

# Nghiên cứu chế tạo màng phủ chậm cháy thân thiện môi trường

Lê Cao Chiên<sup>\*</sup>, Trịnh Minh Đạt, Lê Thị Song Hà, Vũ Ngọc Quý

Trung tâm Vật liệu hữu cơ và hóa phẩm xây dựng, Viện Vật liệu xây dựng

Ngày nhận bài 2.7.2015, ngày chuyên phản biện 17.7.2015, ngày nhận phản biện 15.9.2015, ngày chấp nhận đăng 23.9.2015

Sử dụng chất tạo màng trên cơ sở hệ polymer acrylic phân tán trong nước để chế tạo sản phẩm sơn chậm cháy hệ nước có hàm lượng phát thải hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (VOC) thấp; tác nhân chậm cháy không chứa gốc halogel trên cơ sở kết hợp tác nhân axit hóa APP, tác nhân than hóa PER, tác nhân nở phồng ME; và các loại phụ gia phân tán, hỗ trợ tạo màng, phá bọt, nhóm đề tài đã nghiên cứu chế tạo thành công màng phủ chậm cháy thân thiện môi trường ứng dụng phủ lên các loại vật liệu dễ cháy như sản phẩm nhựa, gỗ, xốp nhằm giảm nguy cơ dễ bắt cháy của vật liệu. Kết quả thử nghiệm khả năng kháng cháy của vật liệu sau khi phủ màng phủ chế tạo theo tiêu chuẩn UL94:2010 đạt mức V-0, thử nghiệm khả năng kháng cháy với vật liệu xốp cách nhiệt thông thường được phủ màng phủ chế tạo theo tiêu chuẩn ISO 9772:2012 đạt mức HBF.

**Từ khóa:** màng phủ chậm cháy, màng phủ trương phồng, VOC thấp.

**Chỉ số phân loại 2.5**

## Study on producing an environmentally friendly flame-retardant coating

Summary

Water-based acrylic dispersion is used as binder for low volatile organic compounds (VOCs) in flame-retardant coatings. By combining three halogen-free additives: an acid source (such as ammonium polyphosphate, APP), a blowing agent (such as melamine, MEL) and a carbon source (such as pentaerythritol, PER) with the additives as: dispersing, coalescent, defoams, the authors have made successfully an environmentally friendly flame-retardant coating for applying on ordinary combustible materials such as plastic, wood, foam insulation board. After applying the flame-retardant coating, the results showed that the fire protection for combustible materials were significantly increased, and achieved the requirements of V-0 level according to UL94:2010. The test of the fire protection on foam insulation board conducted under ISO 9772:2012 achieved the requirements of HBF level.

**Keywords:** flame-retardant coating, intumescent coating, low VOC.

**Classification number 2.5**

## Đặt vấn đề

Khi xảy ra cháy nổ, những đồ dùng bằng gỗ, nhựa, vải, xốp rất dễ bắt lửa, sản sinh lượng nhiệt cao, làm phát triển đám cháy; tạo ra lượng khói lớn gây ngạt và giảm tầm nhìn, khiến người bị nạn khó thoát ra ngoài. Với tình hình cháy nổ xảy ra ngày càng tăng như hiện nay, đặc biệt là ở những tòa nhà cao tầng, các cửa hàng, siêu thị... gây ra nhiều khó khăn cho công tác chữa cháy. Do đó, công tác phòng cháy cần được đẩy mạnh, là biện pháp chủ động, cơ bản và hiệu quả nhất. Một biện pháp phòng cháy được đánh giá cao là sử dụng các loại vật liệu chậm cháy trong các hoạt động của đời sống con người, nhằm hạn chế đến mức thấp nhất hậu quả do các vụ cháy gây ra. Một trong số vật liệu chậm cháy được sử dụng phổ biến trên thế giới là sơn và màng phủ chậm cháy.

Trong lĩnh vực sơn phủ, bên cạnh vấn đề đảm bảo tính năng kỹ thuật của màng phủ thì xu thế phát triển các sản phẩm hiện nay là phải đảm bảo tính thân thiện môi trường. Việc sử dụng các lớp phủ bảo vệ trên cơ sở chất tạo màng hệ nước ngày càng tăng do những quy định về phát thải hợp chất hữu cơ dễ bay hơi trong sơn (VOC). Sơn hệ nước là một trong những hệ sơn có hàm lượng VOC thấp, cho phép đáp ứng ngay cả những quy định nghiêm ngặt nhất. Thông thường

\*Tác giả liên hệ: Email: lecaochien@gmail.com

son hệ nước có mức VOC thấp hơn 200 g/l. Hiện nay, son hệ nước chiếm khoảng 80% các loại son.

Từ yêu cầu thực tế trên, chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu chế tạo màng phủ chậm cháy thân thiện môi trường trên cơ sở nhựa hệ nước kết hợp với các tác nhân chống cháy, có khả năng ứng dụng lên bề mặt các sản phẩm dễ cháy như đồ gỗ, đồ nhựa, xốp nhằm cải thiện tính chất chậm cháy của sản phẩm và không ảnh hưởng đến sức khỏe người sử dụng.

## Nội dung nghiên cứu

### Nguyên liệu và hóa chất

Chất tạo màng: tiến hành nghiên cứu lựa chọn chất tạo màng trên 3 hệ chất tạo màng Acrylic phổ biến trên thị trường là nhũ tương Vinyl Acrylic và vinyl Axetat Veova - EMULTEX® 8200 của Hãng Synthomer (Anh); nhũ tương đồng trùng hợp của carboxylated styrene-butadiene copolymer - Styrofan® 5406 và nhũ tương Acrylic nguyên sinh - Acronal A508 của Hãng BASF (Đức).

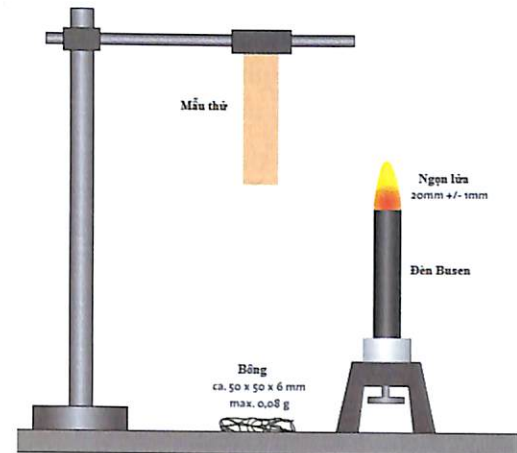
Phụ gia chậm cháy sử dụng là hệ phụ gia trương phồng gồm 3 tác nhân: tác nhân axit hóa Amonium polyphosphate (APP) - là dạng APP II có liên kết chéo/nhánh được sản xuất bởi SinoHarvest (Trung Quốc), tác nhân cacbon hóa Pentaerythritol (PER) - được sản xuất bởi Shandong Xinruida Chemical (Trung Quốc) và tác nhân nở phồng melamin (ME) - được sản xuất bởi Metal & Plastic Co, Nanjing Aoshuo Ltd (Trung Quốc).

Phụ gia cải thiện tính chất màng sử dụng là phụ gia trợ phân tán Propylen Glycol - PG, phụ gia hỗ trợ tạo màng Texanol và phụ gia phá bọt DELSIPOL-PA/120.

### Phương pháp nghiên cứu

**Nghiên cứu lý thuyết:** nghiên cứu cơ chế cháy vật liệu gỗ, nguyên lý và các cơ chế chậm cháy của các loại phụ gia chậm cháy phổ biến hiện nay như phụ gia hệ gốc halogen, hệ phụ gia gốc photpho, hệ phụ gia hydroxit kim loại và hệ phụ gia gốc nitơ. Trên cơ sở các nghiên cứu lý thuyết, các tác giả thực hiện các nghiên cứu thăm dò trên hệ phụ gia kết hợp giữa hệ phụ gia gốc phospho và hệ phụ gia gốc nitơ cho phép xác định sơ bộ các giá trị chế tạo màng phủ, hạn chế số lượng thí nghiệm xa vùng tối ưu, trong đó tỷ lệ các cấu tử trong hệ phụ gia chậm cháy là quan trọng nhất. Chẳng hạn, khi chế tạo màng phủ chậm cháy trương phồng thì tỷ lệ APP thường từ 0,4 đến 0,7, tỷ lệ PER từ 0,15 đến 0,25 và tỷ lệ ME từ 0,14 đến 0,24 [1-3].

**Nghiên cứu thực nghiệm:** phương pháp thử nghiệm [4] theo tiêu chuẩn thử cháy UL94:2010 phương pháp đứng (tương đương các phương pháp thử tiêu chuẩn ASTM D3801, IEC 707, hoặc ISO 1210). Mẫu được giữ thẳng đứng và đặt ngọn lửa mỗi ở cuối mẫu thử, ngọn lửa được duy trì trong 10 s và sau đó rời đèn đốt cho đến khi ngọn lửa trên mẫu thử tắt, tiếp tục đốt thêm 10 s nữa rồi bỏ ra; mỗi lần thử trên 5 mẫu thử (hình 1).



Hình 1: phương pháp thử nghiệm theo tiêu chuẩn UL94:2010

Mức yêu cầu trong tiêu chuẩn UL94:2010 chia thành 3 mức cụ thể như sau:

Ký hiệu	Yêu cầu
V-0	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mẫu phải không cháy quá 10 s sau một trong hai lần mỗi lửa</li> <li>Tổng thời gian cháy không vượt quá 50 s cho toàn bộ 5 mẫu thử</li> <li>Mẫu không được cháy thành ngọn lửa hoặc cháy hồng đến đầu kẹp mẫu</li> <li>Mẫu không được nhỏ giọt đốt cháy bóng</li> <li>Không có mẫu nào cháy hồng lưu lại quá 30 s sau khi bỏ lửa mỗi</li> </ul>
V-1	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mẫu phải không cháy quá 30 s sau một trong hai lần mỗi lửa</li> <li>Tổng thời gian cháy không vượt quá 250 s cho toàn bộ 5 mẫu thử</li> <li>Mẫu không được cháy thành ngọn lửa hoặc cháy hồng đến đầu kẹp mẫu</li> <li>Mẫu không được nhỏ giọt đốt cháy bóng</li> <li>Không có mẫu nào cháy hồng lưu lại quá 60 s sau khi bỏ lửa mỗi</li> </ul>
V-2	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mẫu phải không cháy quá 30 s sau một trong hai lần mỗi lửa</li> <li>Tổng thời gian cháy không vượt quá 250 s cho toàn bộ 5 mẫu thử</li> <li>Mẫu không được cháy thành ngọn lửa hoặc cháy hồng đến đầu kẹp mẫu</li> <li>Mẫu có thể nhỏ giọt đốt cháy bóng</li> <li>Không có mẫu nào cháy hồng lưu lại quá 60 s sau khi bỏ lửa mỗi</li> </ul>

Xác định độ tổn hao khối lượng sau cháy: que thử là các thanh bằng tre có kích thước 125x13x5 mm, được sấy khô tới điều kiện không đổi trước khi tiến hành quét mẫu thử với 2 lớp màng phủ; để khô sau 48 h và sấy khô tới khối lượng không đổi, cân khối lượng mẫu thử được  $m_0$  g. Sau đó, tiến hành thử cháy theo phương pháp UL94:2010 để xác định mức V-0, V-1, V-2. Kết thúc quá trình đốt cháy, tiến hành cân lại khối lượng mẫu thử được  $m_1$  g. Độ tổn hao khối lượng sau cháy được xác định bằng công thức:

$$\Delta m = \frac{m_0 - m_1}{m_0}, \%$$

**Quy hoạch thực nghiệm:** qua nghiên cứu lý thuyết

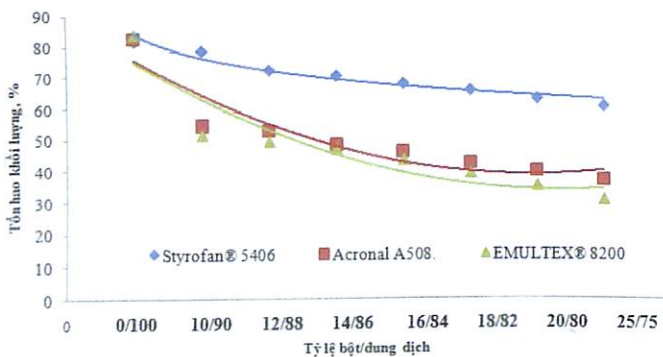
và thực nghiệm thăm dò cho thấy, quá trình chế tạo màng phủ phụ thuộc vào nhiều yếu tố, trong đó yếu tố tỷ lệ các cấu tử trong hệ phụ gia chậm cháy ảnh hưởng nhiều nhất đến tính chậm cháy của sản phẩm. Để số thí nghiệm khảo sát là ít nhất mà vẫn xác định được các điều kiện tối ưu với hàm mục tiêu là tỷ lệ tổn hao khối lượng của mẫu thử cháy sau khi phủ màng phủ nghiên cứu là nhỏ nhất, chúng tôi đã sử dụng bài toán quy hoạch thực nghiệm, với phương pháp đáp ứng bề mặt (RSM) là một phương pháp sử dụng toán học và thống kê, được áp dụng rộng rãi để xác định ảnh hưởng của các yếu tố, xác định được phương trình hồi quy dạng tuyến tính hoặc phi tuyến tính, từ đó xác định được tỷ lệ, điều kiện tối ưu với mục tiêu nêu trên.

Quá trình khảo sát, phân tích số liệu và tính toán tối ưu sử dụng phần mềm thống kê Solver-MS Excel và phần mềm Maple 17.0 để thể hiện bề mặt đáp ứng biểu diễn sự phụ thuộc của các yếu tố nghiên cứu đến hàm mục tiêu nghiên cứu.

**Kết quả nghiên cứu**

*Nghiên cứu lựa chọn hệ chất tạo màng phủ*

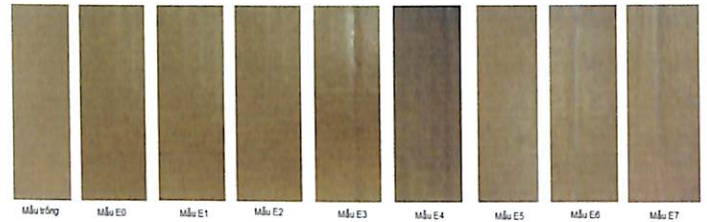
Nhằm tìm ra tỷ lệ sử dụng chất tạo màng phủ không màu, sau khi khô vẫn đảm bảo khả năng kháng cháy cho vật liệu, nghiên cứu đã tiến hành khảo sát độ trong suốt của màng sau khô và độ tổn hao khối lượng sau thử cháy đối với cả 3 loại chất tạo màng EMULTEX® 8200, Styrofan® 5406 và Acronal A508. Kết quả thử nghiệm được thể hiện trên hình 2 và hình 3.



Hình 2: khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ chất tạo màng đến độ tổn hao khối lượng

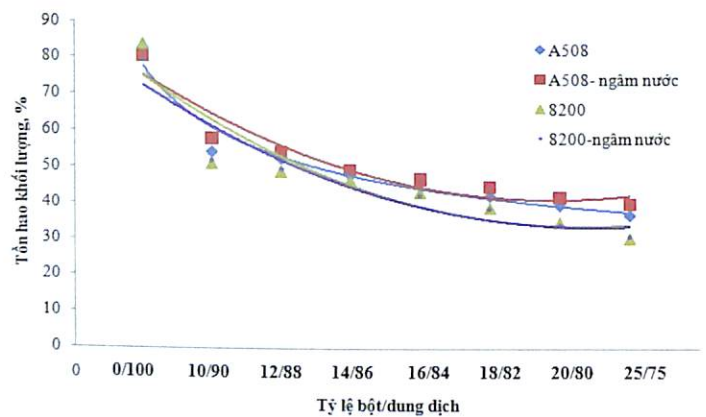
Khi tăng tỷ lệ phụ gia chậm cháy đối với cả 3 hệ chất tạo màng thì khả năng ngăn cháy của hệ vật liệu chế tạo đều được cải thiện: với tỷ lệ phụ gia thấp, lớp than trương phồng tạo ra còn mỏng, nên khả năng cách nhiệt còn thấp, nhiệt truyền qua lớp than và phân hủy nhiệt vật liệu gỗ bên trong, nên độ tổn hao khối lượng của mẫu thử sau khi thử cháy cao; khi tăng tỷ lệ sử dụng phụ gia, lớp than nở đạt được khả năng cản nhiệt tiếp xúc với vật liệu nền, dẫn đến tổn hao khối lượng

sau khi thử cháy giảm xuống, và khi đạt mức độ cản nhiệt nhất định thì độ tổn hao có giảm, nhưng không còn giảm mạnh; và nếu tiếp tục tăng hàm lượng bột thì màng phủ sau khô bị đục, không đảm bảo tính trong suốt của màng phủ. Do đó, trong quá trình nghiên cứu, chúng tôi lựa chọn chất tạo màng Acronal A508 với tỷ lệ 16/84 và chất tạo màng EMULTEX 8200 với tỷ lệ 18/82, thu được tổn hao khối lượng sau cháy thấp và độ trong suốt của màng phủ khô đảm bảo yêu cầu.



Hình 3: thử nghiệm độ trong của màng phủ sử dụng nhựa EMULTEX 8200 sau khô

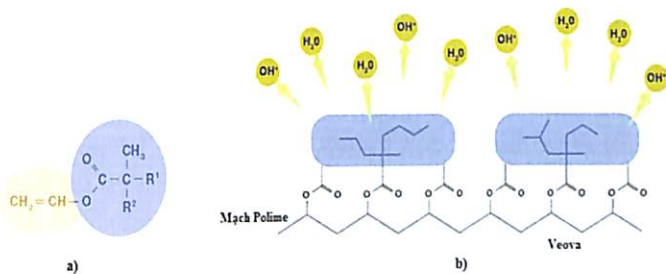
Màng phủ này có thể được ứng dụng ngoài trời, nên để nghiên cứu độ bền màng phủ, chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu độ bền nước của các que thử sau khi quét các chất tạo màng Acronal A508 và EMULTEX 8200. Kết quả nghiên cứu được thể hiện trong hình 4.



Hình 4: khảo sát ảnh hưởng ngâm nước đến độ tổn hao khối lượng

Từ đồ thị hình 4 ta thấy, độ tổn hao khối lượng của các mẫu thí nghiệm sau khi ngâm nước là không đáng kể, nhưng những mẫu phủ chất tạo màng Acronal A508 bị phồng dộp và hóa trắng. Điều này có thể được giải thích như sau: nhũ tương EMULTEX 8200 là sản phẩm đồng trùng hợp của vinyl acrylic và vinyl axetat veova (hình 5a). Monomer vinyl axetat veova dễ dàng đồng trùng hợp với vinyl acrylic trong nhũ tương, các nối đôi trong nhóm vinyl của monomer này sẽ liên kết với các nối đôi trong nhóm vinyl acrylic tạo mạch polyme dạng màng. Nhóm chức còn lại của veova chứa 2 nhóm alkyl R1, R2 chia ra ngoài, là một

cấu trúc mạch nhánh công kênh, kỵ nước. Nhờ cấu trúc mạch polyme tạo màng có khả năng kháng nước và kiềm cao hơn nhiều so với những chất tạo màng trên cơ sở acrylic thông thường, nên màng phủ được tạo thành từ EMULTEX 8200 sẽ bao bọc các hạt tác nhân chậm cháy, bám chắc trên nền vật liệu gỗ, đầu kỵ nước của mạch polyme chia ra ngăn cản không cho phân tử nước xâm nhập để phá hủy màng (hình 5b). Trong khi đó, chất tạo màng Acronal A508 là nhũ tương acrylic nguyên sinh, mạch polyme chỉ là mạch hydrocarbon thông thường, khi ngâm nước hệ tác nhân chậm cháy dễ hấp phụ nước, làm phồng rộp, gây ra hiện tượng hóa trắng và làm bong lớp màng khỏi bề mặt vật liệu được bảo vệ. Như vậy, nghiên cứu lựa chọn chất tạo màng EMULTEX 8200 với tỷ lệ 18/82 làm chất tạo màng để chế tạo màng phủ chậm cháy.



Hình 5: a) monomer vinyl axetat veova; b) cơ chế kháng nước của màng veova

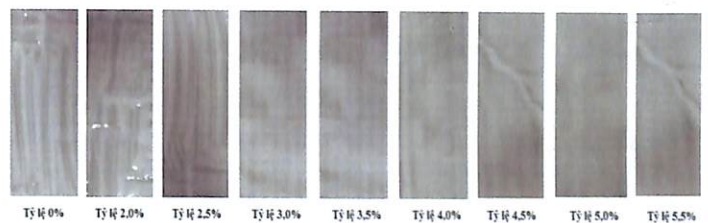
### Nghiên cứu thông số công nghệ chế tạo màng phủ

Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian khuấy và tốc độ khuấy đến độ suy giảm khối lượng sau cháy của mẫu thử cho thấy: khi tăng tốc độ khuấy thì khả năng kháng cháy của màng phủ cũng tăng, còn tốc độ suy giảm khối lượng sau cháy chậm, không đáng kể. Mặt khác, tốc độ khuấy ảnh hưởng nhiều đến khả năng phân tán của hệ phụ gia, ở tốc độ thấp các hạt phụ gia bị vón cục và kết tụ với nhau, ảnh hưởng tới bề mặt ngoại quan của hệ màng phủ. Từ đó, nghiên cứu chọn tốc độ khuấy tạo hệ màng phủ là 1600 vòng/phút. Khi tăng thời gian khuấy, khả năng kháng cháy của màng phủ cũng tăng, nhưng không đáng kể. Nếu thời gian khuấy chưa đủ, sẽ ảnh hưởng đến sự phân tán các hạt phụ gia vào chất tạo màng hoặc chưa thể phân tán các hạt huyền phù, làm giảm độ đồng đều của hệ phụ gia, ảnh hưởng đến chất lượng và độ đồng nhất của hệ màng phủ; còn thời gian khuấy tăng sẽ làm tăng độ đồng đều của hệ phụ gia trong chất tạo màng, và khi đạt một khoảng thời gian nhất định thì độ đồng đều không tăng nữa. Từ các thí nghiệm, chúng tôi chọn thời gian khuấy tạo hệ huyền phù là 60 phút.

### Nghiên cứu lựa chọn tỷ lệ phụ gia cải thiện tính chất của màng

Các thành phần trong màng phủ có sức căng bề mặt khác nhau, do độ bay hơi của dung môi hoặc phản ứng tạo liên kết của các thành phần trong màng phủ hoặc một vài yếu tố khác (thi công, bụi bẩn trong không khí, bề mặt vật liệu phủ...). Do vậy, màng phủ được chế tạo để có các khuyết tật làm ảnh hưởng đến tính thẩm mỹ, để ngăn ngừa những khuyết tật này phải dùng phụ gia hoạt động bề mặt. Ở đây, chúng tôi lựa chọn phụ gia Propylen Glycol - PG để cải thiện độ đồng đều, trơn láng của bề mặt phủ, đồng thời tăng tính ổn định, chống đóng băng và phân giải.

Kết quả khảo sát cho thấy, khi tăng hàm lượng phụ gia PG, ảnh hưởng không đáng kể đến khả năng chậm cháy của hệ, nhưng cải thiện rõ rệt độ đồng đều của màng phủ (hình 6). Để đảm bảo tính kinh tế của sản phẩm, chúng tôi lựa chọn tỷ lệ phụ gia PG là 4% (so với khối lượng dung dịch chất tạo màng) cho các nghiên cứu tiếp theo.

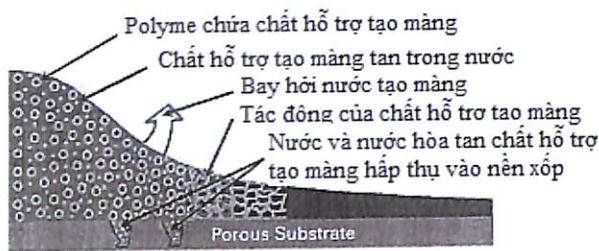


Hình 6: mẫu thử đánh giá ngoại quan màng khi quét

Các bột phụ gia chậm cháy được phân bố trong hệ chất tạo màng phải đồng đều để đảm bảo khả năng ngăn cháy trên toàn bộ màng phủ. Tuy nhiên, quá trình tạo màng diễn ra nhờ sự liên kết tạo màng của chất kết dính và sự tạo màng này xảy ra chậm và chỉ xảy ra ở một khoảng nhiệt độ nhất định, vì mỗi loại nhựa có giới hạn tạo màng khác nhau. Với một loại nhựa nhất định, nếu kéo màng ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ tới hạn của nó thì màng sẽ không hình thành, mà chỉ tạo ra một lớp bột không kết dính với nhau được. Do đó, để mở rộng giới hạn tạo màng và cải thiện sự phân bố đồng đều của phụ gia, chúng tôi sử dụng phụ gia hỗ trợ tạo màng Texanol.

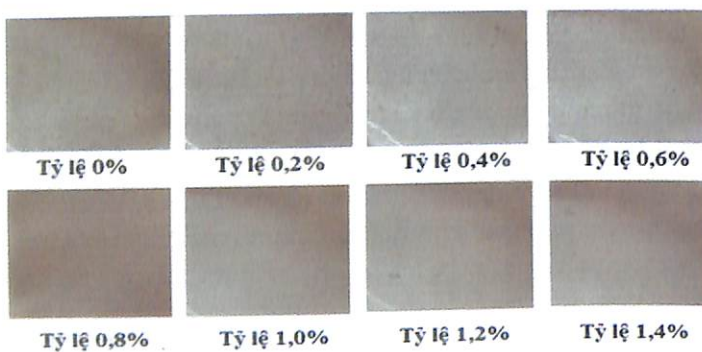
Theo kết quả thực nghiệm, phụ gia Texanol ảnh hưởng đến khả năng làm chậm cháy của hệ chất tạo màng, nhưng làm tăng tính đàn hồi của màng. Trên cơ sở tìm hiểu về cơ chế hình thành màng, chúng tôi nhận thấy: nhũ tương polyme tồn tại như những giọt vật liệu rắn rất nhỏ phân tán trong nước, trên các vật

liệu xốp, nước và phụ gia kết hợp tạo màng hòa tan trong nước, di chuyển lên bề mặt vật liệu xốp; trong quá trình khô của màng, các hạt latex sẽ nằm sát hơn. Khi lực đẩy trên bề mặt giọt để giữ các hạt tách nhau không còn, hệ nhũ tương bị phá vỡ, nếu các hạt nhũ tương đủ mềm, chúng sẽ hợp nhất để hình thành lớp màng; nếu các hạt quá thô, quá trình hợp nhất sẽ không xảy ra, làm nứt lớp phủ, tạo vảy hoặc bị nát vụn. Phụ gia Texanol có tác dụng như một chất hóa dẻo tạm thời cho màng polymer trong giai đoạn hợp nhất các hạt nhũ để tạo màng liên tục (hình 7). Trong quá trình tối ưu hóa, chúng tôi chọn hàm lượng Texanol là 0,8% (so với khối lượng dung dịch).



Hình 7: cơ chế hình thành màng của hệ nhũ tương polyme

Ngoài ra, do việc sử dụng công nghệ khuấy ở tốc độ cao, sự phân tán của hệ rắn vào lỏng thường kéo theo các phân tử khí vào hệ màng phủ, tạo bọt khí, làm ảnh hưởng đến chất lượng bề mặt màng. Để khắc phục hiện tượng này, chúng tôi sử dụng phụ gia phá bọt DELSIPOL-PA/120, kết quả thực nghiệm được thể hiện trong hình 8, với tỷ lệ phụ gia phá bọt là 0,8% khối lượng dung dịch là phù hợp.



Hình 8: khảo sát lựa chọn tỷ lệ phụ gia phá bọt

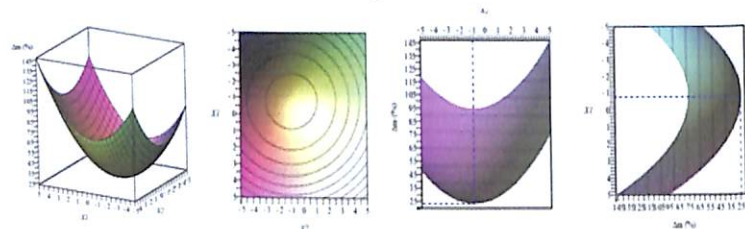
**Nghiên cứu tối ưu hóa tỷ lệ phụ gia chậm cháy**

Dung dịch tạo màng phủ chậm cháy gồm: phụ gia cải thiện tính chất màng (CTM), dung môi pha loãng - nước, nhằm cải thiện tính chất thi công, và hỗn hợp 3 phụ gia chậm cháy là: phụ gia axit hóa Amonium polyphosphate (APP), phụ gia than hóa Pentaerythritol

(PER) và phụ gia phồng nở Melamin (ME). Để tối ưu tỷ lệ phụ gia chậm cháy, chúng tôi đã mô hình hóa sự ảnh hưởng của các yếu tố: lượng nước pha loãng, lượng dung dịch chất tạo màng, lượng phụ gia APP, lượng phụ gia PER, lượng phụ gia ME đến tính chất ngăn cháy của màng phủ. Phương pháp được sử dụng là phương pháp quy hoạch thực nghiệm bậc hai tâm xoay [5-7]. Phương trình hàm hồi quy bậc hai về tổn hao khối lượng sau cháy của hệ màng phủ nghiên cứu như sau:

$$Y = 26,0898 + 3,4222X_1 + 2,7947X_2 + 2,1166X_1^2 + 1,4797X_2^2$$

Trong đó,  $X_1$  là biến mã thể hiện tỷ lệ tác nhân chậm cháy APP/hỗn hợp bột;  $X_2$  là biến mã thể hiện tỷ lệ tác nhân chậm cháy PER/hỗn hợp bột. Sử dụng phần mềm Maple 17.0 ta có bề mặt biểu diễn thể hiện sự ảnh hưởng của tỷ lệ phụ gia chậm cháy tới độ tổn hao khối lượng sau cháy khi phủ mẫu lên mẫu thử của hệ màng phủ nghiên cứu như hình 9, cấp phối tối ưu để chế tạo màng phủ thể hiện trong bảng 1.



Hình 9: biểu diễn ảnh hưởng của tỷ lệ phụ gia tới độ tổn hao khối lượng khi cháy

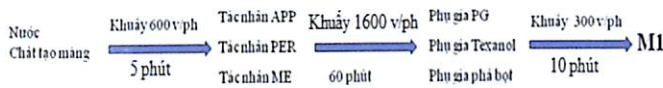
Bảng 1: cấp phối chế tạo màng phủ

Biến mã		Tỷ lệ		Cấp phối tối ưu (%)				
$X_1$	$X_2$	APP/B	PER/B	N	CTM	APP	PER	ME
-0,8	-1,2	0,574	0,156	287	123	51,65	14,05	24,3

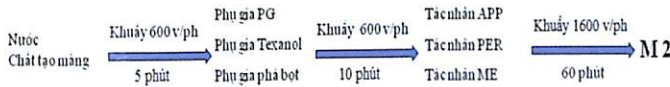
**Nghiên cứu quy trình công nghệ chế tạo màng phủ**

Quá trình thử nghiệm cho thấy, giai đoạn phân tán hệ phụ gia là giai đoạn có ý nghĩa quan trọng trong việc hình thành màng phủ và tạo sự ổn định cho hệ. Do vậy, nhóm nghiên cứu đã tiến hành phân tán hệ phụ gia theo 3 quy trình khác nhau để tìm ra quy trình tối ưu nhất, tạo độ ổn định cao nhất cho sản phẩm nghiên cứu, cụ thể như sau:

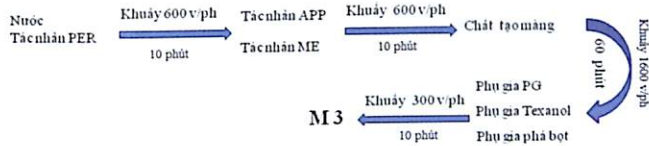
Quy trình 1:



Quy trình 2:



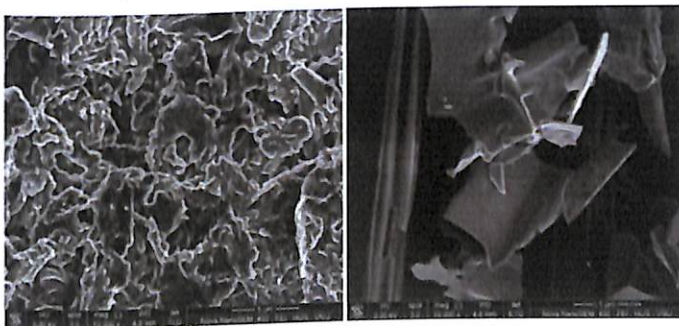
Quy trình 3:



Kết quả nghiên cứu các quy trình trên cho thấy, ở mẫu M1, M2 hệ phụ gia chậm cháy phân tán không đồng đều. Như vậy, nếu phân tán hệ phụ gia vào chất tạo màng trước, do chất tạo màng có độ nhớt cao, nên khó hòa tan PER, các phụ gia dễ vón cục, không phân tán đồng đều. Vì thế, nhóm thực hiện đã lựa chọn quy trình 3 để chế tạo hệ màng phù hợp nghiên cứu.

**Phân tích ảnh SEM bề mặt lớp than hình thành sau khi tiếp xúc với ngọn lửa**

Để có cơ sở dữ liệu đầy đủ về cơ chế chậm cháy của màng phủ sau khi tiếp xúc với ngọn lửa, nhóm nghiên cứu sử dụng hình ảnh từ kính hiển vi điện tử để quan sát lớp than hình thành trên bề mặt sản phẩm nghiên cứu, kết quả được thể hiện trong hình 10.



a) Ảnh SEM lớp than trương phồng b) Ảnh SEM bề mặt lớp than gãy vỡ

Hình 10: ảnh SEM độ phóng đại 10.000 - bề mặt mẫu thử có phủ và không phủ sau khi thử cháy theo tiêu chuẩn

Khả năng bảo vệ vật liệu nền của màng phủ phụ thuộc nhiều vào tính chất vật lý, hóa học và cấu trúc của lớp than bảo vệ hình thành sau khi tiếp xúc với ngọn lửa. Ảnh SEM chụp bề mặt lớp than trương phồng cho thấy, cấu trúc của lớp than trương phồng có chiều hướng đặc hơn và đồng đều hơn, có rất nhiều

cấu trúc lỗ kín nhỏ như bọt xốp. Nó giải thích cho cơ chế phản ứng mất nước của PER tạo than và cơ chế tạo khí của hợp chất melamin trong một khoảng nhiệt độ phù hợp. Lớp trương phồng có cấu trúc lỗ xốp nhỏ, tạo thành lớp màng cản nhiệt, ngăn không cho nhiệt lượng từ ngọn lửa tiếp xúc với vật liệu bảo vệ, đồng thời ngăn oxy tiếp xúc với vật liệu nền, làm giảm đáng kể khả năng lây lan đám cháy khi xảy ra hỏa hoạn.

**Sản xuất và ứng dụng thử**

**Sản xuất thử nghiệm:** để thử nghiệm màng phủ chậm cháy lên các sản phẩm vật liệu dễ cháy, nhóm nghiên cứu đã sản xuất thử nghiệm sản phẩm MCC-144, khối lượng 200 kg/m<sup>2</sup> theo cấp phối nêu trên. Sau đó, tiến hành kiểm tra chỉ tiêu chất lượng của sản phẩm và so sánh với sản phẩm cùng loại có trên thị trường. Kết quả kiểm tra chất lượng của sản phẩm được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2: đánh giá tính chất so với sản phẩm NO-BURN® Original

TT	Tên chỉ tiêu	Đơn vị	MCC-114	NO-BURN®	Phương pháp
1	Độ pH	-	7	6	TCVN 8826:2011
2	Khối lượng thể tích	g/cm <sup>3</sup>	1,13	1,08	ASTM D1475:2008
3	Thời gian khô	Giờ			TCVN 2096:1993
	- Khô bề mặt		1h30'	1h45'	
	- Khô hoàn toàn		11h20'	10 h 30'	
4	Hàm lượng phần khô	%	42,6	30,6	TCVN 2093 - 1993
5	Độ bóng, @ 60° trên gỗ	-	35	32	TCVN 2101:2008
6	Hàm lượng VOC	g/l	66	18	ISO 17895:2005
7	Kháng cháy trên gỗ	-	Đạt mức V0	Đạt mức V0	UL94:2010
8	Kháng cháy phủ trên xốp	-	Đạt mức HBF	Đạt mức HBF	ISO 9772:2012

Số liệu bảng 2 cho thấy, màng phủ của nhóm nghiên cứu có các chỉ tiêu khá tương đồng so với sản phẩm trên thế giới, tuy khả năng kháng bắt cháy còn chưa bằng sản phẩm đối chứng, nhưng vẫn đạt tiêu chuẩn thử nghiệm. Trong thời gian tới, nhóm sẽ tiếp tục cải tiến để đạt hiệu quả chống bắt cháy cao hơn.

**Ứng dụng:** sản phẩm nghiên cứu MCC-114 được thử nghiệm trên ván và kết cấu gỗ tại 3 công ty: Cổ phần Tất Phú với ván sàn gỗ nhân tạo; TNHH gỗ Giang (Thạch Thất, Hà Nội) thử trên ván gỗ tự nhiên; TNHH MTV Vương Đình với cả sản phẩm gỗ tự nhiên và nhân tạo trong các công trình xây dựng (cửa sổ, cửa đi và vách ngăn...).

Nhóm nghiên cứu đã thử lửa mẫu cho khách hàng chứng kiến và nhận được sự quan tâm, đánh giá cao về tính năng của màng phủ. Sau một thời gian ứng dụng thử, các đơn vị này đều nhận xét với các kết quả tốt, cụ thể: màng phủ chậm cháy MCC-114 có màu trắng

sữa đồng nhất, khi quét lên bề mặt sản phẩm có màu trắng, để khô thì không màu, không gây ảnh hưởng đến màu sắc sản phẩm được phủ; thi công dễ dàng bằng cách quét, lăn hoặc phun máy; dung dịch màng phủ không có mùi khó chịu, không gây ảnh hưởng đến sức khỏe con người; tính năng chống cháy của sản phẩm đã được kiểm chứng trên thực tế.

### Kết luận

Nhóm nghiên cứu đã chế tạo thành công màng phủ chậm cháy thân thiện môi trường (quy mô pilot), với các kết quả thử nghiệm rất khả quan. Sản phẩm bám dính tốt trên nền xốp, gỗ, nhựa, ngăn ngừa khả năng bắt cháy của vật liệu khi tiếp xúc trực tiếp với ngọn lửa. Chỉ tiêu kỹ thuật của sản phẩm nghiên cứu đáp ứng yêu cầu đặt ra và cho kết quả tương đương với sản phẩm ngoại nhập; quy trình thi công đơn giản, phù hợp với công tác thi công cải tạo, sửa chữa trực tiếp tại công trình.

Nghiên cứu đã đưa ra được quy trình công nghệ chế tạo màng phủ chậm cháy ở quy mô pilot tương đối đơn giản và có tính khả thi cao, có thể dễ dàng chuyển giao công nghệ cho các đơn vị sản xuất sơn, do quy trình công nghệ hoàn toàn phù hợp với những dây chuyền sản xuất sơn phủ thông thường.

Về giá thành, sản phẩm nghiên cứu hoàn toàn có khả năng cạnh tranh với những sản phẩm thương mại có mặt trên thị trường. Nhờ nguyên liệu tương đối đơn

giản, có khả năng chế tạo trong nước, do đó có thể hoàn toàn làm chủ được công nghệ chế tạo, giảm chi phí và đa dạng hóa sản phẩm.

### Tài liệu tham khảo

- [1] Guojian Wang, Jiayun Yang (2012), "Influences of molecular weight of epoxy binder on fire protection of waterborne intumescent fire resistive coating", *Surface & coatings Technology*, **206**, pp.2146-2151.
- [2] Guojian Wang, Yilong Wang, Jiayun Yang (2012), "Influences of polymerization degree of ammonium polyphosphate on fire protection of waterborne intumescent fire resistive coating", *Surface & Coatings Technology*, **206**, pp.2275-2280.
- [3] Chih-Shen Chuang, et al (2013), "Fire retardancy and CO/CO<sub>2</sub> emission of intumescent coatings on thin plywood panel with waterborne vinyl acetate-acrylic resin", *Wood Sci Technol*, **47**, pp.353-367.
- [4] UL 94:2010 : Standard for Safety, Test for Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Appliances, Underwriters Laboratories Inc.
- [5] Nguyễn Minh Tuyên (2007), *Giáo trình Phương pháp quy hoạch thực nghiệm*, Nhà xuất bản Xây dựng.
- [6] Bùi Minh Trí (2005), *Xác suất thống kê và quy hoạch thực nghiệm*, Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật.
- [7] Lê Cao Chiên, Trịnh Minh Đạt, Lê Thị Song Hà, Vũ Ngọc Quý (2015), "Tối ưu hóa hệ phụ gia chậm cháy trong chế tạo màng phủ chậm cháy thân thiện môi trường", *Tạp chí Phát triển vật liệu xây dựng*, số 1, tr.32-37.