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó trong bước ngâm sợi đã xử lý vào dung dịch silan hữu cơ, thời gian phản ứng thủy phân silan hoặc lượng silan được điều chỉnh sao cho sợi gai xanh biến tính (khô) chứa khoảng từ 1 đến 10% khối lượng silan hữu cơ.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó trong bước phối trộn sợi gai xanh biến tính với nhựa phân cực, lượng của sợi gai xanh biến tính nằm trong khoảng từ lớn hơn 0% khối lượng đến 40% khối lượng, tính theo khối lượng của hỗn hợp.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nhiệt độ thực hiện phản ứng thủy phân là nhiệt độ cao hơn nhiệt độ môi trường đến nhiệt độ không lớn hơn 80°C.

7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó:

- dung dịch kiềm là dung dịch hỗn hợp của $\text{Ca}(\text{OH})_2$ nồng độ 4M và chất oxy hoá ;
- xử lý sơ bộ sợi gai xanh thô ở nhiệt độ từ 70 đến 80°C và thời gian từ 1 đến 2 giờ;
- silan hữu cơ là vinyltriethoxy silan (VTMS: Vinyl trimethoxy silane).
- nhựa nhiệt dẻo là nhựa PA11 (polyamit 11).