

TRẦN THỊ THƯƠNG

HÓA HỌC

2023

**BỘ GIÁO DỤC
VÀ ĐÀO TẠO**

**VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC
VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM**

HỌC VIỆN KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ



Trần Thị Thương

**NGHIÊN CỨU PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN KHÍ ĐỘC
PHÁT THẢI KHI ĐỐT VẢI SỢI COTTON CHỐNG CHÁY
BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHỐI PHỔ**

LUẬN VĂN THẠC SĨ NGÀNH HÓA HỌC

Hà Nội - Năm 2023

**BỘ GIÁO DỤC
VÀ ĐÀO TẠO**

**VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC
VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM**

HỌC VIỆN KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ



Trần Thị Thương

**NGHIÊN CỨU PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN KHÍ ĐỘC PHÁT THẢI
KHI ĐỐT VẢI SỢI COTTON CHỐNG CHÁY BẰNG PHƯƠNG
PHÁP SẮC KÝ KHỐI PHỔ**

Chuyên ngành: Hóa phân tích
Mã số: 8440118

**LUẬN VĂN THẠC SĨ NGÀNH
HÓA HỌC**

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC:

TS. Nguyễn Ngọc Tùng

Hà Nội - Năm 2023

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan luận văn tốt nghiệp: “Nghiên cứu phân tích thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy bằng phương pháp sắc ký khối phổ” là công trình nghiên cứu của bản thân và nhóm nghiên cứu. Những phần sử dụng tài liệu tham khảo trong luận văn đã được nêu rõ trong phần tài liệu tham khảo. Các số liệu, kết quả trình bày trong luận văn là hoàn toàn trung thực, nếu sai tôi xin chịu hoàn toàn trách nhiệm.

Hà Nội, ngày tháng năm 2023

Học viên

Trần Thị Thương

LỜI CẢM ƠN

Để hoàn thành được Luận văn này, trước tiên xin tôi xin gửi lời cảm ơn sâu sắc đến TS. Nguyễn Ngọc Tùng (Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam), người đã tận tình hướng dẫn, chỉ bảo, giúp đỡ tôi trong suốt thời gian nghiên cứu luận văn.

Tôi xin gửi lời cảm ơn sâu sắc nhất tới tập thể cán bộ Phòng Phát triển công nghệ và Dịch vụ đo lường (Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam) đã tạo điều kiện thuận lợi giúp đỡ tôi về cơ sở vật chất, kinh nghiệm và trợ giúp tôi rất nhiều trong thời gian tôi thực hiện luận văn.

Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn trân trọng đến các thầy cô giáo và cán bộ trong Học viện Khoa học và Công nghệ (Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam) đã giảng dạy, truyền đạt cho tôi nhiều kiến thức quý báu trong quá trình học tập và nghiên cứu tại học viện. Những kiến thức mà tôi nhận được sẽ là hành trang giúp chúng tôi vững bước trong tương lai.

Tôi cũng xin trân trọng cảm ơn sự tài trợ của Viện hàn Lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam để thực hiện nghiên cứu này thông qua đề tài mã số TĐPCCC.02/21-23.

Tôi xin chân thành cảm ơn Lãnh đạo và đồng nghiệp tại Công ty cổ phần Công nghệ Plasma Việt Nam đã tạo điều kiện, hỗ trợ và giúp đỡ tôi trong suốt thời gian học Thạc sỹ.

Cuối cùng, tôi xin cảm ơn gia đình, bạn bè, người thân đã luôn ở bên ủng hộ động viên và là nguồn cổ vũ lớn lao, là động lực giúp tôi hoàn thành luận văn này.

Hà Nội, ngày tháng năm 2023

Học viên

Trần Thị Thương

MỤC LỤC

LỜI CAM ĐOAN	i
LỜI CẢM ƠN	iv
MỤC LỤC.....	iii
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT	vi
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	vii
DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ, ĐỒ THỊ.....	viii
MỞ ĐẦU.....	1
1. Lý do chọn đề tài.....	1
2. Mục tiêu nghiên cứu	3
3. Phạm vi nghiên cứu.....	3
4. Nội dung nghiên cứu.....	3
5. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của luận văn	4
CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN NGHIÊN CỨU	5
1.1. TỔNG QUAN VỀ VẢI SỢI VÀ SỰ HÌNH THÀNH SẢN PHẨM DẠNG KHÍ ĐỘC HẠI TRONG QUÁ TRÌNH ĐỐT CHÁY VẢI SỢI	5
1.1.1. Giới thiệu chung về vải sợi.....	5
1.1.2. Giới thiệu chung về sự cháy của vải sợi	6
1.1.3. Sự biến đổi của sợi vải thông dụng trong quá trình cháy	13
1.1.4. Tổng quan về các thành phần khí độc hại sinh ra trong quá trình cháy của vật liệu vải sợi.....	20
1.2. TỔNG QUAN VỀ VẢI SỢI CHỐNG CHÁY VÀ CÁC PHƯƠNG PHÁP TĂNG CƯỜNG KHẢ NĂNG CHỐNG CHÁY CHO VẢI SỢI.....	24
1.2.1. Phương pháp ngâm tẩm	28

1.2.2. Phương pháp tráng phủ thường	31
1.2.3. Phương pháp tráng phủ bằng plasma.....	31
1.3. TÌNH HÌNH NGHIÊN CỨU LIÊN QUAN ĐẾN TĂNG CƯỜNG TÍNH CHỐNG CHÁY CỦA VẢI SỢI COTTON	32
1.3.1. Tình hình nghiên cứu trên thế giới	32
1.3.2. Tình hình nghiên cứu tại Việt Nam	36
CHƯƠNG 2: ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU.....	38
2.1. ĐỐI TƯỢNG NGHIÊN CỨU	38
2.2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU	39
2.2.1. Phương pháp tổng hợp tài liệu.....	39
2.2.2. Phương pháp chế tạo mẫu.....	39
2.2.3. Phương pháp thu mẫu khí.....	43
2.2.4. Phương pháp phân tích mẫu khí	44
2.2.5. Các phương pháp phân tích khác.....	47
2.2.6. Phương pháp xử lý số liệu	49
CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	50
3.1. KHẢO SÁT ẢNH HƯỞNG CỦA CÁC ĐIỀU KIỆN NGÂM TÂM LÊN TÍNH CHẤT CỦA VẢI SỢI COTTON CHỐNG CHÁY	50
3.1.1. Khảo sát với hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP50	
3.1.2. Khảo sát với hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên.....	63
3.2. PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN KHÍ ĐỘC PHÁT THẢI KHI ĐỐT VẢI SỢI COTTON CHỐNG CHÁY	72
3.2.1. Kết quả phân tích các thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton	72
3.2.2. Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton thường	74

3.2.3. Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP.....	80
3.2.4. Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên	87
KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ.....	95
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	97
PHỤ LỤC.....	103

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT

Kí hiệu	Tên đầy đủ tiếng Việt	Tên đầy đủ tiếng Anh
ASTM	Hội thử nghiệm và vật liệu Mỹ	American Society for Testing and Materials
Fixapret CPN	Phụ gia Fixapret CPN	Dimethylol dihydroxy ethylene urea
GC	Sắc ký khí	Gas chromatography
JFC	Phụ gia chống thấm JFC	Alkylphenol Polyoxyethylene Ether
LOI	Chỉ số oxy giới hạn	Limiting oxygen index
MS	Khối phổ	Mass spectrometry
Pyrovatex CP	Phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP	N – Methyloldimethyl Phosphonopropioamide

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1: <i>Tính chất cơ bản của một số loại sợi vải thông dụng</i>	9
Bảng 1.2: <i>Cơ chế phân hủy nhiệt chính và giá trị T_h của một số loại polyme</i>	10
Bảng 2.1: <i>Tỷ lệ thành phần cơ bản của dung dịch ngâm tẩm dùng trong hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP</i>	41
Bảng 3.1: <i>Các thông số khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện gia công bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý</i>	50
Bảng 3.2: <i>Các điều kiện gia công vải sợi cotton chống cháy bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP</i>	62
Bảng 3.3: <i>Các thông số khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện gia công bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý</i>	63
Bảng 3.4: <i>Các điều kiện gia công vải sợi cotton chống cháy bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên</i>	71
Bảng 3.5: <i>Kết quả phân tích GC/MS của mẫu vải sợi cotton chưa qua xử lý chống cháy, và mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý chống cháy bằng hệ phụ gia Pyrovatex CP và hệ phụ gia có nguồn gốc tự nhiên</i>	72
Bảng 3.6: <i>Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton chưa qua xử lý</i>	76
Bảng 3.7: <i>Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP</i>	82
Bảng 3.8: <i>Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên</i>	88

DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ, ĐỒ THỊ

Hình 1.1: Sơ đồ đơn giản về quá trình cháy của vải sợi.....	7
Hình 1.2: Cơ chế phản ứng Bolland–Gee cho quá trình phân hủy oxy hóa quang và phân hủy oxy hóa nhiệt của polyme mạch thẳng	13
Hình 1.3: Cơ chế phân hủy nhiệt đơn giản của cellulose được đề xuất bởi Bradbury cùng đồng sự.....	14
Hình 1.4: Phụ gia Exolit® 5060 (trên) và sự phân bố của phụ gia Exolit® 5060 trong nền sợi viscose Lenzing FR (dưới)	25
Hình 1.5: Phản ứng hóa học xảy ra giữa cellulose, nhựa melamin metylolat hóa, và chế phẩm Pyrovatex CP trong môi trường xúc tác axit.....	30
Hình 2.1: Hệ thống thiết bị phân tích sắc ký khí Agilent Technologies 7890B GC.....	46
Hình 2.2: Hệ thống thiết bị phân tích khối phổ Agilent Technologies 5977A MSD.....	47
Hình 2.3: Thiết bị phân tích độ bền cháy mẫu treo phương dọc Yasuda – No.440	48
Hình 3.1: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton chưa qua xử lý.....	75
Hình 3.2: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP.....	81
Hình 3.3: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên	87

MỞ ĐẦU

1. Lý do chọn đề tài

Ngày nay, cùng tốc độ đô thị hóa tăng nhanh, các khu dân cư và tổ hợp nhà cao tầng được xây dựng với mật độ cao và sử dụng nhiều loại vật liệu dễ cháy, tạo thành nguy cơ thiệt hại lớn về tính mạng và tài sản của con người khi xảy ra hỏa hoạn. Bên cạnh đó, sự phát triển kinh tế xã hội cũng dẫn đến xuất hiện ngày càng nhiều các khu công nghiệp, khu chế xuất, khu công nghệ cao, và các khu kinh tế tập trung với quy mô ngày càng lớn. Những trung tâm sản xuất này được trang bị dây chuyền công nghệ ngày càng hiện đại đắt tiền và khối lượng hàng hóa vật tư tập trung ngày càng nhiều, với tính chất cháy nổ phức tạp và nguy hiểm hơn trước, hình thành nên nguy cơ xảy ra những vụ hỏa hoạn nghiêm trọng.

Trong những năm gần đây, tại Việt Nam cũng đã xảy ra một số vụ hỏa hoạn gây hậu quả tương đối nghiêm trọng, ví dụ như vụ cháy quán karaoke trên đường Trần Thái Tông xảy ra vào ngày 01/11/2016, vụ cháy xảy ra tại khu vực Đê La Thành vào ngày 17/09/2018, vụ cháy xảy ra tại Công ty Cổ phần Bóng đèn Phích nước Rạng Đông vào ngày 28/08/2019, vụ cháy nhà xưởng của Công ty Cổ phần Formach vào ngày 05/07/2022, v.v. [1,2] Đặc điểm chung của những vụ hỏa hoạn này là đám cháy ban đầu đã lan ra rất nhanh do sự có mặt của các loại vật liệu dễ bắt cháy như xốp cách nhiệt, bìa các-tông, đồ trang trí nội thất từ vật liệu vải sợi và nhựa, v.v. Trước tình hình hỏa hoạn diễn biến phức tạp, khiến Nhà nước đã phải thực hiện ban hành bổ sung và tăng cường giám sát thực hiện nhiều chính sách liên quan đến phòng cháy – chữa cháy.

Hiện nay, có nhiều giải pháp để tăng khả năng phòng cháy và chữa cháy, trong số đó bao gồm việc sử dụng vật liệu vải sợi chống cháy. Trên thị trường, hiện đang có nhiều loại sản phẩm vải sợi chống cháy khác nhau, đáp ứng những nhu cầu thực tiễn đa dạng mà xã hội đặt ra đối với loại vật liệu này. Tính năng chống cháy của vải sợi có thể được cải thiện thông qua việc bổ sung các phụ gia chống cháy chứa một số nguyên tố hóa học nhất định

như: phospho, nitơ, halogen, sunphua, kim loại, v.v. Các phụ gia chống cháy này có thể được gia công trực tiếp lên bề mặt tấm vải sợi. Trong đó, phương pháp ngâm tẩm là phương pháp xử lý vải sợi tương đối lâu đời, được sử dụng rộng rãi hơn cả và đặc biệt thích hợp đối với những loại vải sợi nguồn gốc tự nhiên như vải cotton, vải lanh, v.v. Hơn nữa, phương pháp này còn cho phép duy trì được phần lớn các ưu điểm nổi bật khác của vải sợi cotton như khả năng thoáng khí, tính thẩm mỹ, v.v. Đa phần các quy trình kỹ thuật chung, cũng như các công thức dung dịch xử lý vải cơ bản được sử dụng ngày nay đều đã được xây dựng và hoàn thiện trong giai đoạn 1950 – 1970. Ngược lại, trong những năm gần đây, lĩnh vực này không xuất hiện những bước cải tiến đáng kể nào. Một số ví dụ về các chế phẩm xử lý chống cháy cho vải cotton đang được thương mại hóa trên thế giới hiện nay bao gồm Flammentin FMB (Thor Specialities), Pyrovatim PBS (Huntsman), Pyrovatex CP (Huntsman), v.v.

Tuy nhiên, cũng cần chú ý rằng trong môi trường hoả hoạn, ngay cả vải chống cháy vẫn có thể bắt cháy, và khi cháy thì chúng có thể sinh ra khí độc gây cản trở quá trình sơ tán và cứu hộ cứu nạn – tương tự như nhiều loại vật liệu gốc polyme khác. Nhiều công bố đã chỉ ra rằng hàm lượng hóa học của khói thải thay đổi rất lớn, phụ thuộc vào nhiều yếu tố như cấu trúc polyme, loại phụ gia, điều kiện quá trình phân hủy, v.v. Đặc biệt, phần lớn các loại phụ gia chống cháy cho vải sợi cotton thông dụng hiện nay như Pyrovatex CP hay Proban CC khi phân huỷ đều sẽ có thể hình thành nên nhiều loại sản phẩm dạng khí độc hại, bao gồm formandehyt, amoniac, v.v. Cho đến nay, vẫn chưa có nhiều nghiên cứu liên quan đến vấn đề phân tích các thành phần dạng khí sinh ra từ quá trình đốt cháy xử lý bằng phụ gia hóa học nói chung và vật liệu vải chống cháy xử lý bằng phụ gia Pyrovatex CP nói riêng. Một số nghiên cứu trước đó chỉ tập trung vào phân tích phát hiện thành phần các nhóm sản phẩm phân hủy nhiệt quan trọng nhằm xác định cơ chế phân hủy nhiệt của vải sợi cotton chống cháy. Vì thế, việc nghiên cứu đánh giá tính nguy hại tiềm ẩn của các loại phụ gia chống cháy cho vải sợi cotton thông qua phân tích thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy sử dụng các phương

pháp phân tích hiện đại là một hướng nghiên cứu mang tính thực tiễn cao, góp phần đáp ứng nhu cầu do xã hội đặt ra.

Xuất phát từ những lý do trên, việc thực hiện đề tài: *“Nghiên cứu phân tích thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy bằng phương pháp sắc ký khối phổ”* là cần thiết và mang tính thực tiễn cao.

2. Mục tiêu nghiên cứu

+ Thu thập trên thị trường, và chế tạo trong phòng thí nghiệm các mẫu vải sợi cotton chống cháy trên cơ sở một số loại phụ gia chống cháy khác nhau (ví dụ: Pyrovatex CP, phụ gia gốc tự nhiên, v.v.).

+ Thành công ứng dụng phương pháp sắc ký khối phổ trong việc phân tích thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy.

3. Phạm vi nghiên cứu

Ứng dụng phương pháp sắc ký khối phổ trong phân tích, nghiên cứu thành phần khí sinh ra khi đốt những mẫu vải sợi cotton chống cháy đang được bán trên thị trường trong nước, hoặc được chế tạo trong phòng thí nghiệm từ một số loại phụ gia chống cháy thông dụng (ví dụ: Pyrovatex CP, phụ gia gốc tự nhiên, v.v.).

4. Nội dung nghiên cứu

+ Thu thập trên thị trường, và chế tạo trong phòng thí nghiệm các mẫu vải sợi cotton chống cháy với thành phần phụ gia khác nhau.

+ Phân tích, đánh giá các tính chất liên quan của vải sợi cotton chống cháy (ví dụ: tính chống cháy, tính bền nhiệt, v.v.).

+ Nghiên cứu xác định phương pháp lấy mẫu thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy, và phương pháp phân tích thông qua sắc ký khối phổ phù hợp.

+ Phân tích thành phần khí độc phát thải khi đốt các mẫu vải sợi cotton chống cháy đã thu thập và chế tạo được.

+ Phân tích, đánh giá nguy cơ tiềm ẩn đối với môi trường và sức khỏe con người của thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy.

5. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của luận văn

+ Đóng góp vào hệ thống nghiên cứu về phương pháp chế tạo vật liệu vải chống cháy và phân tích thành phần khí sinh ra khi cháy của vật liệu tại Việt Nam nói riêng, cũng như trên thế giới nói chung.

+ Đóng góp vào việc xác định nguy cơ của các loại vật liệu vải chống cháy đối với sức khỏe con người trong trường hợp xảy ra hỏa hoạn.

CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN NGHIÊN CỨU

1.1. TỔNG QUAN VỀ VẢI SỢI VÀ SỰ HÌNH THÀNH SẢN PHẨM DẠNG KHÍ ĐỘC HẠI TRONG QUÁ TRÌNH ĐỐT CHÁY VẢI SỢI

1.1.1. Giới thiệu chung về vải sợi

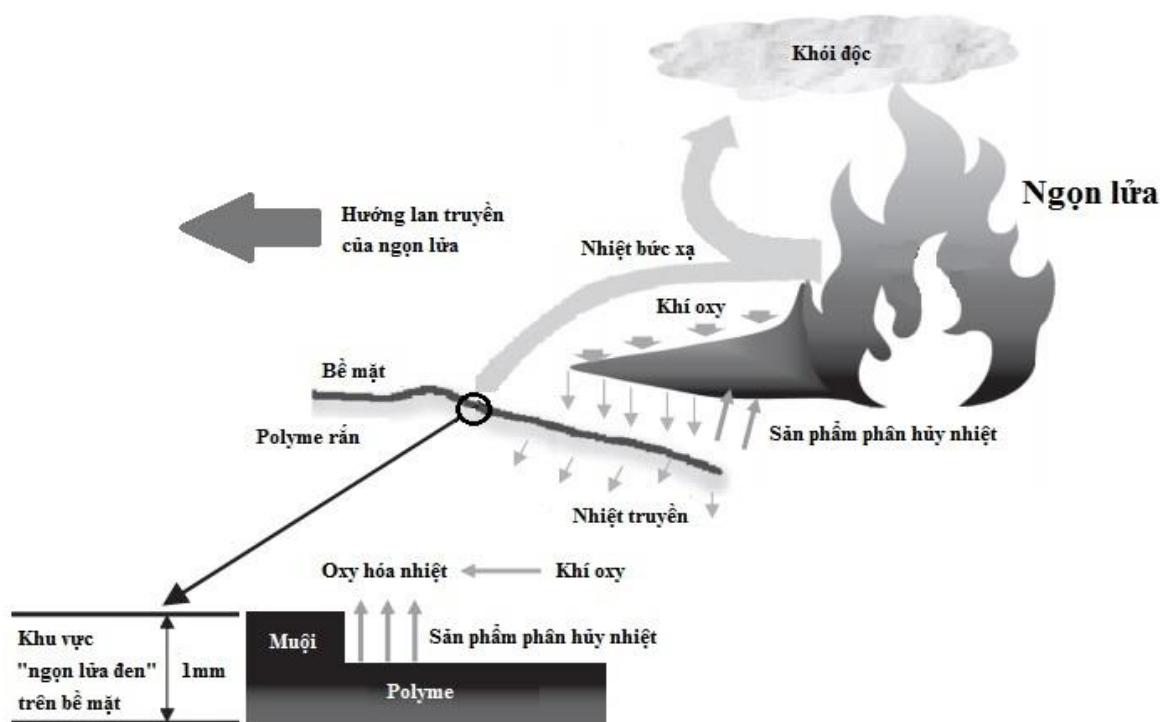
Vải sợi thực tế được định nghĩa là một nhóm vật liệu có tính mềm dẻo cao, được cấu thành từ hệ thống một hay nhiều loại sợi tự nhiên, sợi nhân tạo, hoặc sợi tổng hợp đan vào nhau thông qua các kỹ thuật dệt, đan, thắt, móc, chọc, v.v. Theo các bằng chứng khảo cổ, con người đã bắt đầu biết sử dụng nhiều loại sợi tự nhiên để chế tạo nên vải sợi phục vụ nhu cầu cuộc sống ngay từ thời đại Đồ đá cũ, nghĩa là cách đây ít nhất 35.000 năm [3]. Chính vì sở hữu nhiều đặc tính nổi bật mà không một nhóm vật liệu nào khác có được, vải sợi đã và đang được sử dụng một cách rộng rãi trong nhiều lĩnh vực hết sức đa dạng của đời sống con người, ngay từ các vật dụng đơn giản như quần áo, túi xách, khăn trải bàn, v.v. cho tới những ứng dụng đòi hỏi cao hơn như vải lọc công nghiệp, vải buồm, vải gia cường cho vật liệu composit, vải y tế dùng cho điều trị bệnh nhân bỏng, vải địa kỹ thuật, vải bảo hộ chống cháy, hay vải chống đạn và chống dao đâm, v.v. [4]

Trên cơ sở nguồn nguyên liệu tạo thành sợi cơ bản, vải sợi thường được phân loại thành bốn nhóm chính như sau: vải sợi nguồn gốc động vật (ví dụ: len, lụa), vải sợi nguồn gốc thực vật (ví dụ: vải cotton, vải sợi gai, vải sợi tre), vải sợi nguồn khoáng (ví dụ: vải amiăng, vải thủy tinh), và vải sợi tổng hợp (ví dụ: vải nylon, vải polyeste). Bên cạnh đó, cũng tồn tại các loại vải sợi nhân tạo, với thành phần chủ yếu là sợi vải thu được từ quá trình biến tính vật lý hoặc hóa học các loại sợi có nguồn gốc tự nhiên. Phụ thuộc vào bản chất sợi vải cũng như phương pháp gia công chế tạo, các loại vải sợi có thể sở hữu những tính chất vô cùng đa dạng, nhằm đáp ứng được yêu cầu cụ thể của nhiều lĩnh vực ứng dụng thực tiễn khác nhau.

1.1.2. Giới thiệu chung về sự cháy của vải sợi

Ngoại trừ các loại vải sợi gốc khoáng như vải sợi amiăng hay vải sợi thủy tinh, thì phần lớn các loại vải sợi đang được con người sử dụng hiện nay đều có bản chất hóa học là những hợp chất polyme hữu cơ, trong đó một nhược điểm cố hữu của những hợp chất polyme hữu cơ lại là tính dễ bắt cháy. Vì thế, ngoài một số loại vải sợi kỹ thuật đặc biệt như vải sợi Nomex hay vải sợi Kevlar, thì nhìn chung hầu hết các loại vật liệu vải sợi đều có thể tạo thành nguy cơ cháy nổ trong quá suốt quá trình sử dụng.

Quá trình cháy của vải sợi nói riêng, cũng như quá trình cháy của phần lớn các loại vật liệu có thể cháy khác nói chung, chính là một quá trình oxy hóa trong pha khí, cần thiết phải có sự tham gia của khí oxy và thành phần chiếm khoảng 21% thể tích bầu khí quyển của Trái Đất. Vì thế, vải sợi sẽ không trực tiếp bốc cháy, mà trước tiên cần trải qua quá trình phân hủy nhiệt tạo thành những sản phẩm dạng khí dễ cháy khác. Những sản phẩm dạng khí dễ cháy này sau đó sẽ tiếp tục trộn hợp với khí oxy trong không khí, hình thành nhiên liệu cung cấp cho sự cháy của ngọn lửa như được miêu tả trong **Hình 1.1** dưới đây.



Hình 1.1: Sơ đồ đơn giản về quá trình cháy của vải sợi [5]

Quá trình cháy của ngọn lửa thực tế là một quá trình tỏa nhiệt. Nếu như lượng nhiệt tỏa ra từ ngọn lửa được truyền ngược trở về bề mặt vật liệu đủ để tiếp tục gây ra sự phân hủy nhiệt của vật liệu để tạo thành các sản phẩm dễ cháy, thì một chu kỳ bốc cháy tự duy trì sẽ được hình thành. Không chỉ đặc trưng quá trình phân hủy nhiệt của từng cấu phần polyme cụ thể, quá trình bốc cháy của sợi vải cũng chịu ảnh hưởng đáng kể bởi đặc trưng cấu trúc dệt của vải, bởi vì điều này quyết định khả năng phân tán khí oxy (hay rộng hơn là không khí) qua cấu trúc vải [5]. Đối với một vật liệu polyme bị nung nóng, hàng loạt quá trình biến đổi nhiệt khác nhau có thể xảy ra, và bản chất của mỗi quá trình này đều sở hữu mức độ ảnh hưởng khác nhau đến tính dễ bắt cháy của sợi vải nói riêng và toàn bộ cấu trúc vật liệu vải sợi nói chung.

Bảng 1.1 đã liệt kê ra một số loại sợi vải thông dụng hiện nay, cùng với các tính chất cơ bản của chúng – trong đó bao gồm các thông số đặc trưng cho quá trình biến đổi vật lý như nhiệt độ hóa thủy tinh T_g và nhiệt độ nóng chảy T_m , cùng với các thông số đặc trưng cho quá trình biến đổi hóa học như nhiệt độ phân hủy nhiệt T_d và nhiệt độ bắt cháy T_c . Bên cạnh đó, nhiệt lượng tỏa ra

khi cháy ΔH_c và chỉ số giới hạn oxy LOI của các loại sợi vải cũng đã được liệt kê [6]. Thông thường, các loại sợi vải sở hữu giá trị T_c (và thường là cả T_d) càng thấp thì sẽ càng dễ bắt cháy. Đồng thời, các loại sợi vải sở hữu giá trị LOI thấp hơn 21 (tương ứng với thành phần thể tích của khí O_2 trong không khí) đều rất dễ bắt cháy, còn nếu giá trị LOI của sợi vải vượt qua ngưỡng 25 thì vật liệu vải do chúng tạo thành đã đủ điều kiện để vượt qua nhiều bài kiểm tra khả năng chống cháy theo tiêu chuẩn quốc tế.

Trước khi xảy ra sự bốc cháy, vật liệu polyme cần phải phân hủy nhiệt để tạo thành các sản phẩm dễ cháy và dễ bay hơi. Nhiệt độ phân hủy nhiệt T_d trong **Bảng 1.1** đã chỉ ra điểm nhiệt độ bắt đầu xảy ra quá trình phân hủy nhiệt này. Nhận thấy các vật liệu với cấu trúc polyme thuần túy thường sẽ phân hủy nhiệt thông qua một, hoặc nhiều, với cơ chế đơn giản sau đây:

- **Cắt liên kết từ đầu mạch:** Các đơn vị monome sẽ bị lần lượt cắt ra khỏi mạch polyme từ các phần đầu mạch của phân tử polyme, ví dụ như nhựa polymethylmetacrylat (90 – 100% sản phẩm phân hủy nhiệt là các monome).
- **Cắt liên kết ngẫu nhiên:** Liên kết sẽ bị cắt tại các điểm ngẫu nhiên trên mạch phân tử polyme, ví dụ như nhựa polystyren hay nylon 6 (sản phẩm phân hủy nhiệt là các monome, dime và trime).
- **Tách mạch:** Các nguyên tử, hoặc nhóm nguyên tử không thuộc mạch cacbon của phân tử polyme sẽ bị cắt ra và lưu lại cấu trúc đa nhân thơm và muội than, ví dụ như cellulose (tách nước) hay nhựa PVC (tách HCl).
- **Ghép mạch:** Liên kết sẽ được hình thành giữa các phân tử polyme, ví dụ như polyacrylonitril (sản phẩm phân hủy nhiệt là muội than và HCN).

Căn cứ vào những ước tính cơ bản nhất, hoàn toàn có thể giả định quá trình phân hủy nhiệt của các vật liệu dạng polyme thuần túy sẽ tuân theo nguyên lý động học phản ứng bậc một. Trong đó, Madorsky đã tiến hành so sánh tính ổn định nhiệt tương đối của một số vật liệu polyme dựa trên điểm nhiệt độ T_h mà tại đó ngưỡng thời gian vật liệu bị phân hủy mất 50% khối

lượng ban đầu là 30 phút [7]. Cách tiếp cận này của Madorsky nhận thấy sở hữu ưu điểm là cung cấp một phương pháp vô cùng đơn giản để so sánh tính ổn định nhiệt áp dụng được cho nhiều loại vật liệu polyme khác nhau. Mặc dù vậy, cũng cần chú ý rằng giả định về việc quá trình phân hủy nhiệt tuân theo nguyên lý động học phản ứng bậc một không phải luôn chính xác. Chính vì thế, những thông tin quan trọng nhất liên quan tới đặc tính phân hủy nhiệt của vật liệu polyme không nên được suy đoán dựa trên cơ sở giá trị T_h của chúng.

Ví dụ về giá trị T_h của một số loại hợp chất polyme thông dụng, cũng như cơ chế phân hủy nhiệt chủ yếu của chúng đã được liệt kê trong **Bảng 1.2**. Khi phân tích một cách chọn lọc những thông tin được nêu trong **Bảng 1.2**, có thể đưa ra nhận xét về ảnh hưởng của cấu trúc mạch polyme và/hoặc cơ chế phân hủy nhiệt của polyme lên tính ổn định nhiệt của loại vật liệu này. Điển hình các yếu tố như sự phân nhánh trên mạch polyme, hay sự tồn tại của liên kết đôi C=C hoặc nguyên tử oxy trên mạch cacbon chính. Tất cả sẽ gây ảnh hưởng tiêu cực lên tính ổn định nhiệt của polyme tương ứng. Trái lại, các yếu tố như sự tồn tại của các nhân thơm trên mạch polyme và khối lượng phân tử lớn hay mật độ liên kết mạng không gian dày đặc đều sẽ giúp cho tính ổn định nhiệt của polyme nhận được tăng lên.

Bảng 1.1: *Tính chất cơ bản của một số loại sợi vải thông dụng [6]*

Sợi vải	T_g (°C)	T_m (°C)	T_d (°C)	T_c (°C)	LOI (% thể tích)	ΔH_c (kJ/g)
Len	-	-	245	600	25,0	27
Cotton	-	-	350	350	18,4	19
Viscose	-	-	350	420	18,9	19
Nylon 6	50	215	431	450	20,0 – 21,5	39
Nylon 66	50	265	403	530	20,0 – 21,5	32

Polyeste	80 – 90	255	420 – 447	480	20,0 – 21,0	24
Acrylic	100	> 220	290	> 250	18,2	32
Polypropylen	– 90	165	470	550	18,6	44
Modacrylic	< 80	> 240	273	690	29,0 – 30,0	-
PVC	< 80	> 180	> 180	450	37,0 – 39,0	21
Acrylic oxy hóa	-	-	> 640	-	-	45
Meta-aramid (Nomex)	275	375	410	> 500	29,0 – 30,0	30
Para-aramid (Kevlar)	340	560	> 590	> 550	29	-

Bảng 1.2: Cơ chế phân hủy nhiệt và giá trị T_h của một số loại polyme [7]

Vật liệu polyme	Cơ chế phân hủy nhiệt	T_h (°C)
Polymethylmetacrylat A ($M_w = 0,15 \times 10^6$)	Cắt liên kết từ đầu mạch	283
Polymethylmetacrylat B ($M_w = 1,5 \times 10^6$)	Cắt liên kết từ đầu mạch	327
Poly α -styren	Cắt liên kết ngẫu nhiên	287
Polyisopren	-	323
Polymethylacrylat	Cắt liên kết từ đầu mạch	328

Polyetylen oxit	-	345
Polyisobutylen	Phân nhánh	348
Polystyren	Cắt liên kết ngẫu nhiên	364
Polypropylen	Cắt liên kết ngẫu nhiên	387
Polydivinyl benzen	Khâu mạch	399
Polyetylen	Cắt liên kết ngẫu nhiên	406
Polymetylen	-	415
Polytetrafloroetylen	-	509

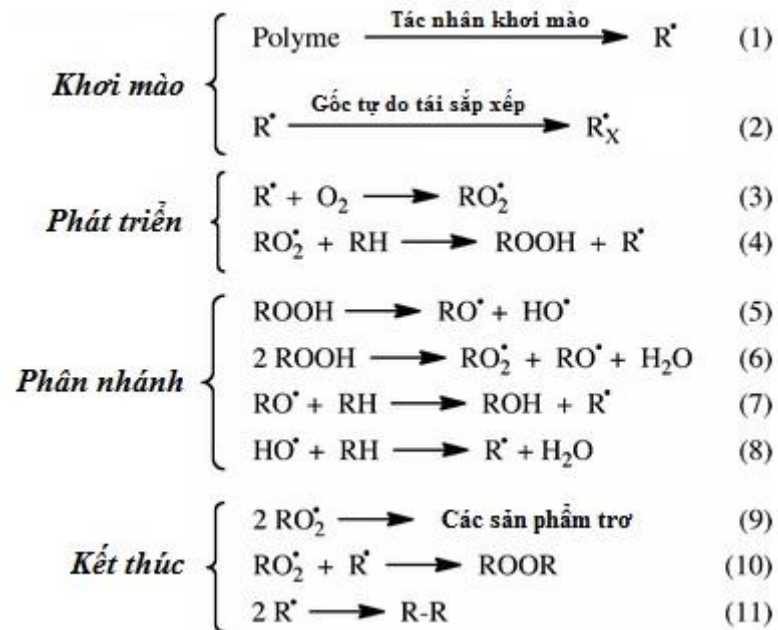
Nhưng, nếu thực sự xét trên phương diện bản chất hóa học thì không tồn tại một loại vật liệu polyme nào là hoàn toàn tinh khiết. Vì thế, đặc tính phân hủy nhiệt của bất kỳ sản phẩm polyme hay vải thương phẩm nào lưu hành trên thị trường đều có thể bị ảnh hưởng bởi các loại tạp chất có trong thành phần của chúng. Hơn nữa, nguồn gốc của những tạp chất tồn tại trong polyme và vải tương đối đa dạng. Tuy nhiên hoàn toàn có thể chia làm một số nhóm chính như sau:

- Những tạp chất vốn có sẵn trong nguồn monome nhằm cung cấp cho quá trình tổng hợp polyme thương phẩm.
- Dư lượng của các loại chất khơi mào hay chất xúc tác được sử dụng trong quá trình tổng hợp polyme thương phẩm.
- Các sản phẩm phụ được sinh ra bởi sự phân hủy của polyme thương phẩm trong quá trình tổng hợp cũng như gia công, trong đó thường gặp nhất là các sản phẩm của quá trình phân hủy nhiệt.
- Ngoài ra còn có các loại tạp chất bị lẫn vào polyme thương phẩm trong quá trình gia công, cụ thể như oxy không khí, hoặc ion kim loại phát sinh từ vật liệu chế tạo trang thiết bị phục vụ quá trình gia công.

Nhận thấy, quá trình phân hủy của polyme nói chung thường luôn diễn ra nhanh hơn khi có mặt khí oxy, dạng nguyên chất hoặc dạng hỗn hợp tự nhiên trong không khí, bởi vì các gốc tự do với trung tâm nằm trên nguyên tử oxy sinh ra bởi phản ứng giữa các gốc tự do alkyl và phân tử oxy sở hữu tốc độ tham gia phản ứng cao hơn. Điều này đã dẫn tới sự tăng mạnh hàm lượng gốc tự do có trong cấu trúc vật liệu, đồng thời cũng sinh ra nhiều loại gốc tự do mới không tồn tại khi quá trình phân hủy xảy ra trong môi trường khí tro.

Hơn nữa, những phản ứng phân hủy như vậy có thể gây ảnh hưởng mạnh tới tính chất sử dụng của vật liệu polyme, nhất là đối với những loại vật liệu polyme yêu cầu phải gia công tại điều kiện nhiệt độ cao. Điển hình như quá trình oxy hóa quang của nhựa LDPE có thể khiến cho các tính chất vật lý và cơ lý của loại vật liệu này chịu sự suy giảm đáng kể ngay tại khoảng thời gian ban đầu tiếp xúc trực tiếp với ánh sáng Mặt Trời.

Vì thế, người ta thường phải bổ sung thêm các thành phần phụ gia chống oxy hóa vào đơn phối liệu trong quá trình sản xuất và gia công nhựa thương phẩm nhằm hạn chế tối đa ảnh hưởng của hiện tượng phân hủy oxy hóa. Khi đó, cơ chế hoạt động cơ bản của các loại phụ gia chống oxy hóa là can thiệp vào các phản ứng của gốc tự do. Qua đó, giúp hạn chế được sự oxy hóa cũng như phân hủy của vật liệu nhựa. Đối với nhiều loại polyme với bản chất mạch thẳng như polypropylen, poly (vinyl clorit), hay các polyamit và polyeste mạch thẳng thì cơ chế phân hủy oxy hóa nhiệt cũng như phân hủy oxy hóa quang của chúng có thể được khái quát hóa một cách tương đối chính xác thông qua cơ chế phản ứng Bolland–Gee như miêu tả trong **Hình 1.2**.



Hình 1.2: Cơ chế phản ứng Bolland–Gee cho quá trình phân hủy oxy hóa quang và phân hủy oxy hóa nhiệt của polyme mạch thẳng [8,9]

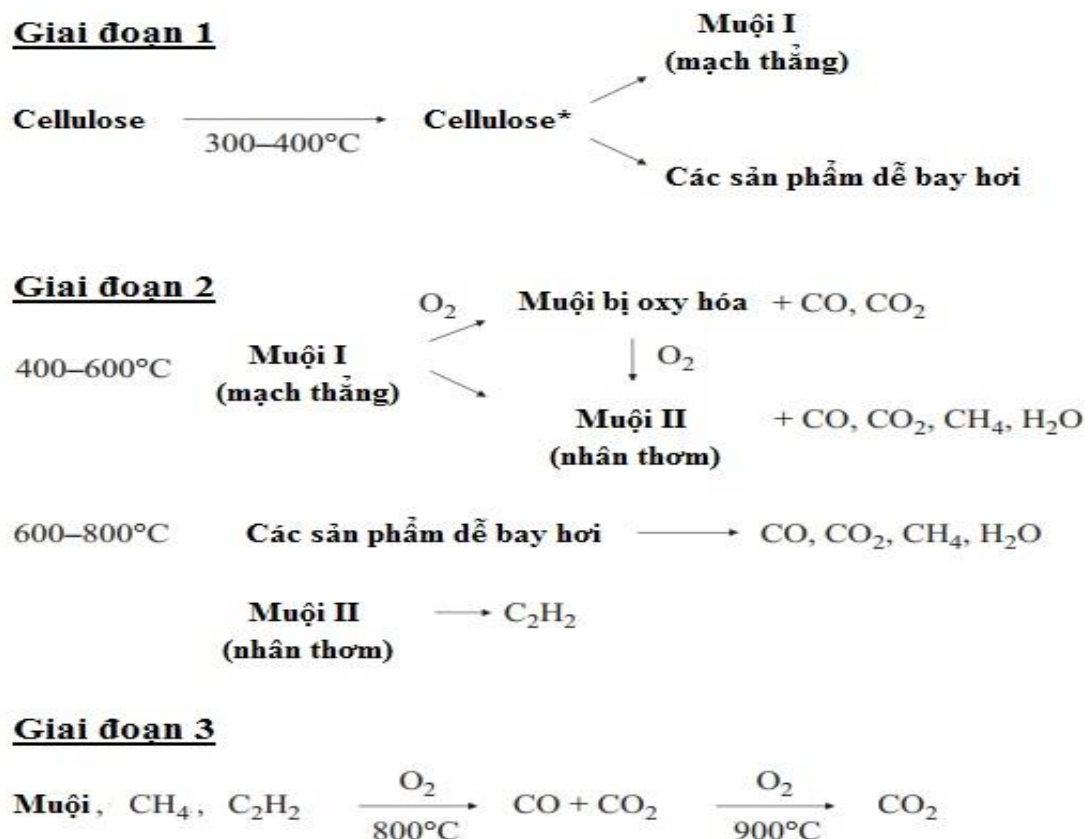
Bởi tính dễ cháy của một vật liệu polyme tồn tại mối quan hệ mật thiết với nồng độ cũng như khả năng dễ dàng bị oxy hóa của các sản phẩm phân hủy nhiệt dễ bay hơi mà chúng tạo thành, nên những cơ chế phân hủy nhiệt liên quan tới sự hình thành các sản phẩm dễ bay hơi này là vô cùng đáng quan tâm. Trái lại, các phản ứng khâu mạch xảy ra trong quá trình phân hủy sẽ kích thích sự hình thành muội cháy, bởi vậy cũng phần nào hạn chế sự tạo thành của các sản phẩm phân hủy dễ bay hơi. Tương tự, các phụ gia chống cháy trong pha ngưng tụ cũng hoạt động dựa trên cơ chế kích thích sự hình thành muội cháy, đồng thời hạn chế sự tạo thành các sản phẩm phân hủy dễ bay hơi và dễ cháy.

1.1.3. Sự biến đổi của sợi vải thông dụng trong quá trình cháy

1.1.3.1. Cellulose

Sợi cotton có tới 90% thành phần là cellulose hình thành một cách tự nhiên đang chiếm khoảng 50% toàn bộ thị phần vải sợi trên toàn thế giới. Vì thế, quá trình phân hủy của cellulose đã nhận được sự quan tâm nghiên cứu rất kỹ lưỡng của các nhà khoa học [10,11,12]. Dù cho tới ngày nay, nhiều chi

tiết bổ sung liên quan tới quá trình phân hủy của cellulose vẫn tiếp tục được công bố trên các tạp chí khoa học. Mặc dù vậy, nếu xét trên những yếu tố cơ bản nhất thì cơ chế phân hủy của cellulose mà những nghiên cứu này đề cập cũng không tồn tại quá nhiều khác biệt so với cơ chế được đề xuất đầu tiên bởi Bradbury cùng đồng sự như miêu tả trong **Hình 1.3**.



Hình 1.3: Cơ chế phân hủy nhiệt đơn giản của cellulose được đề xuất bởi Bradbury cùng đồng sự [13]

Theo Bradbury cùng đồng sự thì khi chịu tác động của yếu tố nhiệt độ bên ngoài, phân tử cellulose sẽ được trải qua một bước biến đổi hóa học ban đầu để hình thành dạng cellulose hoạt hóa được đặt tên là “cellulose*”. Hợp chất mới này tiếp theo sẽ tham gia vào các phản ứng phân hủy khác nhau tùy thuộc vào điều kiện nhiệt độ tác động lên nó. Cho dù vẫn tồn tại những tranh cãi nhất định liên quan tới việc liệu “cellulose*” có thực sự hình thành như

một sản phẩm trung gian trong quá trình phân hủy nhiệt của cellulose. Theo Price cùng đồng sự [13] đã đưa ra một số bằng chứng thực nghiệm chứng minh sự tồn tại của “cellulose*” và cho rằng nó mang bản chất gốc tự do.

Bradbury cùng đồng sự cho rằng, tại những khoảng nhiệt độ thấp thì oxy đóng vai trò vô cùng quan trọng trong quá trình phân hủy nhiệt của cellulose, và quá trình phân hủy nhiệt của cellulose diễn ra nhanh hơn trong môi trường khí mang tính oxy hóa so với trong môi trường khí trơ [12]. Bên cạnh đó, Oxy đóng vai trò chất xúc tác trong sự tạo thành các sản phẩm dễ bay hơi, cũng như sự hình thành muội [15]. Đối với ngưỡng nhiệt độ cao hơn, quá trình phân hủy nhiệt ít chịu ảnh hưởng của các yếu tố môi trường [14].

1.1.3.2. Các polyme protein

Các protein hay các poly (α -amino axit) chính là các hợp chất polyme ngưng tụ với liên kết chính trên mạch phân tử bao gồm các liên kết amit tương tự như các polyamit. Vì thế, có thể coi các protein là những dạng biến tính thể α -cacbon của nylon 2 và tính chất phân hủy nhiệt của chúng cũng phần nào tương tự so với những hợp chất nhóm polyamit mạch thẳng. Nhưng khác với những polyamit mạch thẳng thông thường nói chung cũng như bản thân nylon 2 nói riêng, các nhóm thế trên α -cacbon của protein thường sẽ mang theo nhiều nhóm chức tự do khác nhau. Vì thế, chúng tương đối hoạt động về mặt hóa học. Chính điều này gây nên ảnh hưởng đáng kể tới đặc tính phân hủy nhiệt, cũng như tính dễ bắt cháy của protein.

Ngoài ra, các loại polyme protein quan trọng cần được xử lý tăng khả năng chống cháy là những loại polyme thường được sử dụng trong ngành công nghiệp vải sợi, trong đó điển hình nhất chính là lụa và len. Cụ thể, thành phần chính của lụa là các poly(α -amino axit) của 16 loại α -amino axit, với các comonome chủ yếu bao gồm glycin ($R = H$), alanin ($R = CH_3$), và serin ($R = CH_2OH$). Trường hợp chịu tác động của nhiệt, lụa bắt đầu phân hủy tại khoảng trên $250^\circ C$ và hình thành một lớp muội. Tính chất dễ hình thành lớp muội này của lụa chính là do ảnh hưởng bởi đặc tính dễ tham gia phản ứng

tách nước, cũng như phản ứng khâu mạch của gốc hydroxyl trên nhóm thế α -cacbon của α -amino axit serin.

Nhờ sự hình thành của lớp muối đã giúp cho loại sợi thiên nhiên này sở hữu chỉ số LOI lên đến 22 – 23% thể tích, chỉ số này cao hơn cả nhiều loại sợi tổng hợp như sợi nylon mạch thẳng đơn giản với chỉ số LOI khoảng 21% thể tích. Bên cạnh đó, sự hình thành lớp muối của lụa cũng có thể được tăng cường bằng cách bổ sung các loại phụ gia chống cháy chứa photpho [16]. Tuy nhiên, một vấn đề đặt ra là phần lớn giá trị thương mại của lụa nằm ở tính chất thẩm mỹ của nó. Chính việc sử dụng các loại phụ gia chống cháy thường đều sẽ gây ảnh hưởng một cách tiêu cực tới tính chất này của lụa. Vì thế, những khó khăn trong việc phát triển các loại phụ gia chống cháy thích hợp cho lụa đã được khái quát hóa trong nghiên cứu của Kandola và đồng sự [17]. Chính điều này đã tạo thành nguyên nhân khiến cho lụa chưa được sử dụng rộng rãi trong một số lĩnh vực yêu cầu tiêu chuẩn chống cháy khắt khe, chẳng hạn như trang trí nội thất cho máy bay dân dụng.

Ngược lại với lụa, sợi và vải len được ứng dụng tương đối rộng rãi trong các sản phẩm trang phục bảo hộ và lớp bọc cho đồ nội thất, có những yêu cầu rất cao về khả năng chống cháy. Điều làm nên sự khác biệt này là bởi cho dù cũng được tạo thành quá trình đa ngưng tụ của 18 loại loại α -amino axit, trong đó có nhiều loại α -amino axit tương tự như trong thành phần của lụa, nhưng len lại chứa khoảng 10% α -amino axit cystin (một hợp chất dạng dime với $R = -CH_2-S-S-CH_2-$). Thứ nhất là do cấu trúc hóa học của mình nên α -amino axit cystin đã góp phần tạo thành các liên kết mạng không gian giữa các phân tử polypeptit, qua đó giúp tăng tính ổn định nhiệt của toàn bộ cấu trúc sợi len. Thứ hai, hàm lượng lưu huỳnh tương đối lớn (khoảng 3 – 4% khối lượng) đến từ α -amino axit cystin kết hợp với hàm lượng nitơ vốn khá cao (khoảng 15 – 16% khối lượng) do bản chất hóa học của poly(α -amino axit) tại cả cấu trúc mạch cacbon chính lẫn cấu trúc mạch nhánh đã giúp cho sợi len có khả năng bắt cháy rất thấp.

Đặc biệt, khi được bảo quản lâu dài trong môi trường khí quyển thông thường, sợi len cũng chứa thành phần hơi ẩm hấp thụ lên tới khoảng 15%

khối lượng, từ đó khiến cho chỉ số LOI của nó rơi vào khoảng 25 – 26% thể tích. Trường hợp chịu tác động của nhiệt độ, đầu tiên lượng hơi ẩm này sẽ tách khỏi len tại khoảng trên 100°C. Sau đó, đến khoảng trên 200°C, len sẽ bắt đầu bị phân hủy với tốc độ tương đối nhanh. Khi đó, các sản phẩm phân hủy nhiệt dễ bay hơi bao gồm cả khí H₂S sinh ra do sự cắt đứt liên kết disunfit tại khoảng 230°C, cùng với sự hình thành lớp muối [18,19]. Chính xu hướng dễ tham gia phản ứng tách nước và phản ứng khâu mạch của các nhóm thế α -cacbon thúc đẩy sự hình thành của lớp muối, cũng như sự tạo thành của các sản phẩm phân hủy nhiệt dễ bay hơi khó cháy. Những yếu tố trên khi kết hợp lại đã khiến cho len sợi hữu nhiệt độ bắt cháy tương đối cao, rơi vào khoảng 570 – 600°C, với nhiệt độ ngọn lửa hình thành khi cháy chỉ khoảng 680°C.

Đáng chú ý hơn, liên kết disunfit của α -amino axit cystin sợi hữu tính khử khá cao, nên tương đối dễ bị oxy hóa trong quá trình phân hủy nhiệt/quá trình bốc cháy để tạo thành axit cysteic (R = CH₂.SO₃H). Đây là một sản phẩm phân hủy nhiệt có khả năng nâng cao tính chống cháy tự nhiên của len.

1.1.3.3. Các loại polyolefin

Đối với polyetylen và các dạng đồng trùng hợp khác của nó, cũng giống như đối với polypropylen, thì quá trình phân hủy nhiệt của chúng chủ yếu tuân theo cơ chế cắt liên kết ngẫu nhiên. Bên cạnh đó, những phản ứng xảy ra trong cơ chế này không chịu ảnh hưởng quá nhiều bởi sự khác biệt về mặt cấu trúc vật lý giữa các loại polyolefin, ví dụ như tính chất kết tinh, nhưng lại bị ảnh hưởng đáng kể bởi sự tồn tại của các tạp chất có trong nhựa. Vì thế, có thể khẳng định những tác động không thể bỏ qua đến từ sự tồn tại của các tạp chất này tới khả năng gia công cũng như tính ổn định lâu dài của các polyolefin. Mặc dù vậy, nếu xét đến khía cạnh tính dễ bắt cháy thì chúng lại gần như không gây ra ảnh hưởng đáng kể nào đối với sợi polyme nhiệt dẻo.

Ví dụ, trong trường hợp polypropylen, quá trình phân hủy nhiệt chủ yếu xảy ra theo cơ chế cắt liên kết cacbon-cacbon ngẫu nhiên trên mạch polyme, nhất là các liên kết cacbon-cacbon nằm gần nguyên tử hydro bậc ba của mắt

xích cơ bản $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-$. Sản phẩm phân hủy nhiệt của loại polyme này, bao gồm cả sản polypropylen phế liệu. Đây chính là hỗn hợp nhiên liệu hydrocacbon tương đối sạch, cùng một số sản phẩm mang giá trị sử dụng cao khác như các chất bôi trơn [20,21]. Chính đặc tính dễ sinh ra nhiên liệu trên đã giải thích cho tính rất dễ bắt cháy của polypropylen, cùng với những khó khăn trong vấn đề nâng cao khả năng chống cháy của loại vật liệu polyme này mà vẫn duy trì được các tính chất sử dụng tối ưu.

Ngoài ra, tính dễ cháy của các sản phẩm phân hủy nhiệt dễ bay hơi cũng được tăng cường bởi sự hiện diện dồi dào của các thành phần nhiên liệu chưa no khó bay hơi khác được sinh ra từ quá trình phân hủy nhiệt, đóng vai trò nguồn nhiên liệu thứ cấp và tiếp tục bị phân hủy nhiệt trong quá trình cháy của polypropylene [22, 23]. Chính việc gần như không hề xảy ra các phản ứng khâu mạch đảm bảo rằng phản ứng hình thành muối cacbon không được ưu tiên, ngay cả khi thành phần phối liệu của nhựa có tồn tại những loại phụ gia chống cháy trong pha ngưng tụ thông dụng. Vì thế, phụ gia chống cháy hiệu quả nhất dùng cho các loại polyolefin thường là phụ gia chống cháy dựa trên cơ sở hợp chất của brom, với hướng hoạt động chủ yếu là hạn chế sự cháy trong pha khí, hoặc tự hình thành lớp muối khó cháy một cách độc lập mà không phụ thuộc vào quá trình phân hủy của polyme.

1.1.3.4. Các loại polyamit mạch thẳng (nylon)

Thực tế, các nghiên cứu liên quan tới quá trình phân hủy nhiệt của polyamit mạch thẳng đã được tiến hành một cách tương đối chi tiết trong thời kỳ 1950 – 1970, với những công trình được công bố tiêu biểu của Kohan [24], hay của Peters và Still [25]. Xét về cơ bản, quá trình phân hủy nhiệt của tất cả các loại polyamit mạch thẳng không phân nhánh, mà điển hình là nylon 6 và nylon 66, đều chịu ảnh hưởng chủ yếu bởi hai yếu tố bao gồm: độ mạnh của các liên kết yếu nhất nằm xung quanh nhóm amit và xu hướng hình thành các cấu trúc mạng không gian ba chiều.

Thường thì sự phân cắt liên kết trên phân tử polyamit sẽ xảy ra trên bản thân nhóm amit, cũng như các liên kết khác xung quanh nó, mà nhất là

liên kết $\text{-NH-CH}_2\text{-}$. Quá trình phân cắt liên kết này sẽ diễn ra một cách ngẫu nhiên, tạo thành các sản phẩm dạng khí như NH_3 , CO và CO_2 , các phân tử sở hữu khối lượng thấp khó bay hơi hơn cùng những sản phẩm phân hủy tiếp theo của chúng.

Nếu chịu tác động của nhiệt độ, nylon 6 sẽ trải qua quá trình phản polyme hóa để tạo thành hợp chất monome ban đầu là caprolactam, với tốc độ của phản ứng này tăng dần theo sự tăng của nhiệt độ. Điều này kết hợp với việc caprolactam là một hợp chất tương đối dễ bay hơi (nhiệt độ bay hơi 140°C tại áp suất 10mmHg), đã mở ra khả năng tái chế cho các sản phẩm được chế tạo từ loại polyme này. Hơn nữa, tính bền nhiệt của các loại nylon mạch thẳng cũng chịu ảnh hưởng nhất định bởi khả năng hình thành mạch vòng trong quá trình phân hủy nhiệt. Đối với nylon 66, các mắt xích cơ bản adipat còn cung cấp khả năng hình thành các thành phần trung gian vòng sáu cạnh dọc theo mạch phân tử polyme, mà cuối cùng sẽ sinh ra sản phẩm phân hủy cyclopentanone cùng các hợp chất với cấu trúc tương tự [26]. Đây được coi là các loại tiền chất cho hiện tượng gel hóa. Ngoài ra, một số hợp chất polyamit có xu hướng hình thành các cấu trúc mạng không gian ba chiều, dẫn tới hiện tượng gel hóa. Xu hướng này thấy rõ ràng đối với nylon 66, và nó cũng giúp giải thích nguyên nhân vì sao mà quá trình gia công theo phương pháp đùn nóng chảy lại thường xuyên xảy ra gián đoạn khi áp dụng cho các loại polyamit mạch thẳng – chính sự hình thành các khu vực gel hóa cục bộ dẫn tới việc tắc nghẽn bên trong đường dẫn nhựa của thiết bị gia công.

Thông thường, đối với nylon 66 sẽ bị gel hóa hoàn toàn sau 6 tiếng tại điều kiện nhiệt độ 305°C , còn nylon 6 có thể duy trì trạng thái nóng chảy lên tới 10 ngày tại điều kiện nhiệt độ 281°C trước khi bị gel hóa [26]. Cho đến nay vẫn có rất ít loại phụ gia chống cháy được áp dụng hiệu quả cho nylon 6 và nylon 66. Trong đó, nguyên nhân chủ yếu là do những tương tác hóa học tiêu cực xảy ra giữa nylon nóng chảy trong quá trình gia công với các loại phụ gia chống cháy trên cơ sở hợp chất của brom cũng như các loại phụ gia chống cháy trên cơ sở hợp chất của photpho. Cụ thể, Weil và Levchik đã tiến hành

nghiên cứu vấn đề này, và chỉ ra tiềm năng đáng nhận được sự quan tâm của các loại muối melamin [27].

1.1.4. Tổng quan về các thành phần khí độc hại sinh ra trong quá trình cháy của vật liệu vải sợi

1.1.4.1. Đặc trưng của các thành phần khí độc hại sinh ra trong quá trình cháy của vật liệu vải sợi

Trong thời gian gần đây, bên cạnh nghiên cứu tính chất chống cháy của các loại vật liệu, thì khói và khí độc sinh ra từ các đám cháy cũng là một đối tượng nghiên cứu dành được nhiều sự quan tâm, do chúng có ảnh hưởng quan trọng đến sức khỏe của con người, hiệu quả của công tác cứu hộ - cứu nạn, cũng như hiệu quả của công tác xử lý môi trường sau hỏa hoạn. Cụ thể, hơn 70% trường hợp tử vong do hỏa hoạn là do hít phải khí độc có trong khói lửa [28,29]. Khói không chỉ làm giảm tầm nhìn của những người trong đám cháy mà còn là chất kích ứng gây ra các vấn đề về hô hấp. Theo Purser [28] cho thấy rằng trong hầu hết các đám cháy, các sản phẩm cháy dạng khí độc hại chính bao gồm CO, HCN và các khí gây kích ứng hoặc có tính axit. Bản chất và hàm lượng của mỗi loại sản phẩm cháy sẽ phụ thuộc vào sự phân hủy nhiệt của nhiên liệu cháy, nhiệt độ ngọn lửa và nguồn cung cấp oxy. Nhìn chung, Acrolein và formaldehyde là những nhóm sản phẩm có đặc tính gây kích thích đường hô hấp trong các đám cháy. Ngược lại, HCN (và HCl, HBr) thường chỉ xuất hiện với hàm lượng thấp, trừ khi nhiên liệu cháy có chứa nhiều hợp chất hữu cơ chứa các nguyên tố tương ứng như N, Cl hoặc Br [28,30]. Nhiều tác giả [30] đã chỉ ra rằng đối với các đám cháy có nhiên liệu cháy chủ yếu là sợi dệt acrylic thì HCN là khí độc chiếm ưu thế, còn đối với đám cháy dây cáp điện sử dụng sử dụng vật liệu PVC làm vật liệu bọc ngoài thì HCl là loại khí độc hình thành nhiều nhất. Bên cạnh đó, cacbon monoxide là một loại khí không màu, không mùi và không gây ra các triệu chứng gây kích ứng đường hô hấp hay có tính axit, nhưng cũng tạo thành ảnh hưởng lớn đến khả năng thoát hiểm và sống sót của những người gặp nạn trong các đám cháy [28].

Một cách chung nhất, khói sinh ra từ hỏa hoạn được định nghĩa là toàn bộ các thành phần khí hoặc sol khí, bao gồm cả các hạt lơ lửng, được hình thành bởi quá trình đốt cháy hoặc nhiệt phân của nhiên liệu cháy [31]. Nhiều nghiên cứu đã chỉ ra rằng, thành phần của một hỗn hợp các sản phẩm đốt cháy cụ thể phụ thuộc vào nhiều yếu tố khác nhau, trong đó quan trọng nhất bao gồm bản chất của nhiên liệu cháy, các ngưỡng nhiệt độ duy trì, và điều kiện thông khí – nhất là khả năng cung cấp khí oxy đến vị trí đám cháy. Ngoài ra, hàng loạt các quá trình vật lý và hóa học khác nhau cũng có thể diễn ra ở quy mô cực nhỏ trong quá trình hình thành khói, gây ảnh hưởng đến các tính chất nhất định của khói sinh ra từ hỏa hoạn. Vì thế, quá trình hình thành khói trong mỗi đám cháy là một hiện tượng riêng lẻ không thể mô phỏng lại, và rất khó có thể được định lượng một cách chính xác và toàn diện bởi ngay cả những kỹ thuật phân tích tiên tiến nhất hiện nay [31].

Các nhà khoa học đã thực hiện nhiều nghiên cứu mang tính toàn diện nhằm định tính hoặc phân loại được một số lượng hạn chế các điều kiện xảy ra trong hỏa hoạn trên cơ sở các đặc tính của môi trường khí sinh ra khi cháy, bao gồm hàm lượng khí cacbon monoxit (CO), khí cacbon dioxit (CO₂), khí oxy (O₂), cũng như nhiệt độ ngọn lửa khi cháy. Ảnh hưởng của điều kiện thông khí của môi trường xung quanh đến các sản phẩm sinh ra từ quá trình đốt cháy được thể hiện dưới dạng mối quan hệ giữa nồng độ của sản phẩm cháy tạo thành và tỷ lệ đương lượng của chúng. Tỷ lệ đương lượng của các sản phẩm cháy tạo thành được định nghĩa là tỷ lệ giữa lượng vật liệu (nhiên liệu) khí hóa với thể tích không khí của môi trường, đã chuẩn hóa theo tỷ lệ cân bằng hóa học giữa nhiên liệu cháy và thể tích không khí của môi trường. Trong một số nghiên cứu gần đây, thông số này đã được vận dụng thành công trong việc thiết lập mối tương quan giữa nhiệt lượng sinh ra từ ngọn lửa với thành phần các sản phẩm cháy hoàn toàn và không hoàn toàn, đồng thời dự đoán nồng độ của các sản phẩm sinh ra từ đám cháy [31].

Đối với các đám cháy được thông khí tốt ($\phi < 1,0$) thì sản phẩm chủ yếu của quá trình đốt cháy là nhiệt lượng và các sản phẩm cháy hoàn toàn như CO₂ và nước. Ngược lại, đối với các đám cháy trong điều kiện thông khí hạn

ché ($\phi > 1,0$) thì sản phẩm chủ yếu được sinh ra là các sản phẩm cháy không hoàn toàn mang tính độc hại và ăn mòn cao. Vì thế, tạo thành môi nguy hại đến tính mạng và tài sản con người. Những vấn đề này đã được đề cập đến trong hệ thống tiêu chuẩn quốc tế tương ứng do Tổ chức Tiêu chuẩn hóa Quốc tế (International Organization for Standardization – ISO) ban hành.

Jumaiah cùng cộng sự [32] đã nghiên cứu về các khí độc từ quá trình đốt cháy âm ỉ ở nhiệt độ thấp bằng cách sử dụng khăn bông gấp lại. Một buồng thử lửa $1,6\text{m}^3$ khép kín đã được sử dụng với đầu vào luồng không khí có thể kiểm soát được ở mức sàn và xả khí chữa cháy ở mức trần. Sau đó, 2kg khăn tắm bông gấp lại được đốt trong ngăn có tốc độ thông gió là 11 và 21 lần thay đổi không khí mỗi giờ tạo ra sự cháy âm ỉ. Tình huống này mô phỏng các điều kiện trong một vụ cháy tủ kín. Trong đó, tốc độ giải phóng nhiệt của quá trình đốt cháy âm ỉ đạt cực đại ở mức 5kW và 2 kW ở các giai đoạn sau. Kết quả chỉ ra rằng, CO, formaldehyde và acrolein là những khí độc chính sinh ra trong đám cháy. Mức độ độc tính tăng gấp đôi tại tốc độ thông gió thấp hơn [32].

Tương tự, nhiều tác giả cũng đã chỉ ra rằng đối với các đám cháy rừng, thì khí độc acrolein và formaldehyde có tầm quan trọng hơn CO về độc tính tổng thể [33]. Nhìn chung, các loại vật liệu vải sợi như khăn bông sở hữu thành phần COH tương tự như gỗ, và do đó thành phần khí độc sinh ra từ quá trình đốt cháy của chúng có thể giống nhau, cho dù tốc độ cháy của chúng là khác nhau.

1.1.4.2. Phương pháp phân tích các thành phần khí độc hại sinh ra trong quá trình cháy của vật liệu vải sợi

Hiện nay có rất ít công trình nghiên cứu liên quan đến vấn đề phân tích những sản phẩm dạng khí độc hại sinh ra từ các đám cháy. Phần lớn các công trình nghiên cứu hiện nay đều chỉ mới tập trung vào phân tích theo từng nhóm chất dựa trên gốc hóa học đặc trưng. Có 2 phương pháp phân tích chủ yếu thường sử dụng là quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR) và phân tích sắc ký khối phổ GC/MS.

Năm 1990, Faroq cùng cộng sự [10] đã sử dụng hệ thiết bị GC/MS Finnigan 1020 để tách và xác định hỗn hợp phức tạp của các sản phẩm đốt cháy/nhiệt phân dễ bay hơi. Hơn 40 hợp chất như vậy đã được xác định, nhiều trong số đó đã được quan sát thấy trong các nghiên cứu tương tự trước đó. Bởi vì lý do sẵn có của thiết bị, các phân tích tiếp theo, đối với các thí nghiệm nhiệt phân được thực hiện một cách có hệ thống trong khoảng nhiệt độ 300 - 1000⁰C bằng máy sắc ký khí Pye 104 chuyên dụng. Các phân tích các sản phẩm này được giới hạn ở 30 hợp chất điển hình được chọn làm chất chỉ thị đại diện cho quá trình nhiệt phân. Bao gồm các nhóm chất như furfural, aromatics, aldehydes, hợp chất chứa N, ketone, v.v.

Vào năm 1997, Price cùng cộng sự [12] đã thực hiện các nghiên cứu chuyên sâu về vải cotton chống cháy thương mại bằng cách sử dụng nhiều kỹ thuật thử nghiệm, ví dụ như Py – FTIR, Py/GC và GC/MS, phân tích nhiệt, v.v. Trong đó, các sản phẩm khí được tạo ra bằng cách nhiệt phân các mẫu vải trong không khí ở các nhiệt độ khác nhau (300 -1200⁰C) đã được xác định và định lượng thông qua FTIR. Các mẫu vải chống cháy cho thấy sự gia tăng của CO và CO₂ ở nhiệt độ nhiệt phân thấp hơn (300 - 450⁰C) được so sánh với vải cotton chưa qua xử lý. Bên cạnh đó, nghiên cứu cũng đã được thực hiện trong phạm vi nhiệt độ 300 - 1000⁰C được sử dụng để xác định các hợp chất dễ bay hơi. Sau đó, 30 hợp chất điển hình đã được chọn ra cho quá trình nhiệt phân và được xác định bằng phân tích GC định lượng thông thường. Dữ liệu đã được báo cáo dưới dạng tổng hàm lượng cho từng nhóm chung như aldehyde, furfural, v.v. Bên cạnh đó, dư lượng than còn lại sau mỗi lần nhiệt phân cũng được xác định. Cụ thể, vải cotton không được xử lý không tạo thành than với hàm lượng furan lớn hơn rất nhiều so với vải chống cháy. Hai phương pháp xử lý chất làm chậm hoạt động pha hơi dẫn đến hàm lượng than thấp hơn cùng với chất bay hơi và CO cao nhất. Hàm lượng đáng kể của các hợp chất vòng thơm thu được từ các loại vải có chứa thành phần Proban và Pyrovatex.

Thời gian gần đây, ThS. Sâm Hoàng Liên [34] cùng nhóm nghiên cứu cũng đã thành công xác định thành phần khí sinh ra trong quá trình đốt cháy vải phủ bằng vật liệu polyuretan (PU) bằng phương pháp GC/MS ở mức độ

định tính và bán định lượng. Kết quả thu được là đối với quá trình phân hủy nhiệt và quá trình đốt cháy trong không khí đều cho tỷ lệ % pic của cacbon oxit rất cao, một số chất như benzen, phenol, naphtalen cũng chiếm tỷ lệ trội hơn so với chất còn lại. Bên cạnh đó, độ lặp lại về thời gian lưu, hình dạng pic của các chất cũng được khảo sát và cho kết quả tốt. Hơn nữa, vật liệu sau 30 ngày đặt trong điều kiện nhiệt độ môi trường nhận thấy không có tín hiệu của chất nào phát hiện được bằng phân tích GC/MS.

Tác giả Andrew cùng cộng sự vào năm 2007 [30] đã nghiên cứu về khí độc trong đám cháy thiếu không khí trong các phòng có diện tích luồng thông gió rất nhỏ. Phương pháp pháp FTIR đã được sử dụng để phân tích được 23 loại khí độc gồm aldehyde, acrolein, axit axetic, SO_2 , NO_2 và một số hydrocacbon độc hại có tính kết hợp lớn hơn nhiều so với CO. Từ đó, nghiên cứu đã đánh giá được độc tính của hỗn hợp khí độc sinh ra.

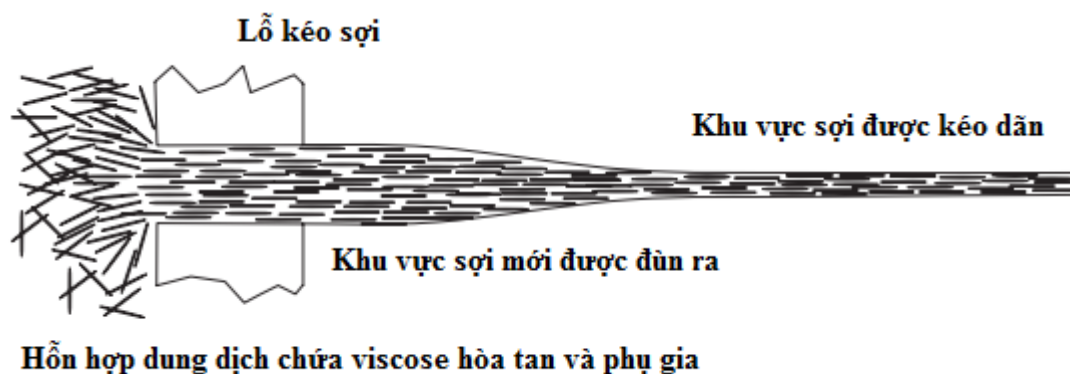
Tuy nhiên, phương pháp sắc ký khí ghép nối khối phổ (GC-MS) là phương pháp phân tích kết hợp các tính năng của sắc ký khí và quang phổ khối để xác định các chất khác nhau trong một mẫu thử. Hơn nữa, phương pháp này phương pháp phân tích có độ nhạy cao, phân tích được nhiều chất cùng một lúc với nồng độ rất thấp. Thông qua thiết bị này, các hỗn hợp hóa chất phức tạp có thể được tách ra, xác định và định lượng. Điều này làm cho hệ thống sắc ký khí – quang phổ khối khá lý tưởng cho việc phân tích hàng trăm hợp chất trọng lượng phân tử tương đối thấp được tìm thấy trong các vật liệu môi trường.

Dựa trên điều kiện cơ sở vật chất có sẵn, trong nghiên cứu này tôi đã lựa chọn phương pháp phân tích sắc ký khối phổ để xác định các thành phần khí độc hại sinh ra trong quá trình cháy của vật liệu vải sợi cotton chống cháy.

1.2. TỔNG QUAN VỀ VẢI SỢI CHỐNG CHÁY VÀ CÁC PHƯƠNG PHÁP TĂNG CƯỜNG KHẢ NĂNG CHỐNG CHÁY CHO VẢI SỢI

Hiện nay, trên thị trường đang lưu hành nhiều loại sản phẩm vải sợi chống cháy khác nhau, nhằm đáp ứng những nhu cầu thực tiễn đa dạng mà xã

hội đặt ra đối với loại vật liệu này. Nhìn chung, trên thực tế sợi chống cháy có thể được chia làm hai nhóm chính: (1) sợi có bản chất chống cháy/khó cháy tự nhiên, và (2) sợi được xử lý nhằm gia tăng khả năng chống cháy. Bản chất chống cháy/khó cháy tự nhiên của sợi vải có thể được hình thành nhờ vào bản chất hóa học chống cháy/khó cháy mà trong đó thành phần chủ yếu của sợi vải sở hữu (ví dụ: sợi aramit, sợi polyimit, sợi melamin, sợi thủy tinh, sợi olefin halogen hóa, v.v.). Bên cạnh đó, nhờ vào bản chất hóa học chống cháy/khó cháy mà thành phần đồng trùng hợp đưa vào trong quá trình tổng hợp vật liệu tạo sợi sở hữu (ví dụ: sợi polyeste Trevira CS, sợi modacrylic, v.v.), hoặc thông qua việc bổ sung phụ gia chống cháy đặc biệt ngay trong quá trình biến tính tổng hợp vật liệu tạo sợi (ví dụ: sợi Viscose FR, Visil, v.v.).



Hình 1.4: *Phụ gia Exolit® 5060 (trên) và sự phân bố của phụ gia Exolit® 5060 trong nền sợi viscose Lenzing FR (dưới) [35]*

Một ví dụ điển hình cho phương pháp tổ hợp phụ gia chống cháy áp dụng vào xử lý chống cháy cho sợi vải nhân tạo trên cơ sở sợi cellulose là sản phẩm sợi Lenzing FR. Trong đó, thành phần chính của loại sợi chống cháy này là sợi viscose bổ sung thêm phụ gia chống cháy cơ phospho Exolit® 5060 (Clariant International) ngay trong quá trình kéo sợi. Exolit® 5060 chính là một loại phụ gia dạng rắn không tan trong dung môi, cũng như có cấu trúc vật lý tự nhiên dạng kim châm với tỷ lệ kích thước khoảng 10 và chiều dài khoảng 2 micron. Hơn nữa, phụ gia này có thể phân tán tốt trong dung dịch

kéo sợi, và quá trình kéo sợi sẽ khiến cho các hạt phụ gia có xu hướng phân bố song song dọc theo chiều dài của sợi như miêu tả trong **Hình 1.4**.

Ưu điểm của các loại sợi có bản chất chống cháy/khó cháy tự nhiên chính là tính chất chống cháy cũng như các tính chất ứng dụng tốt. Vì thế, chúng được ứng dụng rất rộng rãi trong nhiều lĩnh vực kỹ thuật và đời sống. Nhưng, nhược điểm của nhóm vải sợi này là công nghệ gia công chế tạo tương đối phức tạp (bao gồm công nghệ phản ứng hữu cơ và công nghệ gia công kéo sợi), những công nghệ thường sử dụng nguồn nguyên liệu tổng hợp kém thân thiện môi trường (nhất là các hợp chất chứa nhân thơm), và có giá thành cao hơn nhiều so với những loại vải sợi thông thường khác. Chính điều này đã khiến cho ứng dụng của nhóm vật liệu này trong lĩnh vực đời sống thường ngày vẫn còn chịu hạn chế, nhất là tại những quốc gia đang phát triển như Việt Nam.

Thêm một hướng tiếp cận khác trong chế tạo vật liệu vải sợi chống cháy là tiến hành xử lý sau kéo sợi nhằm tăng cường tính chất chống cháy/khó cháy cho sản phẩm. Tương tự với những loại vật liệu gốc polyme khác, tính năng chống cháy của vải sợi có thể được cải thiện thông qua việc bổ sung các phụ gia chống cháy chứa một số nguyên tố hóa học nhất định như phospho, nitơ, halogen, sunphua hay kim loại, v.v. Hơn nữa, các phụ gia chống cháy này có thể được gia công trực tiếp lên bề mặt tấm vải sợi hay được thêm vào dưới dạng phụ gia trong quá trình sản xuất vật liệu chế tạo sợi, hoặc có thể được cho gắn trực tiếp lên mạch phân tử polyme của sợi vải (sợi vải có tính chất chống cháy tự nhiên).

Đối với những loại phụ gia chống cháy hoạt động theo cơ chế vật lý như: nhôm hydroxit, magiê hydroxit, v.v. thường không được áp dụng cho vật liệu vải, bởi vì ngưỡng hàm lượng đưa vào hiệu quả cũng những loại phụ gia chống cháy này là tương đối cao (khoảng trên 40% khối lượng polyme), nên sẽ không phù hợp đưa lên bề mặt vải sợi hoặc đưa vào trong cấu trúc sợi vải. Những loại phụ gia chống cháy cho vật liệu vải sợi tốt nhất là những loại phụ gia hoạt động trong pha ngưng tụ, giúp thúc đẩy sự hình thành của muôi than thông qua chuyển hóa cấu trúc hữu cơ của sợi vải thành cấu trúc than hóa.

Qua đó, giảm thiểu lượng nhiên liệu cháy dễ bay hơi sinh ra từ quá trình phân hủy nhiệt của polyme [35]. Cụ thể là chúng kích thích sự phân cách các nhóm thế gắn trên mạch phân tử polyme ra khỏi cấu trúc mạch cacbon, từ đó dẫn đến sự hình thành các liên kết đôi C=C trên cấu trúc mạch cacbon, với kết quả chuyển hóa cuối cùng là cấu trúc than hóa sau khi gần như toàn bộ các nguyên tử phi cacbon đã bị loại bỏ hoàn toàn.

Chính do đặc điểm này, phụ gia chống cháy hoạt động trong pha ngưng tụ đặc biệt thích hợp áp dụng cho các loại sợi vải có nguồn gốc tự nhiên như sợi cotton hay sợi len. Bởi vì trên mạch phân tử polyme của những loại sợi vải này thường gắn nhiều nhóm thế hình thành tự nhiên. Trái lại, sợi vải tổng hợp như sợi polyeste, sợi polyamit, hay sợi polypropylen, v.v. thường có cấu trúc mạch phân tử thẳng hoặc phân nhánh với lượng nhóm thế tương đối thấp. Bên cạnh đó, cơ chế phân hủy nhiệt của chúng là cơ chế cắt mạch hoặc cơ chế phân hủy liên kết đặc trưng trên mạch phân tử, nên sẽ khó hình thành muội than dù bổ sung thêm phụ gia chống cháy [36]. Hơn nữa, những loại phụ gia chống cháy hoạt động theo cơ chế hóa học, cụ thể là hấp thụ nhiệt năng sinh ra từ ngọn lửa ban đầu để phân hủy nhiệt thành các sản phẩm dạng khí khó cháy hoặc không cháy như khí CO₂, khí NH₃, hơi nước, v.v. một phần nào đó cũng hoạt động theo cơ chế vật lý, thông qua việc hỗ trợ làm giảm nhiệt độ của vật liệu cháy xuống dưới nhiệt độ bắt cháy, đồng thời làm loãng vùng cháy của ngọn lửa bằng các thành phần khí khó cháy. Nhóm phụ gia chống cháy này, nhất là các loại phụ gia chống cháy chứa halogen, có thể áp dụng được cho phần lớn vật liệu vải sợi thông thường.

Tuy nhiên, vấn đề chính đặt ra đối với công tác tăng cường khả năng chống cháy cho vật liệu vải sợi là tính bền vững của tổ hợp vải sợi/phụ gia chống cháy sau nhiều chu kỳ giặt rửa, đồng thời ảnh hưởng của việc bổ sung phụ gia chống cháy lên các tính chất đặc trưng khác của vật liệu vải sợi như độ bền kéo, độ bền xé, đặc trưng cảm quan, v.v. Không chỉ bản chất của các loại phụ gia chống cháy, thì phương pháp gia công phụ gia chống cháy lên vải sợi hoặc sợi vải cũng là một vấn đề đáng chú ý. Trong đó, xử lý bề mặt là phương pháp gia công tăng cường tính năng chống cháy của vật liệu vải sợi

lâu đời nhất được con người vận dụng, với lịch sử kéo dài đến thời gian đầu thế kỷ 18 khi người Anh sử dụng những loại hợp chất vô cơ như borax hay vitreol để sản xuất vải bố và vải lanh chống cháy [37]. Hiện nay, đang tồn tại hai phương pháp xử lý bề mặt chính đối với vật liệu vải, đó là phương pháp ngâm tẩm và phương pháp tráng phủ.

Đối với phương pháp ngâm tẩm, vật liệu vải sợi được ngâm vào trong các loại dung dịch chứa hóa chất chống cháy khác nhau. Qua đó giúp các hóa chất chống cháy này gia nhập vào trong cấu trúc của sợi vải. Trái lại, trong phương pháp tráng phủ, một lớp màng phủ liên tục hoặc không liên tục được gia công lên bề mặt vật liệu vải sợi, giúp tạo thành cấu trúc composit vải sợi/polyme đồng nhất [38]. Như đã nói ở trên, một vấn đề quan trọng đặt ra đối với công tác xử lý chống cháy cho vật liệu vải sợi là tính bền vững của tổ hợp vải sợi/phụ gia chống cháy sau nhiều chu kỳ giặt rửa. Hơn nữa, một số quy trình xử lý chống cháy thường cho sản phẩm không thích hợp giặt rửa hoặc chỉ có thể chịu được số lần giặt rửa hạn chế. Bên cạnh đó, nhiều quy trình khác lại cho sản phẩm ổn định sau trên 50 chu kỳ giặt rửa tiêu chuẩn. Đặc biệt, tính bền vững của tổ hợp vải sợi/phụ gia chống cháy thường là yếu tố chủ chốt quyết định phạm vi ứng dụng của từng sản phẩm vải sợi chống cháy cụ thể, thậm chí còn được quy định trong các văn bản tiêu chuẩn kỹ thuật có liên quan.

1.2.1. Phương pháp ngâm tẩm

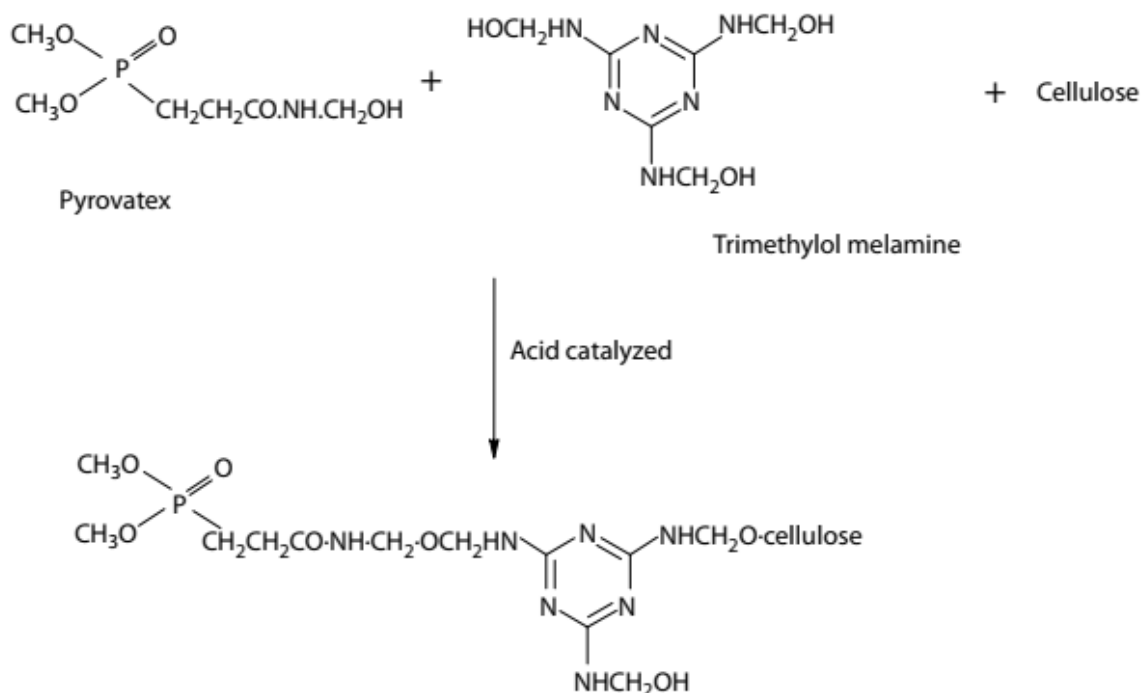
Phương pháp ngâm tẩm chính là phương pháp xử lý vải sợi tương đối lâu đời, và rất thích hợp đối với những loại vải sợi nguồn gốc tự nhiên như vải cotton, vải lanh, v.v. Phần lớn các quy trình kỹ thuật chung và các công thức dung dịch xử lý vải cơ bản được sử dụng ngày nay đều đã được xây dựng và hoàn thiện trong giai đoạn 1950 – 1970. Tuy nhiên, trong những năm gần đây, lĩnh vực này không xuất hiện những bước cải tiến đáng kể nào [5]. Thông thường, phương pháp ngâm tẩm vật liệu vải sợi sẽ được thực hiện theo quy trình ngâm tẩm – sấy khô. Tức là vật liệu vải sợi được cho chạy qua các loại dung dịch chứa hóa chất chống cháy khác nhau (thường là trong dung môi nước), sau đó sẽ tiếp tục di chuyển qua hệ thống lô ép để loại bỏ phần dung

dịch dư thừa, và cuối cùng được làm khô trong lò sấy tại nhiệt độ khoảng 120°C. Sản phẩm thu được từ quy trình này chính là tổ hợp vật liệu vải chống cháy kém ổn định, với tính chất chống cháy dễ dàng bị loại bỏ hoàn toàn chỉ sau một chu kỳ giặt rửa tiêu chuẩn. Với mục đích tăng tính ổn định của tổ hợp vật liệu vải chống cháy, vật liệu cần tiếp tục được xử lý bằng cách sấy tại điều kiện nhiệt độ cao hơn (thường đến 160°C) để thúc đẩy sự hình thành các tương tác hóa học hoặc vật lý bền giữa phụ gia chống cháy và sợi vải. Đối với một số quy trình cụ thể như quy trình Proban, quá trình xử lý nhiệt này còn có thể thực hiện song song với xử lý hóa học.

Một tổ hợp vải sợi/phụ gia chống cháy được gia công chế tạo theo phương pháp ngâm tẩm tương đối phổ biến hiện nay có thể kể đến là tổ hợp vải cotton/phụ gia amoni phosphat, với quy trình gia công cơ bản được Gay-Lussac xây dựng nên từ năm 1821. Khi đó, các hợp chất chứa phosphat đều có thể phân hủy nhiệt để hình thành axit phosphoric, một loại chất xúc tác hiệu quả trong việc xúc tác phản ứng tách nước của mạch phân tử cellulose để hình thành cấu trúc muối than, thay vì phân hủy nhiệt tạo ra các sản phẩm dạng hơi dễ cháy. Mặc dù vậy, các loại hợp chất amoni phosphat đều tương đối dễ tan trong nước, nên sản phẩm sau xử lý thường không chịu được giặt rửa. Bên cạnh đó, những loại phụ gia chống cháy thông dụng khác tương tự amoni phosphat có thể kể đến bao gồm borax, axit boric, amoni sunphamat, hay các muối sunphat, v.v. Ngoài ra, sản phẩm vải cotton chống cháy thu được sau khi xử lý bằng những phụ gia này có thể được sử dụng trong chế tạo các sản phẩm dùng một lần, trong các hệ thống cách nhiệt, trong ứng dụng bao gói hàng hóa, v.v.

Để nhằm thu được sản phẩm vải cotton chống cháy với tính chịu được giặt rửa nhất định, có thể sử dụng kết hợp hai loại phụ gia chống cháy amoni polyphosphat và urê gia công theo quy trình ngâm tẩm – xử lý nhiệt tại 160°C. Tại những điều kiện này, có thể xảy ra phản ứng phosphoryl hóa gắn một bộ phận phân tử phụ gia chống cháy lên mạch phân tử sợi vải cotton. Từ đó, giúp sản phẩm vải cotton chống cháy thu được tính chịu giặt rửa nhất định. Nhóm vật liệu này sẽ tương đối hữu ích trong các ứng dụng không yêu

cầu sản phẩm cần giặt rửa thường xuyên, ví dụ như thảm trải sàn, rèm cửa sổ hay bọc ghế ngồi, v.v. Một số ví dụ về các chế phẩm xử lý chống cháy cho vải cotton đang được thương mại hóa trên thế giới hiện nay phải kể đến như Flammentin FMB (Thor Specialities), Pyrovatim PBS (Huntsman), Pyrovatex CP (Huntsman), v.v. Cụ thể, phản ứng hóa học xảy ra giữa cellulose, nhựa melamin metylolat hóa, và chế phẩm Pyrovatex CP (N-metylol dimetyl phosphonopropionamit) trong môi trường xúc tác axit được miêu tả trong **Hình 1.5**. Nhận thấy, vải cotton sau khi được xử lý bằng Pyrovatex CP còn thu được tính tương hợp chất nhuộm rất tốt, phù hợp dùng trong chế tạo rèm cửa, đồ ngủ, v.v.



Hình 1.5: Phản ứng hóa học xảy ra giữa cellulose, nhựa melamin metylolat hóa, và chế phẩm Pyrovatex CP trong môi trường xúc tác axit [7]

Thêm một nhóm hợp chất xử lý chống cháy cho vải cotton khác tương đối thông dụng và hiệu quả hiện nay là các dẫn xuất hóa học của tetrakis (hydroxymetyl) phosphonium, mà tiêu biểu nhất trong số đó là chế phẩm Proban CC (Rhodia). Trong thành phần hoạt tính của Proban CC được tổng hợp trên cơ sở phản ứng giữa tetrakis (hydroxymetyl) phosphonium clorit và

urê. Nền vải cotton sau khi đã được ngâm tẩm bằng dung dịch Proban CC sẽ được tiếp tục trải qua quá trình xử lý nhiệt – hóa học trong môi trường khí NH_3 , khi đó thành phần hoạt tính của Proban CC sẽ tham gia phản ứng khâu mạch với NH_3 để tạo thành cấu trúc mạch phân tử không gian. Cuối cùng, vật liệu vải chống cháy này sẽ được xử lý bằng H_2O_2 để chuyển hóa P^{3+} thành P^{5+} . Từ đó, giúp thu được cấu trúc chống cháy bền vững. Sản phẩm vải cotton xử lý chống cháy theo quy trình trên sẽ mang đến tính bền giặt rửa rất tốt, đồng thời cũng duy trì tính chất cơ lý cao. Vì thế, loại này sẽ phù hợp trong chế tạo ga trải giường bệnh viện và khách sạn, vải chuyên dụng dùng cho quân đội, v.v.

Nguyên tắc xử lý tương tự cũng có thể được áp dụng cho các loại vải sợi nhân tạo trên cơ sở sợi cellulose khác chẳng hạn như vải sợi Lyocell, vải sợi Viscose, v.v.

1.2.2. Phương pháp tráng phủ thường

Như đã cập nhật ở trên, trong phương pháp xử lý tráng phủ, một lớp màng phủ liên tục hoặc không liên tục được gia công lên bề mặt vật liệu vải sợi, từ đó tạo thành cấu trúc composit vải sợi/polyme đồng nhất. Lớp màng phủ được sử dụng trong phương pháp xử lý tráng phủ thường có bản chất là hợp chất polyme, bao gồm các loại cao su tự nhiên và cao su nhân tạo (chẳng hạn như: cao su polyisobutylene, cao su styren butadien), cũng như các loại nhựa nhiệt dẻo (ví dụ: nhựa PVC, nhựa PVA) và nhựa nhiệt rắn (ví dụ: nhựa acrylic, nhựa PUR, nhựa silicon). Bởi bản chất của các hợp chất polyme là tương đối dễ cháy, nên trong hầu hết trường hợp lớp màng phủ còn cần được bổ sung thêm thành phần phụ gia chống cháy phù hợp. Vì thế, việc lựa chọn thành phần và phương pháp gia công lớp màng phủ thường được cân nhắc dựa trên những yêu cầu về mặt kỹ thuật của sản phẩm tạo thành, cụ thể như tính chịu giặt rửa, tính mềm dẻo, tính thoáng khí, và nhất là tính chống cháy.

1.2.3. Phương pháp tráng phủ bằng plasma

Thực tế, công nghệ plasma có thể được sử dụng trong vấn đề biến tính bề mặt của sợi vải hay vải sợi thông qua hỗ trợ bổ sung các nhóm chức lên bề

mặt sợi vải, hoặc được phủ một lớp vật liệu mỏng lên bề mặt sợi rồi tiến hành phản ứng ghép mạch phân tử. Bên cạnh đó, công nghệ plasma lạnh có thể đồng thời vừa thúc đẩy phản ứng ghép mạch và phản ứng polyme hóa của các phân tử monome lên bề mặt nền vải. Trong các quy trình trên, bản thân plasma đã có tác dụng hoạt hóa bề mặt nền vải, đồng thời plasma của một khí trơ cũng có thể được sử dụng để khơi mào phản ứng polyme hóa của các loại monome dạng rắn hoặc dạng lỏng khó bay hơi phân tán trên bề mặt nền vải. Ví dụ về một công trình mang tính tiên phong trong lĩnh vực này là nghiên cứu của Simonescu và cộng sự. Cụ thể, Simonescu và cộng sự đã tiến hành ghép mạch của các phụ gia chống cháy gốc polyme chứa phospho lên bề mặt nền vải rayon, kết quả cho thấy tính chống cháy của sản phẩm tạo thành được cải thiện đáng kể [39].

Trong một nghiên cứu thời gian gần đây, Tsafack và Levalois-Grützmacher đã thành công thực hiện phản ứng ghép mạch các phân tử monome acrylat chứa phospho bao gồm DEAMP, DEMEP, DEAMP, và DMAMP lên bề mặt nền vải polyacrylonitril sử dụng plasma của khí argon tại áp suất thấp [40]. Ngoài ra, Vannier và đồng sự đã thành công vận dụng công nghệ polyme hóa – ghép mạch bằng plasma (Plasma Induced Graft-Polymerization – PIGP) để ghép polyetylen metacrylat phosphat lên bề mặt vải cotton. Điều này giúp chỉ số LOI của sản phẩm tăng từ 21% thể tích lên đến 32% thể tích [41]. Hơn nữa, các hạt nano với kích thước đồng nhất cũng có thể được gắn lên bề mặt nền vải theo phương pháp này.

1.3. TÌNH HÌNH NGHIÊN CỨU LIÊN QUAN ĐẾN TĂNG CƯỜNG TÍNH CHỐNG CHÁY CỦA VẢI SỢI COTTON

1.3.1. Tình hình nghiên cứu trên thế giới

Tác giả Shukla cùng cộng sự (2019) đã tiến hành tăng cường tính chất chống cháy của nền vải cotton thông qua ngâm tẩm phụ gia chống cháy natri lignin sunphonat (SLS) theo quy trình ngâm tẩm – sấy khô thông thường. Sản phẩm vải thu được có tính chất chống cháy tốt, không xuất hiện sự suy giảm đáng kể về mặt tính chất cơ lý, đồng thời còn có khả năng chịu tia UV cũng

được tăng cường đáng kể. Hơn nữa, phụ gia chống cháy SLS cũng tạo cho nền vải màu sắc đặc trưng phù hợp với thị hiếu tiêu dùng mà không cần sử dụng thêm phẩm nhuộm [42].

Tiếp theo, Li cùng cộng sự (2017) đã tiến hành tăng cường tính chất chống cháy của nền vải cotton thông qua phương pháp ngâm tẩm nhiều lần với 3-aminopropyl trietoxysilan (APTES) và natri phytat để tạo thành cấu trúc màng phủ đa lớp trên bề mặt nền vải. Kết quả nghiên cứu chỉ ra rằng, tổ hợp APTES và natri phytat đã giúp cải thiện đáng kể tính chất chống cháy của vật liệu vải nhờ cơ chế hình thành lớp muội than bảo vệ trên bề mặt vải, qua đó ngăn cản phần nào sự truyền nhiệt và phân hủy nhiệt tạo thành nhiên liệu cháy dạng khí của nền vải bên dưới [41]. Thậm chí, kết quả chống cháy có thể tiếp tục được cải thiện nếu sử dụng xen kẽ APTES và chitosan [44].

Ngoài ra, Qutab cùng đồng sự (2019) đã khảo sát việc sử dụng diamoni hydrophosphat (DAHP) trong tăng cường khả năng chống cháy của vải. Để nhằm tăng cường tính chịu giặt rửa của tổ hợp này, DAHP đã được cho khâu mạch với axit maleic hoặc axit acrylic, sử dụng chất xúc tác natri hypophosphit và chất khơi mào kali persunphat tại điều kiện nhiệt độ phản ứng lên đến 120°C. Kết quả nghiên cứu chỉ ra rằng việc sử dụng tổ hợp phụ gia ngâm tẩm trên đã giúp cải thiện đáng kể khả năng chống cháy cũng như tính chống co ngót sau giặt rửa của vải cotton, hơn nữa vẫn duy trì tính thoáng khí tương đối cao của vật liệu vải [45].

Không những thế, một tổ hợp phụ gia chống cháy chịu giặt rửa tốt khác đã được Liang cùng đồng sự (2017) xây dựng trên cơ sở phụ gia chống cháy cơ phosphat M102B và metyltriethoxysilan. Trong tổ hợp này, phụ gia M102B đóng vai trò như thành phần chống cháy chủ chốt, còn metyltriethoxysilan đóng vai trò tác nhân liên kết để giúp tạo thành cấu trúc liên kết hóa học bền vững giữa các phân tử M102B và bề mặt sợi vải [46]. Bên cạnh đó, hướng tiếp cận vận dụng tác nhân liên kết gốc silan cũng được Qin cùng đồng sự (2019) khảo sát trong nghiên cứu chế tạo vải chống cháy chịu giặt rửa trên cơ sở nền vải cotton, với tác nhân chống cháy là diamoni phosphat cùng ZrO_2

biến tính với hexadecyl trimetoxysilan, và tác nhân liên kết polydimetylsiloxan [47].

Trái lại, Sharma cùng đồng sự (2018) đã lựa chọn sử dụng phụ gia chống cháy kích thước nano $ZnCO_3$ để tăng cường tính chất chống cháy cho nền vải cotton. Cụ thể, các hạt $ZnCO_3$ dạng kim châm kích thước nano được tổng hợp trong dung dịch thông qua phản ứng giữa $ZnSO_4$ và Na_2CO_3 , tiếp theo sẽ được đưa lên nền vải theo phương pháp ngâm tẩm thông thường. Vật liệu vải tạo thành có tính chất tự dập cháy tốt và chỉ số LOI lên tới gần 30% thể tích [48].

Không dừng lại ở đó, Shukla cùng đồng sự (2016) đã khảo sát cải thiện khả năng chống cháy của sợi sisal chưa dệt thành vải bằng phương pháp ngâm tẩm với tổ hợp phụ gia N-metylol dimetyl phosphopropionamit (Pyrovatex R, MDPA), trimetylmelamin (TMM) và axit phosphoric. Kết quả là tính chất chống cháy của sợi vải đã được tăng cường đáng kể với chỉ số LOI lên tới 32% thể tích, trong khi tính chất bền kéo của sợi đã qua xử lý chỉ bị suy giảm 18% so với sợi nguyên sinh [49]. Cũng với đối tượng sợi sisal, Sheshama cùng đồng sự (2017) đã tiến hành so sánh hiệu quả cải thiện tính chất chống cháy giữa ZnO thông thường và ZnO kích thước nano. Kết quả nghiên cứu chỉ ra rằng, chỉ cần đưa vào 1% khối lượng ZnO kích thước nano để thu được sự cải thiện về mặt tính chất chống cháy của vải tương đương với 12% khối lượng ZnO thông thường, đồng thời sự suy giảm về mặt tính chất cơ lý của sợi cũng được giảm thiểu đáng kể [50].

Tác giả Samanta cùng đồng sự (2017) đã khảo sát việc sử dụng hạt nano ZnO phân tán trong dung dịch kali metyl siliconat (PMS) để gia công ngâm tẩm cho vải sợi đay. Kết quả nghiên cứu mang đến là kali metyl siliconat có tác dụng liên kết các hạt nano ZnO vào nền sợi cellulose, giúp tăng cường tính năng chống cháy cho vật liệu. Sản phẩm thu được còn có chỉ số LOI lên tới 35% thể tích [51]. Đồng thời, Fallah cùng đồng sự (2011) cũng đã thành công trong việc sử dụng hạt nano ZnO với vai trò phụ gia tăng cường tính chống cháy cho vật liệu vải cellulose, với hạt nano ZnO được tổng hợp trực tiếp theo phương pháp sol-gel. Các hạt nano còn được chứng minh là

có khả năng thúc đẩy sự than hóa của cấu trúc sợi, hình thành nên lớp vật liệu khó cháy trên pha ngưng tụ, nhờ vậy mà hạn chế sự cháy của vật liệu vải [52].

Thêm một hướng tiếp cận khác hiện đang được quan tâm, đó là sử dụng các loại phụ gia nguồn gốc thiên nhiên, nhằm tăng tính thân thiện môi trường của quy trình nâng cao tính năng chống cháy cho vật liệu vải sợi. Điển hình Basak và Wazed Ali (2019) đã thực hiện ngâm tẩm vải cotton trong hỗn hợp dung dịch chứa natri tri-polyphosphat (STPP) và dịch chiết vỏ quả lựu. Kết quả nghiên cứu chỉ ra rằng, thành phần hóa học có trong dịch chiết vỏ quả lựu đã cung cấp tác dụng tương hỗ với STPP, giúp tăng cường tính chất chống cháy cho sản phẩm vải cotton sau xử lý [53]. Tương tự, Tseghai cùng cộng sự (2019) khảo sát, với thành phần phụ gia ngâm tẩm bao gồm keo acrylic và bột nghiền vỏ trứng gà [54]. Basak và cộng sự (2015) đã thực hiện một số nghiên cứu liên quan đến việc sử dụng nhựa lấy từ thân cây chuối làm phụ gia chống cháy cho vải sợi cotton và vải sợi len. Kết quả nghiên cứu cho thấy, nhựa chuối cung cấp khả năng chống cháy tốt cho các nền vải, với sản phẩm thu được có chỉ số LOI lên tới trên 28% thể tích và độ bền nhiệt tốt. Nguyên nhân dẫn tới kết quả trên là do nhựa chuối có thành phần khoáng cao, giúp thúc đẩy sự than hóa hình thành cấu trúc đặc và kín của vải sợi khi bị cháy, ngăn cản sự khuếch tán của nhiệt năng và các thành phần khí phân hủy nhiệt dễ cháy [55,56]. Theo một nghiên cứu khác, Basak cùng đồng sự (2017) đã thực hiện khảo sát tương tự với nước ép rau chân vịt, và cũng thu được nhiều kết quả khả quan [57].

Nhìn chung, trên thế giới hiện nay, công nghệ ngâm tẩm và các biến thể của nó vẫn đang được vận dụng một cách rộng rãi và phổ biến trong lĩnh vực xử lý vật liệu vải sợi nói chung, và xử lý tăng cường tính chất chống cháy cho vật liệu vải trên nền sợi cellulose nói riêng. Trong đó, quá trình ngâm tẩm có thể được thực hiện trên các tấm vải đã được dệt từ sợi như là một trong những khâu xử lý cuối cùng, nhưng cũng có thể được thực hiện trên xơ sợi, hoặc sợi vải chưa dệt.

1.3.2. Tình hình nghiên cứu tại Việt Nam

Tại Việt Nam thì gia công chế tạo vải chống cháy vẫn còn là một lĩnh vực nghiên cứu tương đối mới, với rất ít đề tài khoa học và công trình nghiên cứu được công bố liên quan đến lĩnh vực này.

Trong những năm gần đây, Bộ môn Vật liệu và Công nghệ Hóa dệt (Viện Dệt may – Da giày và Thời trang, trường Đại học Bách Khoa Hà Nội) đã thực hiện một số đề tài liên quan đến lĩnh vực gia công chế tạo vải chống cháy, với kết quả được công bố trên các tạp chí – kỷ yếu quốc gia [58,59, 60], cũng như được trình bày trong một số tài liệu luận văn hiện đang được lưu tại Thư viện số trường Đại học Bách Khoa Hà Nội [61,62]. Nhận thấy, điểm chung của các nghiên cứu trên là chủ yếu tập trung vào khảo sát phương pháp xử lý ngâm tẩm đối với nền vải sợi đã dệt và trên cơ sở một số loại hóa chất chuyên xử lý chống cháy cho vải sợi đã được thương mại hóa trên thị trường. Ngoài ra, đối tượng nghiên cứu chủ yếu của các tác giả là những loại vải cấu thành từ sợi cellulose, bao gồm vải bông dệt thoi và vải polyeste/cotton.

Tại Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam, ngay từ năm 2018 đã tiến hành triển khai dự án khoa học công nghệ trọng điểm “Nghiên cứu và phát triển các hệ vật liệu tổ hợp tiên tiến phục vụ phòng cháy, chữa cháy và cứu hộ” do GS.TS. Nguyễn Văn Tuyên (Viện Hóa học) làm chủ nhiệm. Trong dự án này, vấn đề khảo sát chế tạo các loại vật liệu vải chống cháy là một vấn đề rất được quan tâm, đã được đề cập đến với vai trò nội dung nghiên cứu chính trong hợp phần 5: “Nghiên cứu chế tạo quần áo, quả ném chữa cháy khẩn cấp trên cơ sở kết hợp vật liệu có nguồn gốc thực vật với các phụ gia thân thiện môi trường” do TS. Nguyễn Ngọc Tùng làm chủ nhiệm [63]. Kết quả thu được là nhóm nghiên cứu đã thành công tổng hợp được một loại nhựa polyuretan nhiệt rắn với tính mềm dẻo cao từ nguồn nguyên liệu dầu thầu dầu biến tính. Đồng thời, sử dụng loại nhựa polyuretan mới này với vai trò cấu phần cơ bản của lớp phủ chống cháy cho vật liệu vải chống cháy phục vụ chế tạo trang phục bảo hộ chống cháy cho cá nhân tham gia công tác phòng cháy – chữa cháy và cứu hộ – cứu nạn.

Thông qua khảo sát trên một số nền vải khác nhau (bao gồm nền vải cotton, nền vải polyeste, nền vải polyamit cùng một số nền vải hỗn hợp khác), nhóm nghiên cứu đã xác định được nền vải cotton cho khả năng thấm thấu và bám dính nhựa tốt nhất. Nhờ cấu trúc xơ sợi ngắn của loại vật liệu vải sợi tự nhiên này là hoàn toàn khác biệt với cấu trúc sợi dài của các loại vật liệu vải sợi nhân tạo và tổng hợp khác. Điều này cho thấy rằng vải cotton nói riêng, và các loại sợi vải trên cơ sở sợi cellulose tự nhiên nói chung, rất thích hợp để tham gia xử lý tăng cường tính chống cháy theo phương pháp ngâm tẩm – kết luận tương đồng với các nghiên cứu trong nước và quốc tế trước đó.

Vì thế, trong luận văn này tôi đã lựa chọn phương pháp ngâm tẩm để tăng cường khả năng chống cháy cho vải sợi cotton. Từ đó, ứng dụng phương pháp sắc ký khối phổ GC/MS để phân tích thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy.

CHƯƠNG 2: ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. ĐỐI TƯỢNG NGHIÊN CỨU

Những đối tượng nghiên cứu chính trong khuôn khổ luận văn này bao gồm:

- Nền vải sợi: Vải sợi cotton 100% xuất xứ Việt Nam đã qua tẩy trắng sơ bộ, định lượng 145 g/m².

- Hệ phụ gia chống cháy thương phẩm: Phụ gia chống cháy Pyrovatex CP có xuất xứ từ hãng Huntsman (Hoa Kỳ). Phụ gia trợ gia công Fixapret CPN (dimethylol dihydroxy ethylene urea) có xuất xứ từ hãng BASF (Đức). Phụ gia tăng thấm JFC có xuất xứ từ hãng Zibilon Chemical (Trung Quốc). Phụ gia tạo môi trường phản ứng H₃PO₄ 85% có xuất xứ từ hãng Merck (Đức).

- Hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên: Vỏ thanh long ruột đỏ được lấy từ quả thanh long mua tại một số cửa hàng hoa quả xung quanh khu vực phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, Hà Nội. Axit citric dùng cho thực phẩm có xuất xứ từ hãng Ensign Chemical (Hoa Kỳ). Khoáng bentonite đã qua tinh chế có nguồn gốc từ khu vực Di Linh (Việt Nam).

- Các hoá chất hỗ trợ gia công khác: Nước cất 2 lần sử dụng trong thí nghiệm được sản xuất trực tiếp tại Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ (Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam). NaOH có xuất xứ từ hãng Merck (Đức).

2.2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.2.1. Phương pháp tổng hợp tài liệu

Thu thập và tham khảo các công bố công bố trong và ngoài nước có liên quan đến đề tài, nhằm cập nhật một cách tốt nhất những kết quả nghiên cứu liên quan đến nội dung nghiên cứu.

2.2.2. Phương pháp chế tạo mẫu

2.2.2.1. Phương pháp chuẩn bị nền vải sợi cotton

Trước tiên, các mảnh vải sợi cotton được cắt thành từng tấm mẫu hình chữ nhật với kích thước 100×250 mm dọc theo chiều sợi vải. Sau đó, các tấm mẫu vải sợi cotton này được rửa bằng dung dịch NaOH (độ pH ≈ 10) trong khoảng 60 giây nhằm làm sạch bề mặt các mẫu vải, rồi được rửa lại bằng nước cất nhằm loại bỏ dung dịch NaOH thấm trong cấu trúc mẫu vải. Cuối cùng, các mẫu vải sợi cotton sau khi đã rửa sạch sẽ được đem đi sấy khô tại điều kiện nhiệt độ 60°C đến khối lượng không đổi, trước khi được chuyển đến bảo quản trong buồng bảo quản tiêu chuẩn với điều kiện nhiệt độ 25°C và độ ẩm tương đối 60%.

2.2.2.2. Phương pháp ngâm tẩm vải sợi cotton bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP

Quá trình gia công vật liệu sợi cotton chống cháy được thực hiện theo những bước chính sau:

- **Bước 1 – Chuẩn bị tử sấy.** Trước khi tiến hành các bước ngâm tẩm, cần chuẩn bị sẵn tử sấy với điều kiện nhiệt độ đạt 105°C . Nếu có điều kiện, chuẩn bị thêm một tử sấy khác đã được gia nhiệt sẵn đến nhiệt độ 170°C .

- **Bước 2 – Chuẩn bị dung dịch ngâm tẩm.** Dung dịch ngâm tẩm được chuẩn bị theo tỷ lệ các thành phần đã được định sẵn, sao cho tỷ lệ thể tích dung dịch ngâm tẩm / khối lượng nền vải $\geq 5/1\text{mL/g}$. Sau đó, chuyển dung dịch ngâm tẩm vào các khay inox có kích thước phù hợp (lớn hơn kích thước mẫu vải sợi $100 \times 250\text{mm}$) để chuẩn bị cho quá trình ngâm tẩm.

Lưu ý: Dung dịch ngâm tằm sau khi chuẩn bị hoàn tất có dạng dung dịch màu trắng bán trong suốt. Cần tiến hành ngâm tằm trong khoảng 15 phút sau khi chuẩn bị dung dịch ngâm tằm, sao cho trong dung dịch ngâm tằm chưa xuất hiện các kết tủa màu trắng hình thành do phản ứng hoá học giữa các thành phần hoá học.

- **Bước 3 – Ngâm tằm vải.** Tiến hành ngâm tằm các mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý làm sạch trong dung dịch ngâm tằm trong khoảng 60 giây, sau đó tiến hành ép các mẫu này qua hai trục inox với áp lực phù hợp, sao cho tỷ lệ dung dịch thấm vào đạt khoảng 75% khối lượng mẫu vải sợi cotton khô ban đầu. Cụ thể chúng ta sẽ điều chỉnh lực ép trong một khoảng nhất định rồi cân lên để xác định phần trăm thấm ướt, sau đó giữ lực ép tại giá trị tương ứng với phần trăm thấm ướt là 75%.

Lưu ý: Cần tiến hành ngâm tằm đối với các mẫu vải sợi cotton trong vòng 15 phút kể từ thời điểm lấy các mẫu này ra khỏi buồng bảo quản.

- **Bước 4 – Sấy sơ bộ.** Tiến hành chuyển các mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý ngâm tằm vào trong tủ sấy đã gia nhiệt sẵn đến 105°C, rồi đợi khoảng 30 phút nhằm đảm bảo các mẫu vải này đã gần như khô hoàn toàn.

- **Bước 5 – Sấy phản ứng.** Tiến hành chuyển các mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý ngâm tằm và sấy sơ bộ vào trong tủ sấy đã gia nhiệt sẵn đến 170°C, rồi đợi khoảng 180 giây trước khi lấy các mẫu vải này ra ngoài nhằm cho phép phản ứng hoá học giữa các loại phụ gia ngâm tằm và nền sợi cotton có thể xảy ra.

- **Bước 6 – Rửa, sấy khô, và bảo quản.** Các mẫu vải sợi cottons sau khi đã qua xử lý ngâm tằm và sấy phản ứng cần được rửa một lần bằng dung dịch NaOH (độ pH \approx 10) nhằm giúp loại bỏ các thành phần hoá chất còn chưa phản ứng hết trong cấu trúc sợi, sau đó tiếp tục được rửa sạch bằng nước cất, trước khi được đem đi sấy khô tại điều kiện nhiệt độ 60°C đến khối lượng không đổi. Các mẫu vải này sau đó cần được đưa vào bảo quản trong buồng bảo quản tiêu chuẩn với điều kiện nhiệt độ 25°C và độ ẩm tương đối 60%.

Bảng 2.1: Tỷ lệ thành phần cơ bản của dung dịch ngâm tẩm dùng trong hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP

Hoá chất	Thành phần
Pyrovatex CP	400 g
Phụ gia Fixapret CPN	45 g
Dung dịch H ₃ PO ₄ 85%	15 g
Phụ gia JFC	2 g
Nước cất	Định mức đến đủ 1 L

2.2.2.3. Phương pháp chuẩn bị dung dịch ngâm tẩm cho hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên

Trước tiên, vỏ thanh long cần được rửa sạch và cắt nhỏ, rồi sấy khô đến khối lượng không đổi. Tiếp theo, tiến hành ngâm 1kg vỏ thanh long khô vào 10L dung dịch axit citric trong nước cất nồng độ 8g/L, rồi thực hiện chiết tại điều kiện nhiệt độ 60°C trong vòng 24 tiếng. Sau khi quá trình chiết kết thúc, tiến hành lọc tách loại phần rắn nhằm thu được phần dịch chiết trong màu đỏ đậm với thể tích khoảng 9L.

Tiếp theo, tiến hành cô đặc dịch chiết thu được bằng phương pháp cất quay chân không tại điều kiện nhiệt độ 60°C và áp suất tuyệt đối 200 mbar đến thể tích 1L, nhằm thu được dung dịch ngâm tẩm cho hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên. Trong một số trường hợp, trước khi tiến hành cô đặc, cần phân tán một lượng nhất định bentonite đã qua tinh chế vào dịch chiết vỏ thanh long dưới sự hỗ trợ của sóng siêu âm, rồi mới thực hiện cất quay chân không.

Cuối cùng, chuyển dung dịch ngâm tằm đã chuẩn bị vào bảo quản trong điều kiện nhiệt độ 4°C. Dung dịch ngâm tằm cần được sử dụng trong vòng 7 ngày kể từ thời điểm bắt đầu bảo quản lạnh.

2.2.2.4. Phương pháp ngâm tằm vải sợi cotton bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên

Quá trình gia công vật liệu sợi cotton chống cháy được thực hiện theo những bước chính sau:

- **Bước 1 – Chuẩn bị dung dịch ngâm tằm.** Dung dịch ngâm tằm được chuẩn bị theo phương pháp đã trình bày trên **mục 2.2.2.3**, sao cho tỷ lệ thể tích dung dịch ngâm tằm / khối lượng nền vải $\geq 5/1\text{mL/g}$. Khi cần sử dụng, chuyển dung dịch ngâm tằm vào các khay inox có kích thước phù hợp (lớn hơn kích thước mẫu vải sợi 100 × 250 mm), rồi bổ sung thêm natri hypophosphit hàm lượng 10g/L và gia nhiệt trước đến khoảng 30°C để chuẩn bị cho quá trình ngâm tằm.

Lưu ý: Dung dịch ngâm tằm cần được sử dụng trong vòng 60 phút kể từ thời điểm bổ sung natri hypophosphit và gia nhiệt.

- **Bước 2 – Chuẩn bị tử sấy.** Trước khi tiến hành các bước ngâm tằm, cần chuẩn bị sẵn tử sấy với điều kiện nhiệt độ đạt 105°C. Nếu có điều kiện, chuẩn bị thêm một tử sấy khác đã được gia nhiệt sẵn đến nhiệt độ 150°C.

- **Bước 3 – Ngâm tằm vải.** Tiến hành ngâm tằm các mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý làm sạch trong dung dịch ngâm tằm trong khoảng 30 phút tại điều kiện nhiệt độ 60°C, sau đó tiến hành ép các mẫu này qua hai trục inox với áp lực phù hợp, sao cho tỷ lệ dung dịch thấm vào đạt khoảng 75% khối lượng mẫu vải sợi cotton khô ban đầu. Tương tự, chúng ta sẽ điều chỉnh lực ép trong một khoảng nhất định rồi cân lên để xác định phần trăm thấm ướt, sau đó giữ lực ép tại giá trị tương ứng với phần trăm thấm ướt là 75%.

Lưu ý: Cần tiến hành ngâm tằm đối với các mẫu vải sợi cotton trong vòng 15 phút kể từ thời điểm lấy các mẫu này ra khỏi buồng bảo quản.

- **Bước 4 – Sấy sơ bộ.** Tiến hành chuyển các mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý ngâm tẩm vào trong tủ sấy đã gia nhiệt sẵn đến 105°C, rồi đợi khoảng 30 phút nhằm đảm bảo các mẫu vải này đã gần như khô hoàn toàn.

- **Bước 5 – Sấy phản ứng.** Tiến hành chuyển các mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý ngâm tẩm và sấy sơ bộ vào trong tủ sấy đã gia nhiệt sẵn đến 150°C, rồi đợi khoảng 180 giây trước khi lấy các mẫu vải này ra ngoài nhằm cho phép phản ứng hoá học giữa các loại phụ gia ngâm tẩm và nền sợi cotton có thể xảy ra.

- **Bước 6 – Rửa, sấy khô, và bảo quản.** Các mẫu vải sợi cottons sau khi đã qua xử lý ngâm tẩm và sấy phản ứng cần được rửa một lần bằng dung dịch NaOH (độ pH \approx 10) nhằm giúp loại bỏ các thành phần hoá chất còn chưa phản ứng hết trong cấu trúc sợi, sau đó tiếp tục được rửa sạch bằng nước cất, trước khi được đem đi sấy khô tại điều kiện nhiệt độ 60°C đến khối lượng không đổi. Các mẫu vải này sau đó cần được đưa vào bảo quản trong buồng bảo quản tiêu chuẩn với điều kiện nhiệt độ 25°C và độ ẩm tương đối 60%.

2.2.3. Phương pháp thu mẫu khí

Hỗn hợp khí hình thành sau khi đốt cháy các mẫu vật liệu vải sợi được thu trực tiếp tại bộ phận cửa thoát khí phía trên thiết bị phân tích độ bền cháy Yasuda No.440 bằng một xi-lanh thuỷ tinh dung tích 200 mL, với tốc độ hút khí khoảng 5mL/giây.

Đối với những mẫu vải sợi có khả năng tự dập cháy, thời gian hút khí được tính từ thời điểm ngọn lửa mới tiếp xúc với mẫu vải sợi cho đến thời điểm ngọn lửa trên mẫu vải sợi tự dập tắt (không bao gồm thời gian tàn cháy). Với những mẫu vải sợi không có khả năng tự dập cháy và cháy hoàn toàn, thời gian hút khí được tính từ thời điểm ngọn lửa mới tiếp xúc với mẫu vải sợi cho đến thời điểm mẫu cháy hoàn toàn (không bao gồm thời gian tàn cháy). Sau đó, mẫu được chuyển từ xi-lanh dung tích 200mL sang một xi-lanh dung tích 1mL trang bị đầu tiêm bằng inox và cổ nối bằng thạch anh chịu nhiệt.

Tiếp theo, mẫu khí trong xi-lanh 1mL sẽ được chuyển trực tiếp vào hệ thiết bị sắc ký khí ghép nối khối phổ (GC/MS) 1310 Thermo Scientific

(Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ, Viện hàn lâm Khoa học và công nghệ Việt Nam) nhằm xác định thành phần Hỗn hợp khí hình thành sau khi đốt cháy các mẫu vật liệu vải sợi.

2.2.4. Phương pháp phân tích mẫu khí

Phương pháp phân tích thành phần khí độc phát thải khi đốt vải sợi cotton chống cháy trong nghiên cứu này được xây dựng trên cơ sở nghiên cứu trước đó thực hiện bởi TS. Nguyễn Ngọc Tùng cùng cộng sự [56] và học viên cao học của Phòng Phát triển công nghệ và dịch vụ đo lường Sâm Hoàng Liên (trường Đại học Khoa học tự nhiên – Đại học Quốc gia Hà Nội) [34], kết hợp với hệ thống thiết bị phân tích hiện đại tại Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ (Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam).

Cụ thể, hệ thống thiết bị phân tích được lựa chọn trong nghiên cứu này bao gồm:

- Hệ thống thiết bị phân tích sắc ký khí Agilent Technologies 7890B GC system trang bị cột sắc ký Agilent 122- 4132 DB - 5ms với các thông số kích thước $30\text{m} \times 250\mu\text{m} \times 0.25\mu\text{m}$
- Hệ thống thiết bị phân tích khối phổ Agilent Technologies 5977A MSD

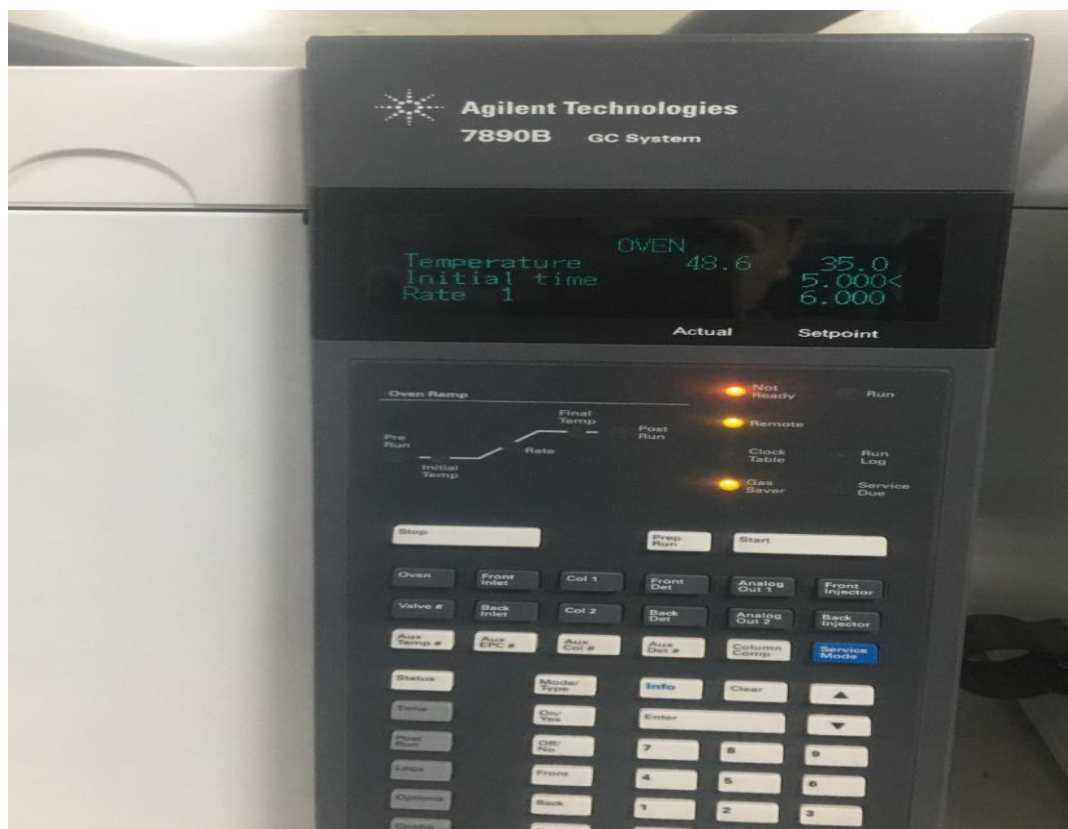
Sau khi tiến hành một số khảo sát sơ bộ, tôi đã xác định được các điều kiện vận hành phù hợp nhất, bao gồm:

- Điều kiện cấp khí đầu vào cho hệ thống thiết bị phân tích sắc ký khí: Khí được bơm trực tiếp tại điều kiện áp suất 9.5 psi và tổng lưu lượng dòng 24 mL/phút
- Điều kiện cấp khí cho cột sắc ký khí: Sử dụng khí mang là khí Heli với tốc độ dòng 1mL/phút và áp suất dòng 9.0 psi
- Điều kiện vận hành sắc ký khí: Giữ tại 35°C trong vòng 5 phút, sau đó gia nhiệt đến 300°C với tốc độ 6 °C/phút, rồi giữ tại 300°C trong vòng 2 phút.

→ Điều kiện vận hành và phân tích khối phổ: Chế độ quét FULL SCAN trong khoảng 33-700 m/z, kết quả được đối chiếu với thư viện phổ NIST 11 (Viện Tiêu chuẩn và Công nghệ Quốc gia Hoa Kỳ).

Nhằm đảm bảo tính chính xác và tin cậy của các kết quả thu được, mỗi thí nghiệm sẽ được lặp lại 05 lần. Những sản phẩm dạng khí hình thành từ quá trình đốt cháy mẫu vải chỉ được lựa chọn nếu đáp ứng được toàn bộ 03 tiêu chí sau:

- Tính lặp lại: Sản phẩm khí được định tính thành công ít nhất 03 lần trên phổ MS của các mẫu khí phân tích.
- Tính tin cậy: Phổ MS của sản phẩm dạng khí cần có mức độ khớp tối thiểu 60% khi so sánh với phổ MS mẫu từ thư viện NIST 11.
- Tính ý nghĩa: Tín hiệu GC của sản phẩm dạng khí cần chiếm tỷ lệ diện tích peak tối thiểu 0,1% tổng diện tích phổ GC của toàn bộ mẫu khí.



Hình 2.1: Hệ thống thiết bị phân tích sắc ký khí Agilent Technologies 7890B GC



Hình 2.2: Hệ thống thiết bị phân tích khối phổ Agilent Technologies 5977A MSD

Tại các điều kiện phân tích trên, tôi đã thành công phân tích thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton chống cháy với độ nhạy cao, cho phép xác định được trên 50 sản phẩm dạng khí khác nhau khi đốt cháy vải sợi cotton thường, cũng như vải sợi cotton chống cháy.

2.2.5. Các phương pháp phân tích khác

Phân tích độ bền cháy của các mẫu vật liệu vải sợi được thực hiện trên thiết bị phân tích độ bền cháy Yasuda No.440 (Nhật Bản) đặt tại Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ theo tiêu chuẩn ASTM D1230:2010 [64] về Phương pháp phân tích tính chống cháy của vật liệu vải may mặc.

Phương pháp sử dụng đầu đốt Bunsen đường kính trong 11mm được đặt nghiêng 25° theo phương thẳng đứng. Ngọn lửa môi là ngọn lửa khí metan 98%, được điều chỉnh thông qua lưu lượng dòng khí đốt sao cho chiều cao ngọn lửa đạt 38mm. Mẫu vải kích thước 100 x 250mm được treo trên khung kim loại, sao cho mép dưới của mẫu vải nằm cao hơn 20mm so với mép trên của đầu đốt Bunsen. Thử nghiệm được tiến hành bằng cách cho môi lửa tiếp xúc trực tiếp với mẫu vải trong vòng 10 giây. Tiến hành theo dõi và ghi chép các thông tin như mẫu vải có bắt cháy hay không, mẫu vải có lập tức tự dập cháy hay không, thời gian duy trì sự cháy (từ lúc bỏ ngọn lửa môi đến lúc ngọn lửa trên mẫu tắt, không tính thời gian tàn cháy), và thời gian tàn cháy.



Hình 2.3: *Thiết bị phân tích độ bền cháy mẫu treo phương dọc Yasuda – No.440*

Phân tích chỉ số oxy giới hạn (Limited Oxygen Index – LOI) của các mẫu vật liệu vải sợi được thực hiện trên thiết bị phân tích chỉ số oxy giới hạn (Trung tâm Nghiên cứu Vật liệu Polyme và Compozit, Đại học Bách Khoa Hà Nội) theo tiêu chuẩn ISO 4589:2017 và tiêu chuẩn ASTM

D2863:2019 [65] về Phương pháp xác định đặc trưng cháy của vật liệu thông qua chỉ số oxy giới hạn. Phương pháp này sử dụng ngọn lửa môi khí methane 98%, cao 25mm, mẫu 80×10 mm và tăng dần tỷ lệ oxy từ 10% lên theo từng bước 0,1%. Chỉ số oxy giới hạn (LOI) là hàm lượng oxy tối thiểu trong một hỗn hợp chảy của nitơ và oxy cần thiết để có thể làm mẫu vải cotton cháy.

Phân tích tính chất bền kéo của sợi cotton chưa xử lý và sau xử lý được xác định một cách tương đối thông qua phương pháp tải trọng tĩnh. Cụ thể, sợi cotton có chiều dài 1m (thu từ quá trình gia công ngâm tẩm tương tự mẫu vải tương ứng) sẽ được buộc một đầu vào thành ngang, và buộc một đầu vào quả nặng khối lượng xác định đang nằm trên mặt đất. Sau đó, nhấc chậm thanh ngang lên và cố định tại chiều cao khoảng 1,1m sao cho quả nặng rời khỏi mặt đất. Quan sát trong khoảng 10 phút xem sợi chỉ có bị đứt không. Nếu sợi chỉ bị đứt, thực hiện lặp lại với khối lượng quả nặng thấp hơn. Nếu sợi chỉ không đứt, thực hiện lặp lại với khối lượng quả nặng cao hơn. Thí nghiệm được tiến hành lặp lại cho đến khi thu được kết quả mang tính đại diện cho mẫu sợi cotton cần thử nghiệm

2.2.6. Phương pháp xử lý số liệu

Các thử nghiệm trong khuôn khổ luận văn này thông thường được thực hiện lặp lại tối thiểu năm lần nhằm hạn chế sự ảnh hưởng của các sai số và điều kiện bất thường lên kết quả nghiên cứu. Trong mỗi nhóm thử nghiệm, các kết quả sẽ được lấy giá trị trung bình, với độ tin cậy thống kê trên 95%.

CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. KHẢO SÁT ẢNH HƯỞNG CỦA CÁC ĐIỀU KIỆN NGÂM TẮM LÊN TÍNH CHẤT CỦA VẢI SỢI COTTON CHỐNG CHÁY

3.1.1. Khảo sát với hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện gia công lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Các thông số được bôi đậm là điều kiện gia công ban đầu được lựa chọn cho khảo sát.

Trong mỗi khảo sát cụ thể, sẽ chỉ có một bộ thông số tương ứng được thay đổi, còn tất cả các thông số khác sẽ được giữ nguyên. Sau mỗi khảo sát, từng thông số sẽ được điều chỉnh thay đổi theo kết quả phù hợp nhất thu được. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong phần **Phụ lục** của luận văn này.

***Bảng 3.1:** Các thông số khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện gia công bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý*

<i>Dung dịch ngâm tẩm</i>	
Phụ gia Pyrovatex CP (g)	380 (CP38) – 390 (CP39) – 400 (CP40) – 410 (CP41) – 420 (CP42)
Phụ gia Fixapret CPN (g)	41 (CPN41) – 43 (CPN43) – 45 (CPN45) – 47 (CPN47) – 49 (CPN49)
Phụ gia JFC (g)	1,0 (JFC10) – 1,5 (JFC15) – 2,0 (JFC20) – 2,5 (JFC25) – 3,0 (JFC30)
Nước cất (mL)	600 (N06) – 800 (N08) – 1.000 (N10) – 1.200 (N12) – 1.400 (N14)
pH	3,0 (DPH30) – 3,5 (DPH35) – 4,0 (DPH40) – 4,5

	(DPH45) – 5,0 (DPH50)
<i>Điều kiện ngâm tằm</i>	
Thời gian ngâm tằm (giờ)	30 (03) – 60 (06) – 90 (09) – 120 (12) – 150 (15)
Điều kiện ép	Không ép (KE) – Có ép (CE)
Nhiệt độ ngâm tằm (°C)	30 (nhiệt độ phòng, ND30) – 40 (ND40) – 50 (ND50) – 60 (ND60)
Khối lượng thấm ướt (% khối lượng sợi ban đầu)	45 (KL45) – 60 (KL60) – 75 (KL75) – 90 (KL90)
<i>Điều kiện sấy và rửa</i>	
Nhiệt độ sấy sơ bộ (°C)	90 (SB09) – 100 (SB10) – 110 (SB11) – 120 (SB12) – 130 (SB13)
Nhiệt độ sấy phản ứng (°C)	150 – 170 – 190 – 210
Thời gian sấy phản ứng (phút)	3 – 4 – 5 – 6 – 7
pH dung dịch NaOH rửa	8 (R08) – 9 (R09) – 10 (R10)

3.1.1.1. Ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia chung trong dung dịch

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng các loại phụ gia chống cháy lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Yếu tố được thay đổi là thể tích nước cất,

kéo theo đó là lượng H_3PO_4 sử dụng trong mỗi thử nghiệm. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 1 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả thử nghiệm cho thấy việc thay đổi hàm lượng các loại phụ gia chống cháy thông qua thay đổi thể tích nước pha loãng đã tạo thành ảnh hưởng đáng kể lên cả tính chất cơ lý và tính chất chống cháy của sợi vải. Cụ thể, khi hàm lượng các loại phụ gia chống cháy trong dung dịch ngâm tẩm quá thấp, điển hình là trong mẫu N14, thì vật liệu vải thu được vẫn có khả năng bắt cháy và cháy hoàn toàn, mặc dù tốc độ lan truyền ngọn lửa trên bề mặt vải giảm xuống thấp hơn rất nhiều so với mẫu vải cotton chưa qua xử lý. Đến mẫu N12, vật liệu vải sau khi xử lý bằng phụ gia chống cháy đã thu được khả năng tự dập cháy với tốc độ lan truyền ngọn lửa rất chậm, tuy nhiên vẫn cần tương đối nhiều thời gian để tàn lửa cháy lan trên mẫu vải có thể tự dập tắt.

Khi lượng nước sử dụng để pha loãng hỗn hợp phụ gia chống cháy tiếp tục giảm xuống, bắt đầu từ mẫu N10, thì vật liệu vải sau khi xử lý bằng phụ gia chống cháy đã thu được tính chất không bắt cháy, và hoàn toàn không tồn tại tàn lửa cháy lan trên bề mặt mẫu vải sau khi ngừng tác động của nguồn môi lửa bên ngoài. Mặc dù vậy, trên bề mặt mẫu vải vẫn tồn tại khoảng than hóa nhất định, tương ứng với khu vực vật liệu vải bị phân hủy nhiệt mạnh dưới tác dụng của nhiệt độ từ ngọn lửa môi. Hai mẫu N10 và mẫu N08 cho chiều dài than hóa tương đương nhau, trong khi mẫu N06 cho chiều dài than hóa ngắn hơn hẳn. Tuy nhiên, cùng với đó, tính chất cơ lý của mẫu sợi N06 cũng chịu ảnh hưởng đáng kể, thấp hơn rất nhiều so với những mẫu sợi đã qua xử lý khác.

Sự thay đổi về mặt tính chất chống cháy của các mẫu vải sợi cũng được kiểm chứng thông qua kết quả phân tích LOI tương ứng. Những kết quả trên có thể được giải thích là do khi nồng độ các phụ gia chống cháy trong dung dịch ngâm tẩm quá thấp thì sẽ kéo theo hàm lượng các phụ gia này lưu lại được trên cấu trúc sợi vải cũng giảm xuống, dẫn đến làm giảm hiệu quả tăng cường tính năng chống cháy. Mặc dù vậy, ngay tại ngưỡng hàm lượng thấp, thì phụ gia chống cháy vẫn thể hiện khả năng tăng cường tính chất chống

cháy đáng kể. Tuy nhiên, tại những ngưỡng hàm lượng phụ gia chống cháy cao, các mắt xích phụ gia chống cháy sẽ hình thành nên mạng lưới liên kết dày đặc giữa các đơn vị sợi cotton thứ cấp khiến cho toàn bộ cấu trúc sợi cotton trở nên cứng nhắc và kém linh hoạt hơn, giảm thiểu khả năng phân bố ứng suất kéo trên toàn bộ tiết diện ngang của sợi. Điều này dẫn đến tính chất cơ lý của sợi cotton chịu suy giảm.

Hai nguyên nhân khác đáng quan tâm có thể dẫn đến sự suy giảm tính chất bền kéo của sợi cotton là nhiệt độ sấy và môi trường axit. Như đã biết, sợi cotton có thành phần chủ yếu là cellulose, một hợp chất cao phân tử tự nhiên hình thành nên bởi các mắt xích β -D-glucose. Do vậy, sợi cotton có thể bị thủy phân trong môi trường axit đặc, hoặc trong môi trường axit loãng tại điều kiện nhiệt độ cao. Quá trình xử lý chống cháy cho sợi cotton bằng tổ hợp phụ gia Pyrovatex CP yêu cầu thực hiện trong môi trường pH thấp với xúc tác H_3PO_4 , tiếp theo cần trải qua quá trình sấy bay hơi nước và sấy phản ứng tại điều kiện nhiệt độ tương đối cao nên sẽ tạo thành ảnh hưởng nhất định lên tính chất bền kéo của sợi vải.

Dựa vào những kết quả thử nghiệm trên, tôi quyết định lựa chọn các điều kiện ngâm tẩm tương ứng với mẫu N10 cho những khảo sát tiếp theo.

3.1.1.2. Ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng các loại phụ gia chống cháy lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. So sánh với thử nghiệm trước đó, hàm lượng tương đối của phụ gia Fixapret CPN được cố định, trong khi hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP được thay đổi. Các điều kiện gia công khác bao gồm điều kiện ngâm tẩm và điều kiện sấy / rửa được giữ nguyên không thay đổi. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 2 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả thử nghiệm cho thấy việc thay đổi hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP trong khoảng khảo sát đã dẫn đến một số thay đổi nhất định về mặt tính chất cơ lý và tính chất chống cháy của sợi vải. Trong đó, khi tăng

hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP từ 400 g/L đến 420 g/L thì các tính chất của sợi vải hầu như không xuất hiện thay đổi đáng kể. Ngược lại, khi giảm hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP từ 400 g/L đến 380 g/L thì tính chất cơ lý của sợi vải có xu hướng được tăng cường, trong khi khả năng chống cháy của sợi vải lại thể hiện sự suy giảm đáng kể.

Cụ thể hơn, mẫu CP39 vẫn xuất hiện tàn cháy sau khi ngừng tác dụng ngọn lửa môi, mặc dù tàn cháy này chỉ tồn tại trong khoảng thời gian rất ngắn trước khi tự dập tắt, tương ứng với khoảng lan truyền ngọn lửa rất nhỏ trên bề mặt vải. Đến mẫu CP38, thời gian tồn tại của tàn cháy kéo dài hơn, hình thành nên khoảng than hóa riêng trên cấu trúc mẫu vải bên cạnh khoảng than hóa ban đầu gây ra bởi ngọn lửa môi. Điều này có thể giải thích là do phụ gia Pyrovatex CP là phụ gia chống cháy chính của tổ hợp phụ gia chống cháy, do vậy khi thay đổi hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP trong dung dịch ngâm tẩm sẽ dẫn đến sự thay đổi thành phần mắt xích Pyrovatex CP trong hợp chất cellulose - Pyrovatex CP - Fixapret CPN, dẫn đến sự thay đổi về tính chất chống cháy của sợi.

Khi hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP giảm xuống, hiển nhiên thành phần có khả năng chống cháy trong cấu trúc sợi sau xử lý cũng giảm xuống, dẫn đến tính chất chống cháy của sợi giảm xuống. Tuy nhiên, khi hàm lượng phụ gia Pyrovatex CP tăng lên lại không xuất hiện sự tăng tương ứng, điều này có thể giải thích là do giới hạn thấm ướt của sợi vải đối với dung dịch ngâm tẩm gây ra bởi sự thay đổi về mật độ nhót (dung dịch có thành phần phụ gia chống cháy cao thể hiện độ nhót cao hơn), hoặc do giới hạn phản ứng giữa cellulose và các thành phần phụ gia tại điều kiện xử lý ngâm tẩm và sấy.

Dựa vào những kết quả thử nghiệm trên, tôi quyết định tạm thời lựa chọn các điều kiện ngâm tẩm tương ứng với mẫu CP39 cho những khảo sát tiếp theo, do mẫu này thể hiện tính chất cơ lý tốt hơn trong khi tính chất chống cháy lại không thấp hơn đáng kể so với mẫu CP40.

3.1.1.3. Ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia Fixapret CPN

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia Fixapret CPN lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. So sánh với thử nghiệm trước đó, hàm lượng tương đối của phụ gia Pyrovatex CP được cố định, trong khi hàm lượng phụ gia Fixapret CPN được thay đổi. Các điều kiện gia công khác bao gồm điều kiện ngâm tẩm và điều kiện sấy / rửa được giữ nguyên không thay đổi. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 3 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, khi tăng hàm lượng phụ gia Fixapret CPN thì nhìn chung tính chất chống cháy của sợi vải được cải thiện nhất định, trong khi tính chất cơ lý của sợi vải lại giảm xuống. Điều này có thể giải thích là do phụ gia Fixapret CPN có thể phản ứng với cả sợi cellulose và phụ gia Pyrovatex CP, do vậy có tác dụng tăng cường liên kết giữa phụ gia Pyrovatex CP và sợi cellulose, từ đó giúp tăng cường khả năng chống cháy của sợi. Đồng thời, bản thân phụ gia Fixapret CPN cũng bao hàm tính chất chống cháy nhất định.

Tuy nhiên, điều này cũng có nghĩa khi tăng hàm lượng phụ gia Fixapret CPN thì mật độ liên kết giữa các cấu trúc sợi vi mô cũng tăng lên, khiến cho toàn bộ cấu trúc sợi trở nên cứng nhắc hơn, hạn chế khả năng truyền lực giữa các đoạn vi sợi cũng như khả năng giãn dài của các đoạn vi sợi, khiến cho tính chất cơ lý của sợi cellulose sau xử lý chịu ảnh hưởng nhất định.

Dựa vào những kết quả thử nghiệm trên, tôi quyết định lựa chọn các điều kiện ngâm tẩm tương ứng với mẫu CPN47 cho những khảo sát tiếp theo.

3.1.1.4. Ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia JFC

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia JFC lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. So sánh với thử nghiệm trước đó, hàm lượng tương đối của tổ hợp phụ gia Pyrovatex CP và Fixapret CPN được cố định, trong khi hàm lượng phụ gia JFC được thay đổi. Các điều kiện gia công khác bao gồm

điều kiện ngâm tẩm và điều kiện sấy / rửa được giữ nguyên không thay đổi. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 4 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, phụ gia JFC có tác dụng tăng cường khả năng thấm ướt của dung dịch ngâm tẩm vào sợi vải, từ đó ảnh hưởng đến hiệu quả tăng cường tính chất chống cháy cho sợi vải của dung dịch ngâm tẩm. Cụ thể, khi hàm lượng phụ gia JFC giảm xuống dưới 2,0 g/L thì tính chất chống cháy của sản phẩm sợi vải sau xử lý có xu hướng hạ thấp, tuy nhiên khi hàm lượng phụ gia JFC tăng lên trên 2,0 g/L thì tính chất của sản phẩm sợi vải sau xử lý lại không xuất hiện thay đổi đáng kể. Điều này có thể giải thích là do hàm lượng phụ gia JFC đạt 2,0 g/L đã phù hợp với điều kiện hàm lượng chất tan và độ nhớt của dung dịch ngâm tẩm, việc tăng hàm lượng phụ gia JFC vượt quá ngưỡng này sẽ không tiếp tục giúp cải thiện đáng kể khả năng thấm ướt của dung dịch ngâm tẩm vào cấu trúc sợi vải nữa.

Dựa vào những kết quả thử nghiệm trên, tôi quyết định lựa chọn các điều kiện ngâm tẩm tương ứng với mẫu JFC20 cho những khảo sát tiếp theo.

3.1.1.5. Ảnh hưởng của độ pH dung dịch ngâm tẩm

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của độ pH dung dịch ngâm tẩm lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. So sánh với thử nghiệm trước đó, hàm lượng tương đối của các phụ gia được cố định, trong khi độ pH của dung dịch ngâm tẩm được thay đổi. Các điều kiện gia công khác bao gồm điều kiện ngâm tẩm và điều kiện sấy / rửa được giữ nguyên không thay đổi. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 5 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, môi trường pH của dung dịch ngâm tẩm có ảnh hưởng nhất định đến tính chất của sợi vải sau xử lý, đặc biệt là tính chất cơ lý. Cụ thể, khi độ pH của dung dịch ngâm tẩm lớn hơn 4 nhưng vẫn duy trì môi trường axit, thì tính chất chống cháy của sợi vải sau xử lý chỉ chịu suy giảm không đáng kể, thể hiện qua việc giảm chỉ số LOI và tàn cháy

không lập tức bị dập tắt sau khi ngừng tác dụng ngọn lửa mồi. Tuy nhiên, đồng thời thì tính chất cơ lý của sợi vải cũng xuất hiện sự cải thiện nhất định.

Ngược lại, khi độ pH của dung dịch ngâm tằm thấp hơn 4 thì tính chất chống cháy của sợi vải không được cải thiện, nhưng tính chất cơ lý của sợi vải lại nhanh chóng suy giảm. Điều này cho thấy phản ứng giữa sợi cellulose và phụ gia chống cháy được xúc tác tương đương trong khoảng pH = 3 ~ 4, tuy nhiên tại điều kiện độ pH và điều kiện nhiệt độ sấy tương đối cao thì sợi cellulose có khả năng bị phân hủy một phần, dẫn đến tính chất cơ lý chịu suy giảm. Nói cách khác, tính chất cơ lý của sợi cellulose sau xử lý bằng các tổ hợp phụ gia chống cháy phụ thuộc tương đối mạnh vào điều kiện môi trường pH của dung dịch ngâm tằm. Điều này cũng phần nào giải thích vì sao giá trị tải trọng treo tương đối của mẫu sợi trong những thử nghiệm trước đó thường chỉ dao động trong khoảng hẹp và dường như tồn tại ngưỡng giá trị cao nhất thấp hơn giá trị tải trọng treo tương đối của sợi cotton nguyên bản, dù cho tính chất chống cháy của các mẫu sợi xuất hiện thay đổi đáng kể.

Dựa vào những kết quả trên, tôi quyết định lựa chọn điều kiện độ pH của dung dịch ngâm tằm = 4,0 cho những thử nghiệm tiếp theo.

3.1.1.6. Ảnh hưởng của nhiệt độ dung dịch ngâm tằm

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ ngâm tằm lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Các thông số dung dịch ngâm tằm và điều kiện ngâm tằm khác được giữ cố định, trong khi thông số nhiệt độ ngâm tằm được thay đổi. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 6 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả thử nghiệm cho thấy, với các điều kiện như đã định sẵn, yếu tố nhiệt độ ngâm tằm không tạo thành ảnh hưởng đáng kể lên tính chất cơ lý và tính chất chống cháy của các mẫu sợi vải sau xử lý.

Dựa vào những lý do trên, nhiệt độ ngâm tằm trong quá trình xử lý chống cháy cho sợi cellulose bằng các tổ hợp phụ gia chống cháy chứa thành

phần phụ gia Pyrovatex CP được xác định là khoảng 30°C, tương đương với nhiệt độ môi trường phòng gia công.

3.1.1.7. Ảnh hưởng của điều kiện và thời gian ép thấm ướt

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của điều kiện và thời gian ép thấm ướt lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Các thông số dung dịch ngâm tẩm và điều kiện ngâm tẩm khác được giữ cố định, trong khi thông số điều kiện và thời gian ép thấm ướt được thay đổi. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 7** và **Bảng 8 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả thử nghiệm cho thấy, thời gian ngâm tẩm có ảnh hưởng nhất định đến tính chất chống cháy của sợi vải thu được. Điều này có thể giải thích là do bản thân dung dịch ngâm tẩm cần có thời gian để thấm ướt hoàn toàn vào cấu trúc sợi cotton, từ đó cho phụ gia chống cháy phân tán một cách đồng đều vào cấu trúc sợi, giúp phản ứng giữa phụ gia chống cháy và mạch cellulose đạt hiệu quả chuyển hóa tốt nhất.

Đồng thời, cũng có thể nhận thấy rằng, việc tác động một lực ép nhẹ trong quá trình ngâm tẩm có thể rút ngắn đáng kể thời gian cần thiết để dung dịch ngâm tẩm thấm ướt hiệu quả vào cấu trúc sợi. Điều này có thể giải thích là do hành động ép này đã giúp nhanh chóng loại bỏ trở lực thấm ướt ban đầu trên bề mặt sợi vải, giúp dung dịch ngâm tẩm có thể nhanh chóng thâm nhập vào sâu hơn cấu trúc sợi vải, từ đó giúp rút ngắn đáng kể thời gian ngâm tẩm cần thiết.

Dựa vào những kết quả trên, tôi quyết định lựa chọn điều kiện gia công có ép với thời gian ngâm tẩm khoảng 30 giây cho những thử nghiệm tiếp theo. Bên cạnh đó, điều kiện gia công không ép với thời gian ngâm tẩm khoảng 2 phút cũng có thể được cân nhắc tùy thuộc tình hình trang thiết bị thực tế.

3.1.1.8. Ảnh hưởng của khối lượng thấm ướt

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của khối lượng thấm ướt lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Các thông số dung dịch ngâm tằm và điều kiện ngâm tằm khác được giữ cố định, trong khi thông số khối lượng thấm ướt được thay đổi thông qua thay đổi lực ép tác dụng lên sợi vải sau quá trình ngâm tằm. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 9 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả khảo sát cho thấy, đến ngưỡng 75% khối lượng sợi ban đầu, việc thay đổi khối lượng thấm ướt có ảnh hưởng mạnh tới tính chất chống cháy của sợi sau xử lý. Điều này là tương đối dễ hiểu, vì khối lượng thấm ướt quyết định lượng phụ gia chống cháy phân tán trong cấu trúc sợi vải, do vậy quyết định hiệu quả cải thiện tính năng chống cháy thu được từ phản ứng giữa phụ gia chống cháy và sợi vải. Tuy nhiên, với loại sợi cotton đang sử dụng, khối lượng thấm ướt khoảng 75% khối lượng sợi ban đầu có vẻ đã là giới hạn thấm ướt cao nhất. Vượt qua khoảng giá trị này, trong quá trình sấy sơ bộ, một bộ phận dung dịch ngâm tằm sẽ bị thấm ra khỏi sợi rồi chảy xuống dưới, hoặc duy trì tại khu vực giữa hai sợi dưới tác dụng của sức căng bề mặt, hình thành nên cấu trúc rắn liên kết giữa các sợi vải sau khi hoàn tất sấy phản ứng, gây trở ngại nhất định cho quá trình xử lý sợi sau này.

Vì những lý do trên, tôi quyết định lựa chọn giá trị khối lượng thấm ướt là 75% khối lượng sợi ban đầu cho những thử nghiệm tiếp theo.

3.1.1.9. Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy sơ bộ

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ sấy sơ bộ lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Yếu tố được thay đổi là nhiệt độ sấy sơ bộ, và các điều kiện xử lý khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 10 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả thử cho thấy việc thay đổi nhiệt độ sấy sơ bộ về cơ bản không tạo thành ảnh hưởng đáng kể lên các tính chất của sợi vải sau xử lý, và chỉ

ảnh hưởng đến khoảng thời gian tương đối để sợi vải sau ngâm tẩm bay hơi gần hết nước đến ngưỡng khô tương đối phù hợp. Cụ thể, khi tăng nhiệt độ sấy sơ bộ thì thời gian sấy sơ bộ được rút ngắn, từ khoảng 5 – 7 phút đối với mẫu sấy tại 90°C xuống còn khoảng 3 – 5 phút đối với mẫu sấy tại 130°C.

Tuy nhiên, đáng chú ý là mẫu SB13 xuất hiện dấu hiệu suy giảm tính chất bền kéo bất thường so với mẫu SB12. Điều này có thể giải thích là do nhiệt độ sấy sơ bộ quá cao có thể đã tạo thành ảnh hưởng nhất định lên tính chất bền kéo của mẫu, mặc dù ảnh hưởng này là không quá đáng kể.

Dựa vào những kết quả thử nghiệm trên, tôi quyết định lựa chọn các điều kiện nhiệt độ sấy sơ bộ là 120°C cho những khảo sát tiếp theo.

3.1.1.10. Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Hai yếu tố thử nghiệm được lần lượt thay đổi nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng, còn các điều kiện thử nghiệm khác được giữ nguyên. Do việc kiểm soát nhiệt độ tủ sấy tại ngưỡng nhiệt độ cao trong khoảng thời gian ngắn sau mở tủ sấy là thiếu khả thi, nên bước thay đổi nhiệt độ sấy phản ứng được lựa chọn là 20°C. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 11 - Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả thử nghiệm cho thấy việc thay đổi nhiệt độ sấy phản ứng có ảnh hưởng đến thời gian sấy phản ứng cần thiết, cũng như các tính chất của sợi cotton sau xử lý. Cụ thể, tại điều kiện sấy phản ứng 150°C, có thể thấy phản ứng giữa các phụ gia chống cháy và cấu trúc cellulose chưa xảy ra hoàn toàn, dẫn đến một bộ phận phụ gia chống cháy bị rửa trôi trong bước rửa sợi tiếp theo, khiến cho tính chất chống cháy của sợi chịu suy giảm đáng kể.

Đồng thời, điều kiện sấy phản ứng kéo dài có thể khiến tính chất cơ lý của sợi chịu suy giảm đáng kể, đặc biệt là với các mẫu sấy phản ứng tại điều kiện nhiệt độ 210°C. Điều này có thể giải thích là do tại điều kiện nhiệt độ sấy phản ứng quá cao, cấu trúc sợi vải đã bị phân hủy dưới tác dụng của nhiệt độ và môi trường axit. Chỉ số LOI của những mẫu sợi này cũng chịu ảnh hưởng

đáng kể, tuy nhiên điều này không ảnh hưởng đến khả năng chống cháy của sợi. Điều này có thể giải thích là do quá trình phân hủy của sợi khi sấy phản ứng là tương đương với giai đoạn phân hủy đầu tiên của sợi khi tiếp xúc với ngọn lửa, do vậy khiến cho sợi dễ bắt cháy hơn nhưng lại không ảnh hưởng đáng kể lên khả năng tự dập cháy của sợi, tuy nhiên lại khiến cho chiều dài than hóa của mẫu vải tăng lên.

Dựa trên cơ sở cân nhắc sự cân bằng giữa các yếu tố như năng lượng tiêu thụ, tính chất chống cháy và tính chất cơ lý của sợi, tôi quyết định lựa chọn điều kiện nhiệt độ sấy phản ứng là khoảng 170°C và điều kiện thời gian sấy phản ứng là 5 phút cho những khảo sát tiếp theo.

3.1.1.11. Ảnh hưởng của độ pH dung dịch NaOH rửa

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của độ pH dung dịch NaOH rửa lên tính chất của sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.1**. Các điều kiện thử nghiệm khác được giữ cố định, trong khi độ pH dung dịch NaOH được thay đổi trong khoảng khảo sát. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 12 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, nhìn chung độ pH dung dịch NaOH rửa không ảnh hưởng đến tính chất của sợi cotton sau xử lý bằng tổ hợp phụ gia chống cháy. Điều này có thể giải thích là do mục đích chính của việc rửa sợi bằng NaOH sau sấy phản ứng là nhằm loại bỏ thành phần H_3PO_4 còn tồn dư trong cấu trúc sợi vải, do vậy dù cho việc rửa này là chưa đủ hoàn toàn thì cũng không tạo thành ảnh hưởng đến tính chất của sợi vải – ít nhất là trong ngắn hạn với các thông số được thử nghiệm. Cân nhắc đến vấn đề tiêu tốn của NaOH trong quá trình xử lý số lượng lớn, tôi quyết định lựa chọn độ pH dung dịch NaOH rửa = 10 trong những khảo sát tiếp theo.

Trên cơ sở những kết quả khảo sát đã thu được, một hệ thống các điều kiện gia công ngâm tẩm đối với hệ vải sợi cotton chống cháy xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP cũng đã được xác định, như trình bày trên **Bảng 3.2** dưới đây.

Bảng 3.2: Các điều kiện gia công vải sợi cotton chống cháy bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP

<i>Dung dịch ngâm tẩm</i>	
Phụ gia Pyrovatex CP (g)	390
Phụ gia Fixapret CPN (g)	47
Phụ gia JFC (g)	2,0
Nước cất (mL)	1.000
pH	4
<i>Điều kiện ngâm tẩm</i>	
Thời gian ngâm tẩm (giờ)	30
Điều kiện ép	Có ép
Nhiệt độ ngâm tẩm (°C)	30

	<i>(nhiệt độ phòng)</i>
Khối lượng thấm ướt (% khối lượng sợi ban đầu)	75
<i>Điều kiện sấy và rửa</i>	
Nhiệt độ sấy sơ bộ (°C)	120
Nhiệt độ sấy phản ứng (°C)	170
Thời gian sấy phản ứng (phút)	5
pH dung dịch NaOH rửa	10

3.1.2. Khảo sát với hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện gia công lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Các thông số được bôi đậm là điều kiện gia công ban đầu được lựa chọn cho khảo sát.

Trong mỗi khảo sát cụ thể, sẽ chỉ có một bộ thông số tương ứng được thay đổi, còn tất cả các thông số khác sẽ được giữ nguyên. Sau mỗi khảo sát, từng thông số sẽ được điều chỉnh thay đổi theo kết quả phù hợp nhất đã thu được. Kết quả thử nghiệm cụ thể đã được trình bày trong phần **Phụ lục** của luận văn này.

Bảng 3.3: *Các thông số khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện gia công bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý*

<i>Dung dịch ngâm tằm</i>	
Vỏ thanh long khô ban đầu (g/L)	900 (VTL09) – 1.000 (VTL10) – 1.100 (VTL11) – 1.200 (VTL12) – 1.300 (VTL13)
Phụ gia JFC (g/L)	1,0 (JFC10) – 1,5 (JFC15) – 2,0 (JFC20) – 2,5 (JFC25) – 3,0 (JFC30)
Khoáng bentonite (g/L)	0 (BTN00) – 5 (BTN05) – 10 (BTN10) – 15 (BTN15) – 20 (BTN20)
Axit citric (g/L)	70 (AC07) – 80 (AC08) – 90 (AC09) – 100 (AC10) – 110 (AC11)
Natri hypophosphit (g/L)	0 (NHP00) – 5 (NHP05) – 10 (NHP10) – 15 (NHP15) – 20 (NHP20)
<i>Điều kiện ngâm tằm</i>	
Thời gian ngâm tằm (phút)	15 – 30 – 45 – 60 – 75
Nhiệt độ ngâm tằm (°C)	60 – 70 – 80 – 90
Khối lượng thấm ướt (% khối lượng sợi ban đầu)	45 (KL45) – 60 (KL60) – 75 (KL75) – 90 (KL90)
<i>Điều kiện sấy</i>	
Nhiệt độ sấy sơ bộ (°C)	100 - 120
Nhiệt độ sấy phản ứng (°C)	130 - 140
Thời gian sấy phản ứng	4 - 7 – 10 -13 - 16

(phút)	
--------	--

3.1.2.1. Ảnh hưởng của tỷ lệ vỏ thanh long khô chiết tạo dung dịch ngâm tằm

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ vỏ thanh long khô chiết tạo dung dịch ngâm tằm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Yếu tố được thay đổi là khối lượng vỏ thanh long khô ban đầu dùng để chiết ra được 1.000 mL dung dịch dùng cho ngâm tằm, còn các thông số khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 13** và **Bảng 14 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, việc ngâm tằm dịch chiết từ vỏ thanh long khô có khả năng tạo thành cải thiện nhất định lên tính chất chống cháy của vải sợi cotton. Điều này có thể giải thích là do, trong dịch chiết từ vỏ thanh long khô chứa nhiều thành phần hợp chất hoá học với cấu trúc vòng thơm, cũng như cấu trúc dị vòng giàu nitơ và phospho, mà quan trọng nhất là các hợp chất thuộc nhóm betalain và các hợp chất phenolic [66]. Bên cạnh đó, một số hợp chất này cũng mang cấu trúc vòng glucose tương tự như các mắt xích của cellulose và nhiều nhóm chức tự do, bởi vậy có thể tạo thành tương tác bền với phân tử cellulose, từ đó lưu lại trong cấu trúc sợi vải cotton và giúp tăng cường khả năng chống cháy cho sợi vải.

Ngoài ra, kết quả nghiên cứu cũng xác định được tồn tại sự phụ thuộc nhất định giữa tính chất chống cháy của sợi vải sau xử lý và hàm lượng vỏ thanh long khô ban đầu. Cụ thể, khi tăng hàm lượng vỏ thanh long khô ban đầu thì khả năng chống cháy của sản phẩm sợi vải thu được cũng sẽ tăng lên, tuy nhiên sự tăng này chỉ tăng đến một giới hạn hàm lượng bột vỏ khô ban đầu nhất định. Điều này có thể giải thích là do khi hàm lượng vỏ thanh long khô ban đầu tăng lên thì thành phần hoạt tính có trong dung dịch chiết cũng sẽ tăng lên, lượng thành phần hoạt tính thấm ướt vào cấu trúc sợi vải cũng sẽ tăng lên, dẫn đến sự gia tăng tính chất chống cháy. Tuy nhiên, nếu hàm lượng

thành phần hoạt tính quá cao vượt qua giới hạn thấm ướt và giới hạn hấp thụ của sợi vải, thì hiệu quả cải thiện này sẽ không còn rõ rệt nữa.

Dựa vào những kết quả thu được, tôi quyết định lựa chọn hàm lượng vỏ thanh long khô ban đầu là 1.000g/L cho những thử nghiệm tiếp theo.

Tuy nhiên, một vấn đề được đặt ra là tính chất chống cháy của các mẫu vải sợi cotton xử lý bằng dịch chiết từ vỏ thanh long khô đều không bền, và xuất hiện sự suy giảm đáng kể sau chỉ khoảng năm lượt giặt rửa. Điều này có thể giải thích là do phần lớn các thành phần hợp chất mang tính chống cháy của dịch chiết từ vỏ thanh long khô đều dễ dàng hoà tan trong nước và chỉ tồn tại tương tác vật lý tương đối yếu với sợi cotton, bởi vậy dễ dàng bị rửa trôi khi giặt rửa. Điều này đặt ra yêu cầu cần có giải pháp phù hợp nhằm tăng cường khả năng liên kết giữa sợi vải cotton và các thành phần hợp chất có trong dịch chiết từ vỏ thanh long khô.

3.1.2.2. Ảnh hưởng của hàm lượng natri hypophosphite

Trong nghiên cứu này, axit citric được bổ sung vì hai lý do chính, bao gồm: (1) nhằm tạo môi trường axit nhẹ thuận lợi hơn cho quá trình chiết các hợp chất từ vỏ thanh long khô, và (2) axit citric là một hợp chất đa chức chứa một gốc hydroxyl và ba gốc cacboxylic tự do, bởi vậy có thể tham gia phản ứng hoá học với cellulose, cũng như nhiều hợp chất chứa nhóm chức tự do phù hợp khác. Trên cơ sở đó, natri hypophosphit được lựa chọn bổ sung vào dung dịch ngâm tẩm nhằm tạo điều kiện cho các phản ứng liên quan đến axit citric và cellulose có thể diễn ra hiệu quả hơn, cũng như bổ sung thêm nguyên tố phospho vào cấu trúc sợi vải cotton.

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng natri hypophosphite lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Yếu tố được thay đổi là hàm lượng natri hypophosphit, còn các thông số khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 15** và **Bảng 16 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, việc bổ sung natri hypophosphit đã giúp phần nào cải thiện khả năng chống cháy cho vải sợi cotton, và giúp cải thiện

đáng kể khả năng bền giặt rửa của vải sợi cotton chống cháy. Cụ thể, sau năm lượt giặt rửa, vải sợi cotton chống cháy xử lý bằng dịch chiết từ vỏ thanh long khô có bổ sung natri hypophosphit không xuất hiện sự suy giảm đáng kể, chứng minh các thành phần hợp chất chống cháy đã hình thành liên kết bền hơn với nền sợi cellulose. Tuy nhiên, khi sử dụng quá nhiều natri hypophosphit thì hiệu quả cải thiện không tiếp tục gia tăng đáng kể, nhưng tính chất bền kéo của sợi cotton lại chịu ảnh hưởng nhất định.

Dựa vào những kết quả thu được, tôi quyết định lựa chọn hàm lượng natri hypophosphit là 10g/L cho những thử nghiệm tiếp theo.

3.1.2.3. Ảnh hưởng của hàm lượng axit citric

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng axit citric lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Yếu tố được thay đổi là hàm lượng axit citric, còn các thông số khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 17 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, hàm lượng axit citric tạo thành ảnh hưởng nhất định lên tính chất chống cháy, cũng như tính chất bền giặt rửa của vải sợi cotton sau xử lý chống cháy. Hiện tượng trên có thể giải thích là do: (1) sự thay đổi hàm lượng axit citric có thể dẫn tới ảnh hưởng lên điều kiện chiết vỏ thanh long khô, từ đó ảnh hưởng đến hiệu quả chiết vỏ thanh long khô, và (2) hàm lượng axit citric có thể ảnh hưởng đến hiệu quả hình thành liên kết hoá học giữa các hợp chất trong dịch chiết vỏ thanh long khô và sợi cellulose.

Dựa vào những kết quả thu được, tôi quyết định lựa chọn hàm lượng axit citric là 80 g/L cho những thử nghiệm tiếp theo.

3.1.2.4. Ảnh hưởng của hàm lượng bentonite

Trong nghiên cứu này, khoáng bentonite được bổ sung với vai trò một lớp bảo vệ bề mặt, giúp tăng cường thêm tính chất chống cháy cho vải sợi cotton. Vải sợi cotton được xử lý bằng dịch chiết từ vỏ thanh long khô bổ

sung axit citric và natri hypophosphite có mang nhiều nhóm chức tự do khác nhau trên bề mặt, bởi vậy dễ dàng hình thành liên kết với các tấm bentonite kích thước nano. Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng bentonite lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Yếu tố được thay đổi là hàm lượng bentonite, còn các thông số khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 18 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, việc bổ sung khoáng bentonite có thể tạo thành sự cải thiện đáng kể lên tính chất chống cháy của vải sợi cotton. Điều này có thể giải thích là do bentonite đã bám trên bề mặt sợi cotton, tạo thành một lớp bảo vệ không cháy giúp hạn chế sự cháy cho sợi vải cotton. Khi hàm lượng khoáng bentonite đưa vào càng cao, thì hiệu quả cải thiện tính chất chống cháy càng tốt. Tuy nhiên, khi hàm lượng khoáng bentonite vượt quá 10g/L thì trong dịch chiết cô đặc xuất hiện cặn bentonite lắng do không thể hoàn toàn phân tán hết dưới dạng huyền phù, đồng thời vải sợi cotton chống cháy thu được bị cứng hơn đáng kể.

Bởi vậy, tôi quyết định lựa chọn hàm lượng bentonite là 10g/L cho những thử nghiệm tiếp theo.

3.1.2.5. Ảnh hưởng của hàm lượng JFC

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia JFC lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Yếu tố được thay đổi là hàm lượng JFC, còn các thông số khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 19 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, phụ gia JFC có tác dụng tăng cường khả năng thấm ướt của dung dịch ngâm tẩm vào sợi vải, từ đó ảnh hưởng đến hiệu quả tăng cường tính chất chống cháy cho sợi vải của dung dịch ngâm tẩm. Cụ thể, khi hàm lượng phụ gia JFC giảm xuống dưới 2,5g/L thì tính chất chống cháy của sản phẩm sợi vải sau xử lý có xu hướng hạ thấp, tuy nhiên khi hàm lượng phụ gia JFC tăng lên trên 2,5g/L thì tính chất của sản phẩm sợi vải sau

xử lý lại không xuất hiện thay đổi đáng kể. Điều này có thể giải thích là do hàm lượng phụ gia JFC đạt 2,5 g/L đã phù hợp với điều kiện hàm lượng chất tan và độ nhớt của dung dịch ngâm tẩm, việc tăng hàm lượng phụ gia JFC vượt quá ngưỡng này sẽ không tiếp tục giúp cải thiện đáng kể khả năng thấm ướt của dung dịch ngâm tẩm vào cấu trúc sợi vải nữa.

Dựa vào những kết quả thử nghiệm trên, tôi quyết định lựa chọn hàm lượng phụ gia JFC là 2,5g/L cho những khảo sát tiếp theo.

3.1.2.6. Ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ ngâm tẩm

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ ngâm tẩm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Yếu tố được thay đổi là thời gian và nhiệt độ ngâm tẩm, còn các thông số khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 20 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả khảo sát cho thấy, khi tăng nhiệt độ hoặc thời gian ngâm tẩm thì hiệu quả tăng cường tính năng chống cháy của dịch chiết vỏ thanh long cũng tăng cao, do dịch chiết có thể thẩm thấu sâu hơn vào cấu trúc sợi vải, đồng thời một số thành phần hoạt tính trong dịch chiết cũng có cơ hội phản ứng tốt hơn với cấu trúc cellulose của sợi vải. Tuy nhiên, nếu thời gian xử lý quá dài, thì một bộ phận sợi vải có thể bị phân hủy nhiệt dẫn đến tính chất cơ lý của sợi vải chịu suy giảm nhất định.

Thông qua cân nhắc đến các yếu tố mức tiêu thụ năng lượng và hiệu quả xử lý, tôi quyết định lựa chọn điều kiện xử lý ngâm tẩm là ngâm tẩm tại nhiệt độ 80°C trong vòng 30 phút cho những thử nghiệm tiếp theo.

3.1.2.7. Ảnh hưởng của khối lượng thấm ướt

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của khối lượng thấm ướt lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện với các điều kiện cụ thể như trình bày trong **Bảng 3.3**. Yếu tố được thay đổi là khối lượng thấm ướt, còn các thông số khác được giữ cố định. Kết quả thử nghiệm cụ thể được trình bày trong **Bảng 21 – Phụ lục** của luận văn này.

Kết quả khảo sát cho thấy, đến ngưỡng 75% khối lượng sợi ban đầu, việc thay đổi khối lượng thấm ướt có ảnh hưởng mạnh tới tính chất chống cháy của sợi sau xử lý. Điều này là tương đối dễ hiểu, vì khối lượng thấm ướt quyết định lượng phụ gia chống cháy phân tán trong cấu trúc sợi vải, do vậy quyết định hiệu quả cải thiện tính năng chống cháy thu được từ phản ứng giữa phụ gia chống cháy và sợi vải. Tuy nhiên, với loại sợi cotton đang sử dụng, khối lượng thấm ướt khoảng 75% khối lượng sợi ban đầu có vẻ đã là giới hạn thấm ướt cao nhất. Vượt qua khoảng giá trị này, trong quá trình sấy sơ bộ, một bộ phận dung dịch ngâm tẩm sẽ bị thấm ra khỏi sợi rồi chảy xuống dưới, hoặc duy trì tại khu vực giữa hai sợi dưới tác dụng của sức căng bề mặt, hình thành nên cấu trúc rắn liên kết giữa các sợi vải sau khi hoàn tất sấy phản ứng, gây trở ngại nhất định cho quá trình xử lý sợi sau này.

Vì những lý do trên, tôi quyết định lựa chọn giá trị khối lượng thấm ướt là 75% khối lượng sợi ban đầu cho những thử nghiệm tiếp theo.

3.1.2.8. Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy sơ bộ, nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng

Khảo sát đối với ảnh hưởng của nhiệt độ sấy sơ bộ lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý cho thấy, việc thay đổi nhiệt độ sấy sơ bộ về cơ bản không tạo thành ảnh hưởng đáng kể lên các tính chất của sợi vải sau xử lý, và chỉ ảnh hưởng đến khoảng thời gian tương đối để sợi vải sau ngâm tẩm bay hơi gần hết nước đến ngưỡng khô tương đối phù hợp. Đây là kết quả tương tự với kết quả khảo sát trước đó đối với hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP. Dựa vào những kết quả thử nghiệm trên, tôi quyết định lựa chọn các điều kiện nhiệt độ sấy sơ bộ là 120°C cho những khảo sát tiếp theo.

Thử nghiệm khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý được thực hiện trong các khoảng giá trị cụ thể, bao gồm:

- Nhiệt độ sấy phản ứng (°C): 130, 140
- Thời gian sấy phản ứng (phút): 4, 7, 10, 13, 16

Kết quả khảo sát cho thấy, việc thay đổi điều kiện nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng không tạo thành ảnh hưởng đáng kể lên tính chất chống cháy và tính chất bền giặt rửa của vải sợi cotton chống cháy sau xử lý, đồng thời cũng không khác biệt đáng kể so với các mẫu không trải qua sấy phản ứng. Kết quả trên có thể được giải thích là do, ngay tại nhiệt độ sấy sơ bộ 120°C thì các phản ứng liên quan đến sợi vải cotton và thành phần hoá học trong dịch chiết từ vỏ thanh long khô đã diễn ra hầu như hoàn toàn, bởi vậy việc tiếp tục sấy bổ sung không tạo thành ảnh hưởng lên tính chất của vải sợi cotton sau sấy.

Trên cơ sở những kết quả khảo sát đã thu được, một hệ thống các điều kiện gia công ngâm tẩm đối với hệ vải sợi cotton chống cháy xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên đã được xác định như trình bày trên **Bảng 3.4** dưới đây.

Bảng 3.4: Các điều kiện gia công vải sợi cotton chống cháy bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên

<i>Dung dịch ngâm tẩm</i>	
Vỏ thanh long khô ban đầu (g/L)	1.000
Phụ gia JFC (g/L)	2,5
Khoáng bentonite (g/L)	10
Axit citric (g/L)	80
Natri hypophosphit (g/L)	10
<i>Điều kiện ngâm tẩm</i>	
Thời gian ngâm tẩm (phút)	30
Nhiệt độ ngâm tẩm (°C)	80
Khối lượng thấm ướt	75

(% khối lượng sợi ban đầu)	
<i>Điều kiện sấy</i>	
Nhiệt độ sấy đến khô hoàn toàn (°C)	120

3.2. PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN KHÍ ĐỘC PHÁT THẢI KHI ĐỐT VẢI SỢI COTTON CHỐNG CHÁY

3.2.1. Kết quả phân tích các thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton

Các kết quả phân tích thành phần khí độc hại sinh ra từ quá trình đốt cháy của vải sợi cotton chưa qua xử lý, đã qua xử lý chống cháy bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP và hệ phụ gia chống cháy có nguồn gốc tự nhiên được trình bày trong **Bảng 3.5** dưới đây.

Bảng 3.5: Kết quả phân tích GC/MS của mẫu vải sợi cotton chưa qua xử lý chống cháy, và mẫu vải sợi cotton đã qua xử lý chống cháy bằng hệ phụ gia Pyrovatex CP và hệ phụ gia có nguồn gốc tự nhiên

Khả năng hình thành nhóm chất	Mẫu vải chưa qua xử lý		Mẫu vải gia công bằng hệ phụ gia Pyratex CP		Mẫu vải gia công bằng hệ phụ gia tự nhiên	
	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Số lượng chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Số lượng chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Số lượng chất
Hợp chất thơm dẫn xuất benzene	78,32	13	85,68	10	41,77	13
Hợp chất	4,02	7,36	24,11	3	18	18

thơm đa vòng (PAHs)						
Hợp chất thơm khác	0,87	0,11	0,88	3	1	1
Hợp chất nhóm furan	0,29	0,47	0	2	1	0
Hợp chất khác	4,52	2,98	16,13	10	1	10

So sánh với kết quả phân tích đối với mẫu vải sợi cotton chưa qua xử lý chống cháy, trước tiên có thể thấy được sự chuyển dịch tương đối rõ ràng về mặt sản phẩm hình thành khi đốt cháy: tỷ lệ diện tích pic của các sản phẩm dạng hợp chất thơm đều tăng lên đáng kể, trong khi tỷ lệ diện tích pic của các hợp chất khác được định tính chỉ chiếm 3,45%.

Ngoài ra, quá trình đốt cháy vải sợi cotton chống cháy cũng có khả năng hình thành khoảng 18 hợp chất thơm đa vòng (PAHs) có thể định tính, cao hơn rất nhiều so với chỉ 3 hợp chất thơm đa vòng khi đốt cháy vải sợi cotton nguyên bản, đồng thời tỷ lệ diện tích peak của các hợp chất thơm đa vòng cũng tăng từ khoảng 4% lên đến khoảng trên 7% và 24% tổng diện tích peak tín hiệu phổ GC của mẫu khí tương ứng. Nhìn chung, đây đều là những hợp chất mang tính nguy hại đối với sức khỏe con người, khi phơi nhiễm có thể dẫn tới nhiều vấn đề sức khỏe nghiêm trọng như bệnh tim mạch, ung thư, dị dạng thai nhi, v.v

So sánh với kết quả nghiên cứu trước đó của ThS. Sầm Hoàng Liên [34], phương pháp phân tích trong khuôn khổ nghiên cứu này cho độ nhạy

cao hơn khi phát hiện được nhiều sản phẩm dạng khí hình thành từ sự đốt cháy của vải sợi cotton hơn. Từ đó cung cấp cái nhìn khái quát hơn đối với tính nguy hại của thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton chống cháy.

3.2.2. Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton thường

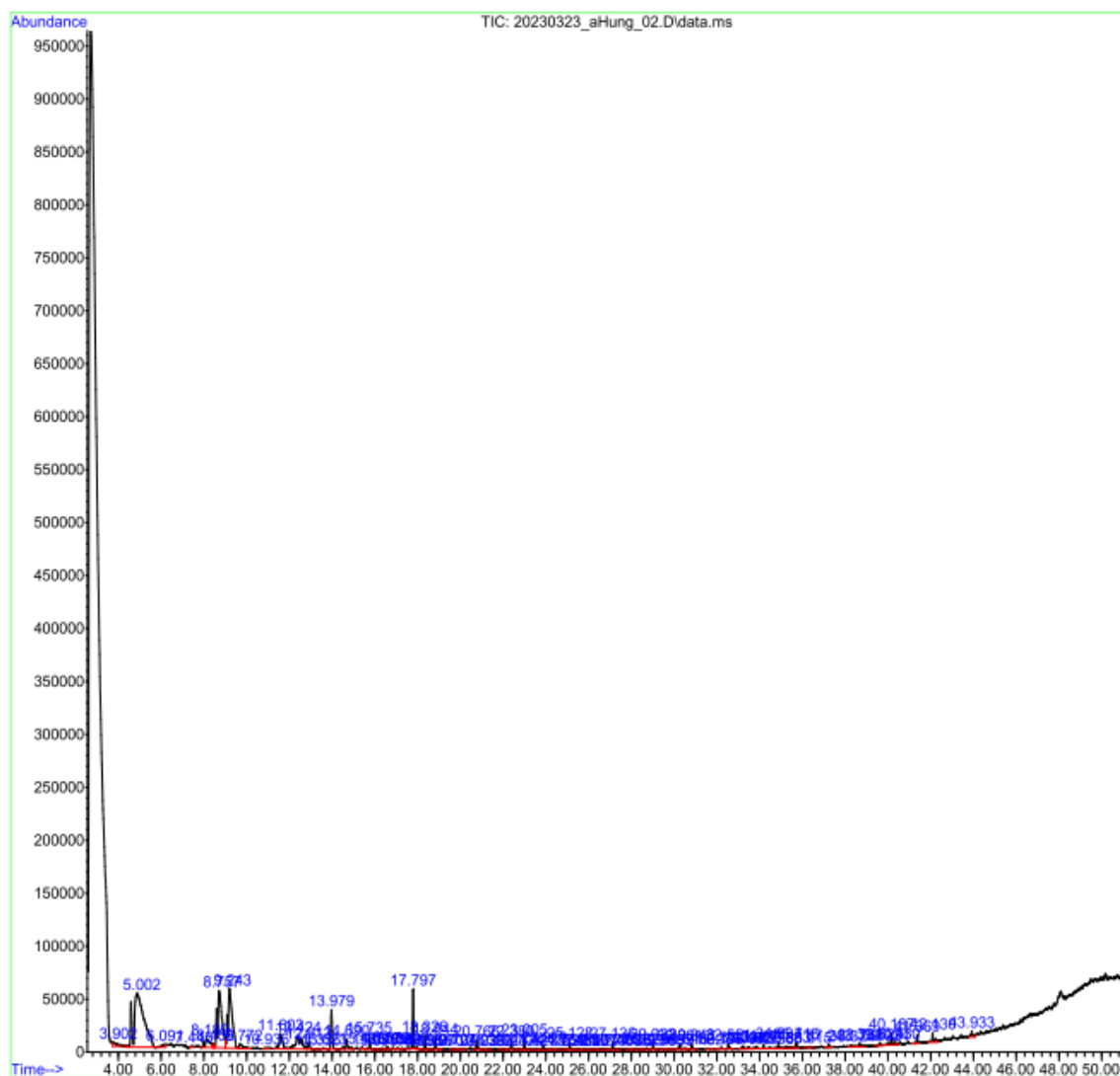
Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton thường được trình bày trong **Bảng 3.6** và **Hình 3.1**, cũng như Phụ lục của luận văn này. Sau khi tiến hành sàng lọc từ 82 hợp chất được phát hiện trên kết quả phân tích GC/MS, chỉ 30 hợp chất được liệt kê trong **Bảng 3.6** đáp ứng những tiêu chí đã trình bày tại **Mục 2.2.4**.

Library Search Report

Data Path : D:\MassHunter\GCMS\1\data\2023\20230323\
Data File : 20230323_aHung_02.D
Acq On : 23 Mar 2023 14:18
Operator : My Ha
Sample : 20230323_aHung_02
Misc :
ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST11.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
Integration Events: RTE Integrator - rteint.p



Hình 3.1: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton chưa qua xử lý

Bảng 3.6: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton chưa qua xử lý

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
1	Toluene	32,25	95	Hợp chất thơm một vòng benzen
2	Styrene	14,72	96	Hợp chất thơm một vòng benzen
3	Phenylethyne	14,57	96	Hợp chất thơm một vòng benzen
4	Phenol	4,30	60	Hợp chất thơm một vòng benzen
5	3-methylphenylacetylene	3,41	91	Hợp chất thơm một vòng benzen
6	Naphthalene	3,18	94	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
7	Benzaldehyde	2,59	90	Hợp chất thơm một vòng benzen
8	Ethylbenzene	2,56	64	Hợp chất thơm một vòng benzen
9	Acetophenone	1,38	94	Hợp chất thơm một vòng benzen

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
10	3,3-dimethyl-4-methylamino-butan-2-one	1,01	64	Hợp chất không mang vòng thơm
11	Metaraminol	0,98	72	Hợp chất thơm một vòng benzen
12	Nonanal	0,87	96	Hợp chất không mang vòng thơm
13	Octanal	0,67	81	Hợp chất không mang vòng thơm
14	4-isopropylphenyl isocyanate	0,65	93	Hợp chất thơm một vòng benzen
15	1-hexene	0,60	64	Hợp chất không mang vòng thơm
16	Tetradecanal	0,56	98	Hợp chất không mang vòng thơm
17	Biphenyl	0,50	89	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen không tổ hợp
18	Pyrene	0,46	83	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
19	9-methylene-9H-fluorene	0,38	80	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
				tổ hợp
20	3-hydroxy-4-methoxybenzaldehyde, acetate	0,32	68	Hợp chất thơm một vòng benzen
21	Octadecanal	0,32	91	Hợp chất không mang vòng thơm
22	Benzoic acid, m-[[[(dimethylamino)methylene]amino]-, methyl ester	0,32	74	Hợp chất thơm một vòng benzen
23	p-xylene	0,27	60	Hợp chất thơm một vòng benzen
24	Pyridine-3-carboxamide, oxime, N-(2-trifluoromethylphenyl)-	0,21	70	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen không tổ hợp
25	Furfural	0,16	91	Hợp chất nhóm furfural
26	Sulfurous acid, cyclohexylmethyl hexyl ester	0,15	64	Hợp chất không mang vòng thơm
27	3-methyl-2,5-furandione	0,13	86	Hợp chất nhóm furfural

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
28	1-bromo-pentane	0,13	64	Hợp chất không mang vòng thơm
29	Oxime cyclopropyl-1-ethanone	0,11	64	Hợp chất không mang vòng thơm
30	2-methyl-2-pentenoic acid	0,10	72	Hợp chất không mang vòng thơm

Kết quả phân tích cho thấy, phần lớn các sản phẩm dạng khí có khả năng hình thành từ sự cháy của vải sợi cotton là các hợp chất mang vòng thơm. Trong đó bao gồm các hợp chất thơm dẫn xuất của benzene, bao gồm toluene, styrene, phenylethyne, phenol, v.v. Điều này có thể được giải thích là do, tại điều kiện nhiệt độ cao, cấu trúc cellulose của sợi cotton đã bị khử nước và phân mảnh hình thành nên các hợp chất nhóm furan, bao gồm furfural và 3-methyl-2,5-furandione. Sau đó, các hợp chất nhóm furan tiếp tục bị phân huỷ nhiệt và thơm hoá, hình nên các dẫn xuất benzene [67]. Nhìn chung, đây đều là những hợp chất độc hại, tiềm ẩn nhiều nguy cơ đối với sức khoẻ của con người.

Bên cạnh đó, quá trình đốt cháy của vải sợi cotton chưa qua xử lý chống cháy cũng hình thành một lượng đáng kể các hợp chất thơm đa vòng (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons – PAHs), bao gồm naphthalene, pyrene, và 9-methylene-9H-fluorene. Đây đều là những hợp chất độc hại, có khả năng tạo thành tổn thương cho nhiều cơ quan nội tạng trong cơ thể và thậm chí là gây bệnh ung thư. Đáng chú ý, việc phơi nhiễm với lượng lớn naphthalene qua đường hô hấp có thể dẫn tới sự tổn hại và phá huỷ tế bào hồng cầu, cấu thành yếu tố nguy cơ cao hơn đối với nạn nhân hoả hoạn [68,69]. Sự hình

thành của các hợp chất thơm đa vòng có thể được giải thích thông qua cơ chế than hoá trong quá trình phân huỷ nhiệt của cellulose [67].

Tuy nhiên, cũng cần lưu ý rằng, 31 sản phẩm hình thành khi cháy được thành công định tính chỉ chiếm khoảng 88% tổng diện tích pic tín hiệu phổ GC của mẫu khí. Nói cách khác, có tới khoảng 60 sản phẩm cháy dạng khí khác không thể được định tính một cách chính xác, tương ứng với khoảng trên 11% tổng diện tích pic tín hiệu phổ GC của mẫu khí.

Hiện tượng này có thể được giải thích là do quá trình phân huỷ nhiệt của sợi cotton nói chung, và cellulose nói riêng, tương đối phức tạp, trải qua nhiều giai đoạn và các hợp chất trung gian khác nhau [67], trong đó bao gồm cả những hợp chất trung gian chưa có phổ mẫu trong thư viện của NIST. Ngoài ra, điều kiện vận hành GC có thể vẫn chưa hoàn toàn tối ưu, dẫn tới việc nhiều chất khí đồng thời được đưa vào hệ thống MS gây nhiễu tín hiệu, tạo thành khó khăn trong công tác phân tích định tính.

3.2.3. Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP

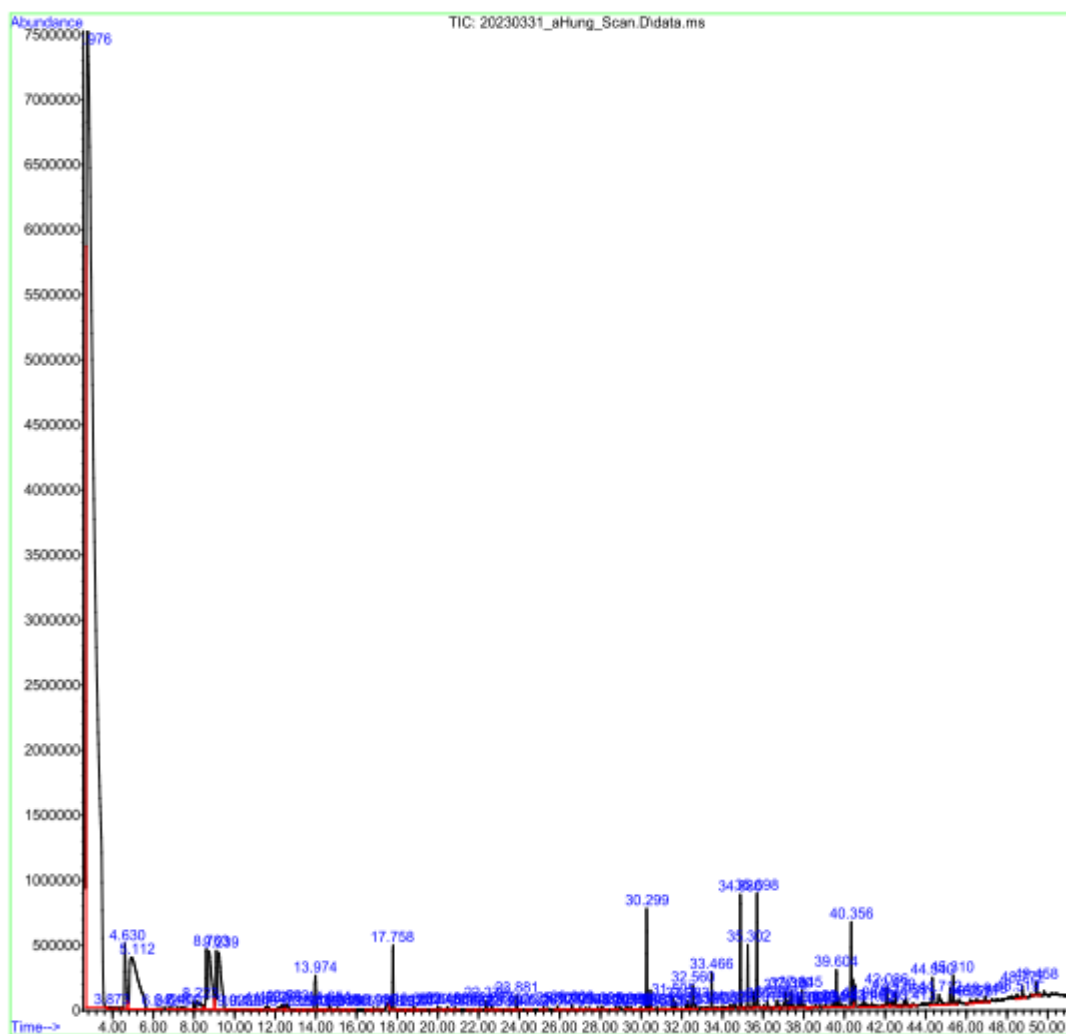
Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP được trình bày trong **Bảng 3.7** và **Hình 3.2**, cũng như Phụ lục của luận văn này. Sau khi tiến hành sàng lọc từ 100 hợp chất được phát hiện trên kết quả phân tích GC/MS, chỉ 31 hợp chất có khả năng hình thành được liệt kê trong **Bảng 3.7** đáp ứng những tiêu chí cụ thể đã trình bày tại **Mục 2.2.4**.

Library Search Report

Data Path : D:\MassHunter\GCMS\1\data\2023\20230331\
Data File : 20230331_aHung_Scan.D
Acq On : 31 Mar 2023 16:02
Operator : My Ha
Sample : 20230331_aHung_Scan
Misc :
ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST11.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
Integration Events: RTE Integrator - rteint.p



Hình 3.2: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP

Bảng 3.7: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
1	Benzene	75,74	95	Hợp chất thơm một vòng benzen
2	Toluene	4,57	95	Hợp chất thơm một vòng benzen
3		1,10	95	
4	Phenylethyne	2,77	97	Hợp chất thơm một vòng benzen
5	1,3,5,7-cyclooctatetraene	2,51	97	Hợp chất không mang vòng thơm
6	Fluoranthene	0,92	96	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
7	Pyrene	0,89	96	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
8	Phenanthrene	0,87	95	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
9	Benzo[ghi]fluoranthene	0,86	94	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
				tổ hợp
10	Naphthalene	0,68	94	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
11	Indene	0,55	95	Hợp chất thơm một vòng benzen
12	Cyclopenta[cd]pyrene	0,50	81	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
13	Ethylbenzene	0,47	94	Hợp chất thơm một vòng benzen
14	6-(3-nitrobenzylidenamino)-quinoxaline	0,47	64	Hợp chất đa vòng giàu nito
15	Benzo[e]pyrene	0,46	97	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
16	1-methyl-pyrene	0,36	93	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
17	4H-cyclopenta[def]phenanthrene	0,29	94	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
				tổ hợp
18	11H-benzo[b]fluorene	0,27	95	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
19	2-phenyl-naphthalene	0,26	95	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
20	9H-cyclopenta[a]pyrene	0,23	93	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
21	Benzonitrile	0,20	76	Hợp chất thơm một vòng benzen
22	9-phenyl-anthracene	0,17	83	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
23	Benzofuran	0,16	76	Hợp chất thơm một vòng benzen
24	11H-benzo[a]fluorene	0,16	94	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
25	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0,16	91	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Khả năng hình thành nhóm chất
				tổ hợp
26	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0,16	96	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
27	1-phenyl-naphthalene,	0,14	60	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
28	Benzaldehyde	0,12	94	Hợp chất thơm một vòng benzen
29	Biphenylene	0,12	83	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen không tổ hợp
30	2-methyl-phenanthrene	0,12	94	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
31	Furfural	0,11	94	Hợp chất nhóm furfural

Nhìn chung, bên cạnh các hợp chất như đã phát hiện khi phân tích thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton thường, kết quả phân tích thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP còn phát hiện thêm một số chất và nhóm chất khác có khả năng hình thành như sau:

→ Một số hợp chất thơm một vòng benzen, cùng hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp và không tổ hợp khác như fluoranthen, phenanthren, v.v. hình thành trực tiếp từ quá trình than hoá và phân huỷ nhiệt của vải sợi cotton dưới ảnh hưởng của những cấu trúc hoá học bổ sung hình thành thông qua quá trình xử lý vải sợi cotton bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP.

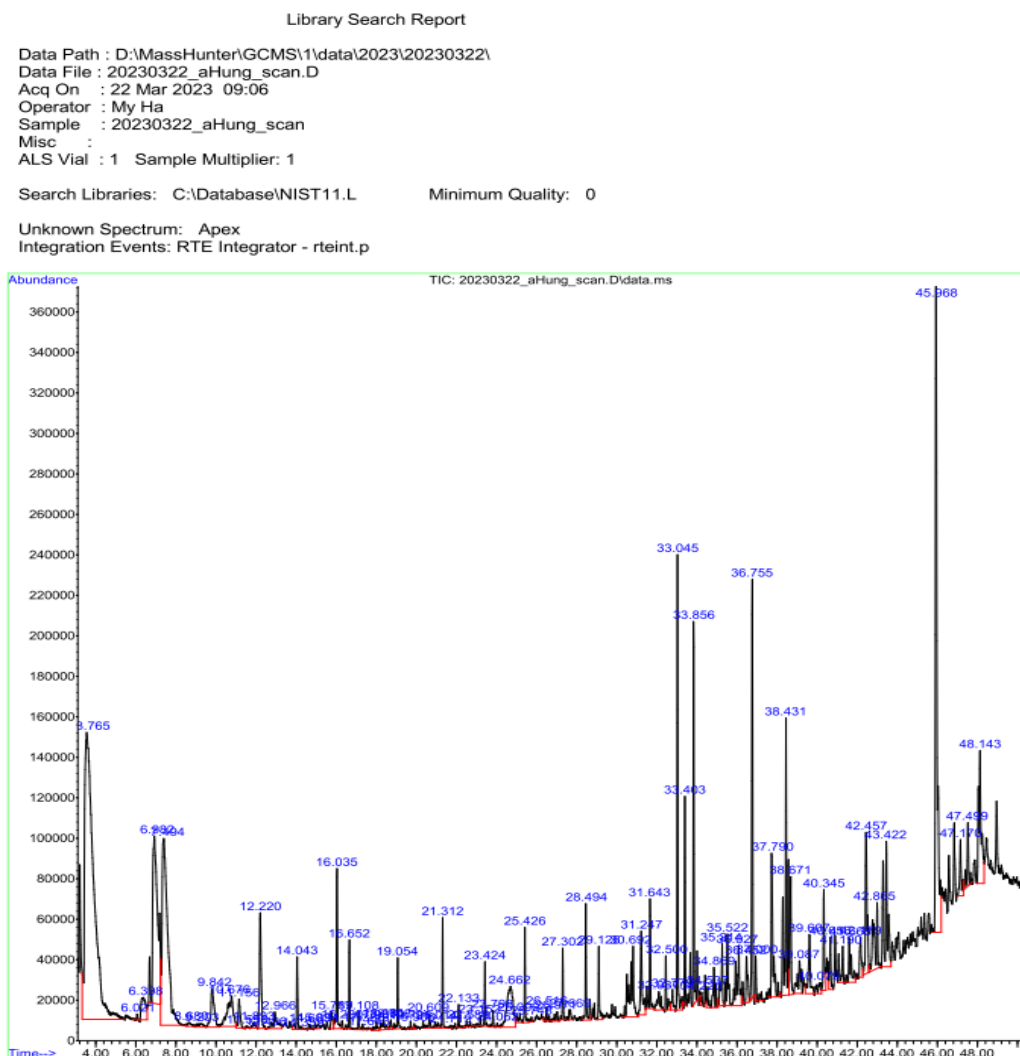
→ Các hợp chất giàu nitơ như benzonitrile, 6-(3-nitrobenzyliden amino)-quinoxalin, v.v. hình thành do sự tồn tại của các cấu trúc giàu nitơ hình thành thông qua quá trình xử lý vải sợi cotton bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP.

Bên cạnh đó, cũng có thể thấy rằng mặc dù các hợp chất thơm một vòng benzen đơn giản vẫn chiếm tỷ lệ rất lớn trong thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP, tương tự như đối với khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton thường, tuy nhiên các hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp cũng xuất hiện với tần suất cao hơn đáng kể, thay thế cho các hợp chất không mang vòng thơm. Điều này có thể giải thích là do việc xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP đã thúc đẩy quá trình than hoá của cấu trúc cellulose diễn ra mạnh mẽ hơn, từ đó hình thành nên các cấu trúc than hoá dạng nhiều vòng benzen tổ hợp, và giúp vải sợi cotton trở nên khó cháy hơn.

Nhìn chung, có thể thấy được rằng việc xử lý vải sợi cotton bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP đã giúp cải thiện đáng kể tính chất chống cháy của vật liệu này, tuy nhiên quá trình cháy của vải sợi cotton chống cháy xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP vẫn tạo thành nhiều loại sản phẩm dạng khí độc hại. Đặc biệt, cường độ tín hiệu sắc ký khí khi phân tích thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP là mạnh hơn so với khi phân tích thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton thường, cho thấy việc xử lý vải sợi cotton bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP không đem lại tác dụng đáng kể trong việc hạn chế hình thành các sản phẩm độc hại sinh ra trong quá trình cháy của vật liệu.

3.2.4. Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên

Kết quả xác định thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP được trình bày trong **Bảng 3.8** và **Hình 3.3**, cũng như Phụ lục của luận văn này.



Hình 3.3: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên

Sau khi tiến hành sàng lọc từ 88 hợp chất được phát hiện trên kết quả phân tích GC/MS, chỉ 31 hợp chất có khả năng hình thành được liệt kê trong **Bảng 3.8** đáp ứng những tiêu chí cụ thể đã trình bày tại **Mục 2.2.4**.

Bảng 3.8: Kết quả phân tích GC/MS đối với mẫu đại diện vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Nhóm chất
1	Toluene	19,94	95	Hợp chất thơm một vòng benzen
2	Octacosanol	8,23	89	Hợp chất không mang vòng thơm
3		0,13	92	
4	Styrene	8,15	96	Hợp chất thơm một vòng benzen
5	Phenylethyne	6,61	94	Hợp chất thơm một vòng benzen
6	Cyclopenta[cd]pyrene	3,41	81	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
7	Fluoranthene	2,68	96	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
8	Pyrene	2,55	91	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
9	Pentatriacontene	1,89	91	Hợp chất không mang vòng thơm

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Nhóm chất
10	Benzo[e]pyrene	1,85	98	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
11	4H-cyclopenta[def]phenanthrene	1,75	91	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
12	Indene	1,52	97	Hợp chất thơm một vòng benzen
13	Naphthalene	1,27	97	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
14	1-methyl-pyrene	1,23	96	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
15	Octadecanoic acid	1,09	95	Hợp chất thơm một vòng benzen
16	Triphenylene	1,06	97	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
17	Fluoranthene	1,04	96	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Nhóm chất
18	Benzaldehyde	1,02	96	Hợp chất thơm một vòng benzen
19	2-methyl-fluoranthene	0,91	93	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
20	Bis(2-ethylhexyl) cyclohexane-1,2-dicarboxylate	0,89	70	Hợp chất thơm một vòng benzen
21	Phenanthrene	0,88	62	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
22	Benzyl butyl phthalate	0,88	60	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen không tổ hợp
23	1,1,4a-Trimethyl-5,6-dimethylenedecahydronaphthalene	0,84	95	Hợp chất không mang vòng thơm
24	Ethylbenzene	0,81	87	Hợp chất thơm một vòng benzen
25	9-phenyl-anthracene	0,79	66	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Nhóm chất
26	<i>trans</i> -(2-methyl-2-phenylcyclohexyl) acetic acid	0,75	64	Hợp chất thơm một vòng benzen
27	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0,74	90	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
28	11H-Benzo[b]fluorene	0,69	90	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
29	Nonanal	0,66	91	Hợp chất không mang vòng thơm
30	Cyclododecanol	0,54	93	Hợp chất không mang vòng thơm
31	Tetradecanal	0,53	94	Hợp chất không mang vòng thơm
32	Decanal	0,51	91	Hợp chất không mang vòng thơm
33	<i>cis</i> -11-tetradecen-1-ol	0,51	94	Hợp chất không mang vòng thơm
34	Acetophenone	0,47	72	Hợp chất thơm một vòng benzen

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Nhóm chất
35	Dodecanal	0,47	86	Hợp chất không mang vòng thơm
36	2,2'-Binaphthalene	0,46	83	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
37	Octanal	0,42	98	Hợp chất không mang vòng thơm
38	Octadecanal	0,40	96	Hợp chất không mang vòng thơm
39	Pentadecanal	0,36	98	Hợp chất không mang vòng thơm
40	Benzoic acid	0,23	87	Hợp chất thơm một vòng benzen
41	1 α ,2 β ,5 α -5-methyl-2-(1-methylethyl)-cyclohexanol	0,22	64	Hợp chất không mang vòng thơm
42	2-phenyl-naphthalene	0,22	76	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
43	Tributyl 1-propene-1,2,3-tricarboxylate	0,19	90	Hợp chất không mang vòng thơm

STT	Tên chất	Tỷ lệ diện tích peak (%)	Mức độ khớp (%)	Nhóm chất
44	4,6-O-furylidene-d-glucopyranose	0,15	80	Hợp chất thơm một vòng benzen
45	4-isopropylphenyl isocyanate	0,14	96	Hợp chất thơm một vòng benzen
46	Pumiliotoxin C (195a)	0,14	64	Hợp chất không mang vòng thơm
47	(1-cyclopropyl-ethylidene)-(2,3-diphenyl-aziridin-1-yl)-amine	0,12	86	Hợp chất không mang vòng thơm
48	5-benzyl-acenaphthylene	0,11	93	Hợp chất thơm nhiều vòng benzen tổ hợp
49	9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane	0,10	72	Hợp chất không mang vòng thơm

Dựa vào so sánh kết quả phân tích thu được với kết quả phân tích thành phần khí sinh ra khi đốt vải sợi cotton thường và khi đốt vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP như sau:

→ Quá trình đốt cháy vải sợi cotton xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên diễn ra tương đối phức tạp, sinh ra nhiều sản phẩm dạng khí với tỷ lệ đáng kể. Điều này có thể giải thích là do dịch chiết từ vỏ thanh long khô cũng có nguồn gốc thực vật và chứa nhiều thành phần hoá học

phức tạp, bởi vậy khi kết hợp với vải sợi cotton sẽ khiến cho quá trình cháy của vải sợi cotton trở nên phức tạp hơn. Ngoài ra, điều này cũng có thể giải thích được cho sự xuất hiện của các sản phẩm dạng khí gốc este hữu cơ như bis(2-ethylhexyl) cyclohexane-1,2-dicarboxylate, benzyl butyl phthalate, tributyl 1-propene-1,2,3-tricarboxylate, v.v.

→ Cơ chế tăng cường tính chống cháy cho vải sợi cotton của hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên là thúc đẩy sự hình thành cấu trúc muội than khó cháy tương tự như hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP, thể hiện qua sự hình thành nhiều hơn của các hợp chất thơm mang nhiều vòng benzen tổ hợp.

→ Nhược điểm của hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên là khiến cho vải sợi cotton chống cháy hình thành nhiều sản phẩm cháy dạng khí độc hại trong quá trình cháy, bởi vậy có thể gây ảnh hưởng tới sức khoẻ con người cũng như hiệu quả của công tác cứu hộ - cứu nạn trong trường hợp xảy ra hoả hoạn.

KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

KẾT LUẬN

Trong khuôn khổ thực hiện luận văn thạc sỹ này, tôi đã tiến hành nghiên cứu xử lý tăng cường tính chất chống cháy cho vải sợi cotton bằng hai hệ phụ gia khác nhau, bao gồm hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP và hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên, cũng như đánh giá tính an toàn của những hệ phụ gia này thông qua xác định thành phần khí sinh ra khi đốt cháy những mẫu vải sợi cotton chống cháy tương ứng. Kết quả thu được cụ thể như sau:

→ Đã xác định được một số điều kiện xử lý ngâm tẩm phù hợp nhất đối với hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP, bao gồm thành phần các loại phụ gia trong dung dịch ngâm tẩm, điều kiện ngâm tẩm, và điều kiện sấy phản ứng. Vải sợi cotton sau xử lý có tính chất chống cháy rất tốt, với chỉ số giới hạn oxy LOI lên đến 27% và khả năng tự dập cháy ngay sau khi ngừng tiếp xúc với nguồn bắt cháy. Đồng thời, cơ chế hạn chế sự cháy của hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP cũng được xác định chủ yếu là thông qua việc thúc đẩy hình thành lớp muội than khó cháy từ cấu trúc cellulose ban đầu, nhưng không ảnh hưởng đáng kể đến sự hình thành các sản phẩm cháy dạng khí độc hại.

→ Đã xác định được một số điều kiện xử lý ngâm tẩm phù hợp nhất đối với hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên, bao gồm thành phần các loại phụ gia trong dung dịch ngâm tẩm, điều kiện ngâm tẩm, và điều kiện sấy phản ứng. Vải sợi cotton sau xử lý có tính chất chống cháy rất tốt, với chỉ số giới hạn oxy LOI lên đến 23,5% và khả năng tự dập cháy sau khi ngừng tiếp xúc với nguồn bắt cháy. Đồng thời, cơ chế hạn chế sự cháy của hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên cũng được xác định chủ yếu là thông qua việc thúc đẩy hình thành lớp muội than khó cháy từ cấu trúc cellulose ban đầu, tương tự hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP. Tuy nhiên, so sánh với hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP, hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên tồn tại nhược điểm là vải sợi cotton chống cháy thu

được sau xử lý vẫn chưa thể lập tức tự dập cháy ngay sau khi ngừng tiếp xúc với nguồn bắt cháy, đồng thời khi cháy hình thành nên rất nhiều sản phẩm cháy dạng khí độc hại.

→ Đã phân tích được một số thành phần khí độc hại sinh ra trong quá trình đốt cháy vải sợi cotton chưa xử lý, được xử lý bằng hệ phụ gia chống cháy Pyrovatex CP và có nguồn gốc tự nhiên. Đồng thời đánh giá được tính an toàn đối với sức khỏe con người cũng như hiệu quả của công tác cứu hộ - cứu nạn trong trường hợp xảy ra hỏa hoạn.

KIẾN NGHỊ

Nhìn chung, có thể thấy rằng việc sử dụng hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên nhằm thay thế cho hệ phụ gia chống cháy thương phẩm Pyrovatex CP thông dụng hiện nay là một hướng tiếp cận tiềm năng và mang tính khả thi cao, tuy nhiên đồng thời hướng tiếp cận này vẫn còn tồn tại một số nhược điểm cần khắc phục, đặc biệt là việc hình thành các sản phẩm dạng khí độc hại gây ảnh hưởng tiêu cực đến sức khỏe con người cũng như hiệu quả công tác cứu hộ - cứu nạn trong trường hợp xảy ra hỏa hoạn.

Điều này đặt ra yêu cầu cần thiết phải có những nghiên cứu sâu hơn mang tính định lượng, nhằm xác định chính xác nguy cơ tiềm ẩn của việc sử dụng vải sợi cotton chống cháy xử lý bằng hệ phụ gia Pyrovatex CP và hệ phụ gia chống cháy nguồn gốc tự nhiên tại Việt Nam.

Ngoài ra, cần tiếp tục nghiên cứu thành phần khí độc phát thải sinh ra từ sự cháy của các loại vật liệu, đặc biệt là vải sợi chống cháy, nhằm đánh giá nguy cơ đối với sức khỏe con người và hiệu quả của công tác cứu hộ cứu nạn khi xảy ra hỏa hoạn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. <https://danviet.vn/vu-chay-o-pham-ngoc-thach-dam-chay-khong-lon-nhung-sao-toi-5-nguoi-tu-nan-20220421174631994.htm>.
2. <https://giaoducthoidai.vn/ha-noi-lien-tiep-2-vu-chay-lon-trong-con-mua-giong-post599709.html>.
3. Eliso K. et al., 2009, 30,000 Years Old Wild Flax Fibers - Testimony for Fabricating Prehistoric Linen, *Science*, 325(5946), 1359.
4. Qin Y., Wang X. and Wang Z.L., 2007, Microfibre–nanowire hybrid structure for energy scavenging, *Nature*, 451(7180), 809.
5. Horrocks A.R. et al., 2001, Thermally resistant fibres, *In High Performance Fibres*, 289. Cambridge: Woodhead Publishing.
6. Horrocks A.R., 1983, An introduction to the burning behaviour of cellulosic fibres, *J. Soc. Dyers Col.*, 99(7-8), 191.
7. Madorsky S.L., 1964, Thermal Degradation of Polymers, *New York: Wiley*.
8. Bolland J.L., and Gee G., 1946, Kinetic studies in the chemistry of rubber and related materials — II. The kinetics of oxidation of unconjugated olefins, *Trans. Faraday Soc.*, 42, 236.
9. Chirinos-Padrón A.J., 1992, Aspects of polymer stabilization, *In Handbook of Polymer Degradation*, 261. New York: Dekker.
10. Faroq A.A. et al., 1991, Use of GC analysis of volatile products to investigate the mechanisms underlying the influence of flame retardants on the pyrolysis of cellulose in air, *Polym. Degrad. Stab.*, 33(2), 155.
11. Price D., Coleman G.V., and Horrocks A.R., 1993, Use of cyclic differential scanning calorimetry, *J. Thermal. Anal.*, 40(2), 649.
12. Price D. et al., 1997, Influence of flame retardants on the mechanism of pyrolysis of cotton (cellulose) fabrics in air, *J. Analyt. Appl. Pyrolysis*, 40-41, 511.
13. Bradbury A.G.W., Sakai Y., and Shafizadeh F., 1979, A kinetic model for pyrolysis of cellulose, *J. Appl. Polym. Sci.*, 23(11), 3271.

14. Shafizadeh F., and Bradbury A.G.W, 1979, Thermal degradation of cellulose in air and nitrogen at low temperatures, *J. Appl. Polym. Sci.*, 23(5), 1431.
15. Fairbridge C., Ross R.A., and Sood S.P, 1978, A kinetic surface study of the thermal decomposition of cellulose powder in inert and oxidizing atmospheres, *J. Appl. Polym. Sci.*, 22(2), 497.
16. Guan J.P., and Chen G.Q, 2006, Flame retardancy finish with an organophosphorus retardant on silk fabrics, *Fire Mater*, 30(6), 415.
17. Kandola B.K. et al., 2006, Comparison of cone and OSU calorimetric techniques to assess behaviour of fabrics used for aircraft interior, *Fire Mater*, 30(4), 241.
18. Menefee E., and Yee G, 1965, Thermally-induced structural changes in wool, *Text. Res. J.*, 35(9), 801.
19. Benisek L, 1975, Flame retardance of protein fibres, In *Flame Retardant Polymeric Materials*, 137. New York: Springer.
20. Ballice L, 2002, Classification of volatile products evolved during temperature-programmed co-pyrolysis of low-density polyethylene (LDPE) with polypropylene (PP), *Fuel*, 81(9), 1233.
21. Ballice L., and Reimerta R, 2002, Classification of volatile products from the temperature-programmed pyrolysis of polypropylene (PP), atacticpolypropylene (APP) and thermogravimetrically derived kinetics of pyrolysis, *Chem. Eng. Process.*, 41(4), 289.
22. Ochoa R. et al., 1996, Catalytic degradation of medium density polyethylene over silica-alumina supports, *Fuel Process. Technol.*, 49(1-3), 119.
23. Ding W., Liang J., and Anderson L.L, 1997, Thermal and catalytic degradation of high-density polyethylene and commingled post-consumer plastic waste, *Fuel Process. Technol.*, 51(1-2), 47.
24. Kohan M.I, 1973, *Nylon Plastics*, New York: John Wiley & Sons.
25. Peters R.H., and Still R.H, 1979, Some aspects of the degradation behaviour of polymers used in textile applications, In *Applied Polymer Science*, 355. London: Academic Press.

26. Goodman J, 1955, The thermal degradation of 66 nylon, *J. Polym. Sci.*, 13(68), 175.
27. Weil E.D., and Levchik S.V, 2009, Current practice and recent commercial developments in flame retardancy of polyamides, *In Flame Retardants for Plastics and Textiles*, 85. Munich: Hanser.
28. Purser, D.A., 2002, Toxic assessment of combustion products, In: Dinunno, P.J. (Ed.), *SFPE Handbook of Fire Protection Engineering*, Sec. 2.p. 85-146, NFPA, 1995 and 3rd Ed. (DiNunno, P.J.) pp. 2/83-2/171.
29. Hartzell, G.E., 2001, Engineering Analysis of Hazard to Life Safety in Fires: The Fire Effluent Toxicity Component, *Safety Science*, 38: 147-155.
30. Andrews, G.E., Boulter, S., Burrell, G., Cox, M., Daham, B, Li, H., and Phylaktou, H.N., 2007, Toxic Gas Measurements Using FTIR for Combustion of COH Materials in Air Starved Enclosed Fires, *European Combustion Institute Meeting*, Chania, Crete.
31. Nguyễn Ngọc Tùng, Nguyễn Quang Trung, 2021, *Chất dẻo và hỏa hoạn: Hệ thống quy chuẩn và tiêu chuẩn liên quan đến phòng cháy và các phương pháp xử lý sau đám cháy*, Nhà xuất bản Khoa học tự nhiên và công nghệ, Hà Nội.
32. AlJumaiah, O., Alshammari, S., Burrell, G., Cox, M., Andrews, G.E.* and Phylaktou, H.N, 2015, *Energy and Resources Research Institute*, The University of Leeds, Leeds, LS2 9JT, UK.
33. Andrews, G.E., Daham, B., Mmolawa, M.D., Boulter, S., Mitchell, J., Burrell, G., Gunamusa,W. and H.N. Phylaktou, 2005, Toxic Emissions from Air Starved Fires, *Proc. 8th International Symposium on Fire Safety Science*, pp.1035-1046, Association for Fire Safety Science.
34. Sâm Hoàng Liên, 2019, *Luận văn thạc sĩ “Phân tích, đánh giá tính chất hóa lý của vật liệu polyuretan (PU) tự tổng hợp và định hướng ứng dụng vật liệu làm sản phẩm chống cháy”*.
35. Kandola B.K. et al., 1996, Flame retardant treatments of cellulose and their influence on the mechanism of cellulose pyrolysis, *J. Macromol. Sci. Rev. Macromol. Chem. Phys.*, C36(4), 721.

36. Horrocks A.R, 2001, Textiles, *In Fire Retardant Materials*, 128. Cambridge: Woodhead Publishing.
37. Wyld O, 1735, *British Patent 551*.
38. Horrocks A.R, 2008, Flame retardant textile coatings and laminates, *In Advances in Fire Retardant Materials*, Cambridge: Woodhead Publishing.
39. Simionescu C.I. et al., 1980, Grafting of rayon fabrics with phosphorus containing polymers in cold plasma in order to obtain flameretardant materials, *Cell. Chem. Technol.*, 14, 869.
40. Tsafack M.J., and Levalois-Grützmacher J, 2006, Plasma-induced graft-polymerisation of flame retardant monomers onto PAN fabrics, *Surf Coat Tech.*, 200, 3503.
41. Vannier A. et al., 2006, The use of plasma induced polymerization technology to develop fire retardant textiles, *Proceeding of International Conference on Textile Coating & Laminating*, 8.
42. Shukla A. et al., 2019, Sodium lignin sulfonate: a bio-macromolecule for making fire retardant cotton fabric, *Cellulose*, 26, 8191.
43. Li Z.F. et al., 2017, Fire retardant and thermal degradation properties of cotton fabrics based on APTES and sodium phytate through layer-by-layer assembly, *J. Anal. Appl. Pyrol.*, 123, 216.
44. Liu Y. et al., 2018, Effect of chitosan on the fire retardancy and thermal degradation properties of coated cotton fabrics with sodium phytate and APTES by LBL assembly, *J. Anal. Appl. Pyrol.*, 135, 289.
45. Qutab H.G. et al., 2019, Performance enhancement of diammonium hydrogen phosphate as halogen and formaldehyde free sustainable fire retardant, *Ind. Textila*, 70(4), 366.
46. Liang T. et al., 2017, A facile one-step synthesis of flame-retardant coatings on cotton fabric via ultrasound irradiation, *Appl. Polym.*, 134(30), 45114.
47. Qin H. et al., 2019, Preparation and performance testing of superhydrophobic flame retardant cotton fabric, *New J. Chem.*, 43, 5839.

48. Sharma V. et al., 2018, Synthesis of zinc carbonate nanoneedles, a potential flame retardant for cotton textiles, *Cellulose*, 25, 6191.
49. Shukla S. et al., 2016, Development of fire retardant sisal yarn, *Cellulose*, 24, 423.
50. Sheshama M. et al., 2017, Bulk vs. Nano ZnO: Influence of fire retardant behavior on sisal fibre yarn, *Carbohydr. Polym.*, 175, 257.
51. Samanta A.K. et al., 2017, Fire-retardant finish of jute fabrics with NP-ZnO, *Cellulose*, 24, 1143.
52. Fallah M.H., Fallah S.A., and Zanjanchi M.A, 2011, Synthesis and Characterization of Nano- sized Zinc Oxide Coating on Cellulosic Fibers: Photoactivity and Flame- retardancy Study, *Chinese J. Chem.*, 29(6), 1239.
53. Basak S., and Wazed Ali S, 2019, Sodium tri-polyphosphate in combination with pomegranate rind extracts as a novel fire-retardant composition for cellulosic polymer, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 137, 1233.
54. Tseghai G.B. et al., 2019, Producing Fire Retardant Cotton Fabric Using Chicken Eggshell, *J. Textile Sci. Eng.*, 9, 2.
55. Basak S. et al., 2015, Self-extinguishable ligno-cellulosic fabric using banana pseudostem sap, *Curr. Sci.*, 108(3), 372.
56. Basak S. et al., 2016, Banana pseudostem sap: a waste plant resource for making thermally stable cellulosic substrate, *J. Ind. Text.*, 46(4), 1003.
57. Basak S. et al., 2017, Spinach leaf (*Spinacia Oleracea*): a bioresource for making self extinguishable cellulosic textile, *Ind. J. Fibre Text. Res.*, 42, 215.
58. Vũ Thị Hồng Khanh, Đào Anh Tuấn, Bùi Văn Huân, 2013, Nghiên cứu công nghệ xử lý hạn chế cháy kết hợp chống thấm cho vải bông dệt thoi, *Tạp chí khoa học công nghệ các trường Đại học*, 92, 82.
59. Nguyễn Thị Hường, Vũ Thị Hồng Khanh, 2018, Khảo sát khả năng sử dụng diammonium hydrogen phosphate để xử lý hạn chế cháy cho vải bông, *Kỷ yếu HNKH toàn quốc về Dệt May – Da giày lần thứ nhất*, 39.
60. Vũ Thị Hồng Khanh, Nguyễn Thị Hạnh, Vũ Duy Việt, Nguyễn Thị Dung, 2018, Khảo sát khả năng sử dụng pyrovatex cp new để xử lý hạn

chế cháy cho vải peco 65/35, *Kỷ yếu HNKH toàn quốc về Dệt May – Da giấy lần thứ nhất*, 81.

61. Nguyễn Thị Hạnh, Vũ Thị Hồng Khanh, 2018, *Luận văn “Khảo sát công nghệ xử lý hạn chế cháy cho vải PE/Co 65/35 bằng pyrovatex CP New”*, Trường Đại học Bách Khoa Hà Nội.
62. Lưu Thị Lan, Vũ Thị Hồng Khanh, 2012, *Luận văn “Đánh giá chất lượng tổng hợp sản phẩm và vật liệu dệt hạn chế cháy”*, Trường Đại học Bách Khoa Hà Nội.
63. Nguyễn Ngọc Tùng, 2020, *Báo cáo tổng kết đề tài “Nghiên cứu chế tạo quần áo, quả ném chữa cháy khẩn cấp trên cơ sở kết hợp vật liệu có nguồn gốc thực vật với các phụ gia thân thiện môi trường”*, Viện hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.
64. ASTM D1230 – 10, *Standard Test Method for Flammability of Apparel Textiles*.
65. ASTM D2863 – 2019, *Standard Test Method for Measuring the Minimum Oxygen Concentration to Support Candle-Like Combustion of Plastics (Oxygen Index)*.
66. Lê Ngọc Liễu, 2021, Functional compounds in dragon fruit peels and their potential health benefits: a review, *Int. J. Food Sci. Technol.*, 15111.
67. Sevilla M., and Fuertes A.B., 2009, The production of carbon materials by hydrothermal carbonization of cellulose, *Carbon*, 47(9), 2281–2289.
68. Zheng M. *et al.*, 2016, Initial reaction mechanisms of cellulose pyrolysis revealed by ReaxFF molecular dynamics, *Fuel*, 177, 130–141.
69. Mettler M.S. *et al.*, 2014, Tuning cellulose pyrolysis chemistry: selective decarbonylation via catalyst-impregnated pyrolysis, *Catal. Sci. Technol.*, 4(11), 3822–3825.

PHỤ LỤC

Trong các bảng số liệu dưới đây, ký hiệu (✓) là mẫu vải sợi cotton cháy hoàn toàn, (x) là mẫu vải sợi cotton không cháy hoàn toàn.

Bảng 1: Ảnh hưởng của hàm lượng chung của các loại phụ gia chống cháy lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	N06	N08	N10	N12	N14
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	x	x	x	x	✓
Độ dài than hoá (mm)	250	25	50	50	125	250
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	0	0	0	245	330
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-	0,31	0,61
Chỉ số LOI (%)	18,0	29,0	27,5	27,0	23,0	20,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	4	8	9	10	10

Bảng 2: Ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia chống cháy Pyrovatex CP lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	CP38	CP39	CP40	CP41	CP42
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	53	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	25	0	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,12	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	25,5	26,5	27,0	27,0	27,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	9	9	9

Bảng 3: Ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia chống cháy Fixapret CPN lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	CPN41	CPN43	CPN45	CPN47	CPN49
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	5	5	5	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	25,5	26,0	26,5	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	10	9

Bảng 4: Ảnh hưởng của hàm lượng phụ gia chống cháy JFC lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	JFC10	JFC15	JFC20	JFC25	JFC30
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	175	120	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	270	230	5	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,46	0,30	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	22,0	23,0	27,0	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	10	10

Bảng 5: Ảnh hưởng của độ pH dung dịch ngâm tằm lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	DPH30	DPH35	DPH40	DPH45	DPH50
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	0	0	0	5	5
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,46	0,30	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	27,0	27,0	27,0	26,5	26,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	7	9	10	10	11

Bảng 6: Ảnh hưởng của độ pH dung dịch ngâm tằm lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton				
	NB	ND30	ND40	ND50	ND60
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	0	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	27,0	27,0	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	10

Bảng 7: Ảnh hưởng của điều kiện thời gian ngâm tẩm lên tính chất của sợi cotton sau xử lý trong chế độ ngâm tẩm không ép

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	KE03	KE06	KE09	KE12	KE15
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	175	100	55	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	300	160	40	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,42	0,31	0,10	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	22,0	23,5	25,0	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	10	10

Bảng 8: Ảnh hưởng của điều kiện thời gian ngâm tằm lên tính chất của sợi cotton sau xử lý trong chế độ ngâm tằm có ép

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	CE03	CE06	CE09	CE12	CE15
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	0	0	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	27,0	27,0	27,0	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	10	10

Bảng 9: Ảnh hưởng của khối lượng thấm ướt lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton				
	NB	KL45	KL60	KL75	KL90
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✓	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	250	145	50	45
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	340	285	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,59	0,33	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	29,0	22,5	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	10	10	10

Bảng 10: Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy sơ bộ lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	SB09	SB10	SB11	SB12	SB13
Thời gian khô ước tính (phút)	-	5 – 7	5 – 7	4 – 6	3 – 6	3 – 5
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	0	0	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	27,0	27,0	27,0	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	10	9

Bảng 11: Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng lên tính chất của sợi cotton sau xử lý (nhiệt độ sấy phản ứng 150^oC)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	Nhiệt độ sấy phản ứng (°C)	-	150			
Thời gian sấy phản ứng (phút)	-	3	4	5	6	7
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	145	135	120	115	110
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	235	215	180	175	165
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,40	0,40	0,39	0,37	0,36
Chỉ số LOI (%)	18,0	22,0	22,0	22,5	22,5	23,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	10	9

Bảng 11 : Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng lên tính chất của sợi cotton sau xử lý (tiếp)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	Nhiệt độ sấy phản ứng ($^{\circ}C$)	-	170			
Thời gian sấy phản ứng (phút)	-	3	4	5	6	7
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	51	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	10	5	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,10	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	26,5	27,0	27,0	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10	9	9

Bảng 11: Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng lên tính chất của sợi cotton sau xử lý (tiếp)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	Nhiệt độ sấy phản ứng ($^{\circ}C$)	-	190			
Thời gian sấy phản ứng (phút)	-	3	4	5	6	7
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	0	0	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	27,0	27,0	27,0	26,5	26,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	9	9	8	8	8

Bảng 11: Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy phản ứng lên tính chất của sợi cotton sau xử lý (tiếp)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	Nhiệt độ sấy phản ứng ($^{\circ}C$)	-	210			
Thời gian sấy phản ứng (phút)	-	3	4	5	6	7
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	55	55	55
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	0	0	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	27,0	26,5	26,0	26,0	25,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	8	8	7	6	6

Bảng 12: Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy sơ bộ lên tính chất của sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton			
	NB	R08	R09	R10
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	×	×	×
Độ dài than hoá (mm)	250	50	50	50
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	0	0	0
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	-	-	-
Chỉ số LOI (%)	18,0	27,0	27,0	27,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	10	10	10

Bảng 13: Ảnh hưởng của tỷ lệ vỏ thanh long khô chiết tạo dung dịch ngâm tằm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý (trước giặt)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton trước giặt					
	NB	VTL09	VTL10	VTL11	VTL12	VTL13
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	155	145	145	145	140
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	280	260	255	260	250
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,32	0,31	0,31	0,31	0,30
Chỉ số LOI (%)	18,0	21,5	22,0	22,0	22,0	22,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	12	12	12	12	12

Bảng 14: Ảnh hưởng của tỷ lệ vỏ thanh long khô chiết tạo dung dịch ngâm tẩm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý (sau giặt)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton sau 05 lần giặt					
	NB	VTL09	VTL10	VTL11	VTL12	VTL13
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Độ dài than hoá (mm)	250	250	250	250	250	250
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	50	55	55	55	55
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,00	3,90	3,55	3,55	3,55	3,55
Chỉ số LOI (%)	18,0	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	12	12	12	12	12

Bảng 15: Ảnh hưởng của hàm lượng natri hypophosphit lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý (trước giặt)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton trước giặt					
	NB	NPH00	NPH05	NPH10	NPH15	NPH20
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	145	140	140	135	135
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	260	270	275	280	280
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,31	0,28	0,27	0,25	0,25
Chỉ số LOI (%)	18,0	20,0	22,0	22,0	22,0	22,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	12	11	11	10	10

Bảng 16: Ảnh hưởng của hàm lượng natri hypophosphit lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý (sau giặt)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton sau 05 lần giặt					
	NB	NPH00	NPH05	NPH10	NPH15	NPH20
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✓	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	250	250	150	145	145
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	55	345	285	285	290
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	3,55	0,55	0,28	0,26	0,26
Chỉ số LOI (%)	18,0	19,5	20,0	21,5	21,5	21,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	12	11	11	10	10

Bảng 17: Ảnh hưởng của hàm lượng axit citric lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	AC07	AC08	AC09	AC10	AC11
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	175	155	150	145	145
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	290	280	285	285	290
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,36	0,30	0,28	0,26	0,26
Chỉ số LOI (%)	18,0	21,0	21,5	21,5	21,5	21,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	12	11	11	11	11

Bảng 18: Ảnh hưởng của hàm lượng bentonite lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	BTN00	BTN05	BTN10	BTN15	BTN20
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	155	115	95	85	80
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	280	190	160	160	155
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,30	0,26	0,22	0,16	0,13
Chỉ số LOI (%)	18,0	21,5	22,5	23,0	23,5	23,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	11	11	11	11

Bảng 19: Ảnh hưởng của hàm lượng bentonite lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	JFC10	JFC15	JFC20	JFC25	JFC30
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✗	✗	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	125	105	95	90	90
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	180	170	160	170	170
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,28	0,24	0,22	0,18	0,18
Chỉ số LOI (%)	18,0	22,0	22,5	23,0	23,5	23,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	11	11	11	11

Bảng 20: Ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ ngâm tẩm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	60T15	60T30	60T45	60T60	60T75
Nhiệt độ ngâm tẩm ($^{\circ}C$)	-	60				
Thời gian ngâm tẩm (phút)	-	15	30	45	60	75
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	175	125	100	90	95
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	255	200	180	160	160
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,39	0,25	0,22	0,19	0,22
Chỉ số LOI (%)	18,0	21,5	22,5	23,0	23,5	23,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	11	11	11	10

Bảng 20: Ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ ngâm tằm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý (tiếp)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	70T15	70T30	70T45	70T60	70T75
Nhiệt độ ngâm tằm ($^{\circ}C$)	-	70				
Thời gian ngâm tằm (phút)	-	15	30	45	60	75
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	120	105	90	90	95
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	200	165	155	160	160
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,25	0,21	0,19	0,19	0,22
Chỉ số LOI (%)	18,0	22,5	23,0	23,5	23,5	23,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	11	11	11	10

Bảng 20: Ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ ngâm tẩm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý (tiếp)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	80T15	80T30	80T45	80T60	80T75
Nhiệt độ ngâm tẩm ($^{\circ}C$)	-	80				
Thời gian ngâm tẩm (phút)	-	15	30	45	60	75
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	110	90	90	95	95
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	175	170	170	180	170
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,26	0,18	0,18	0,20	0,21
Chỉ số LOI (%)	18,0	22,5	23,5	23,5	22,0	22,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	11	11	10	10

Bảng 20 : Ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ ngâm tằm lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý (tiếp)

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton					
	NB	90T15	90T30	90T45	90T60	90T75
Nhiệt độ ngâm tằm ($^{\circ}C$)	-	90				
Thời gian ngâm tằm (phút)	-	15	30	45	60	75
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	X	X	X	X	X
Độ dài than hoá (mm)	250	110	90	90	95	95
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giờ)	29	175	170	170	175	165
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	0,26	0,18	0,18	0,20	0,21
Chỉ số LOI (%)	18,0	22,5	23,5	23,5	22,0	22,0
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	11	11	10	10

Bảng 21: Ảnh hưởng của khối lượng thấm ướt lên tính chất của vải sợi cotton sau xử lý

Thông số kỹ thuật	Mẫu vải sợi cotton				
	NB	KL45	KL60	KL75	KL90
Mẫu vải cháy hoàn toàn	✓	✓	✗	✗	✗
Độ dài than hoá (mm)	250	250	165	90	90
Thời gian tự dập cháy, hoặc Thời gian cháy hoàn toàn (giây)	29	115	225	170	170
Tốc độ lan truyền ngọn lửa (mm/giây)	6,0	1,57	0,44	0,18	0,18
Chỉ số LOI (%)	18,0	19,0	21,0	23,5	23,5
Tải trọng treo tương đối của sợi (kg)	12	11	11	11	11