

NGHIÊN CỨU QUY TRÌNH CÔNG NGHỆ SẢN XUẤT KEO UREA FORMALDEHYDE (UF-KC113) CHUYÊN DỤNG SẢN XUẤT VÁN MDF ĐẠT CHUẨN E1 CHÂU ÂU

Phạm Tường Lâm^{1*}, Trần Văn Chứ¹, Cao Quốc An¹, Nguyễn Tất Thắng¹

TÓM TẮT

Nghiên cứu tiến hành xây dựng quy trình công nghệ sản xuất keo urea formaldehyde (UF-KC113) chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu. Thông qua các bước xây dựng quy trình dạng sơ bộ, khảo nghiệm, từ đó đề xuất quy trình sản xuất hoàn thiện. Thông qua thử nghiệm tính chất của sản phẩm keo UF-KC113 và ván MDF làm căn cứ đánh giá chất lượng và hiệu quả của quy trình đề xuất. Sản phẩm keo UF-KC113 tạo ra từ quy trình có tính ổn định cao, chất lượng tốt, thân thiện với môi trường, hàm lượng formaldehyde tự do có chỉ số lần lượt là 1,14% và 1,21% ở cả hai bảng kết quả kiểm tra thông số kỹ thuật keo, hoàn toàn đáp ứng Quy chuẩn Kỹ thuật Quốc gia QCVN 03-01: 2018/BNNPTNT về keo dán gỗ. Ván MDF sử dụng keo UF-KC113 có các tính chất cơ lý đạt Tiêu chuẩn TCVN 7753: 2007 quy định chất lượng cho ván sợi - ván MDF, cụ thể: độ ẩm ván có chỉ số 10,54%, khối lượng riêng ván là 695 kg/m³, trương nở chiều dày ván là 12,15%, độ bền kéo vuông góc 0,71 MPa; độ bền uốn tĩnh và mô đun đàn hồi uốn tĩnh lần lượt là 25,53 MPa và 2,68 GPa. Đặc biệt hàm lượng formaldehyde tự do trong ván ở mức 7,73 mg/100g đạt chuẩn E1 châu Âu quy định tại cả hai Tiêu chuẩn BS EN 13986: 2004 + A1: 2015 và TCVN 7753: 2007.

Từ khóa: Quy trình công nghệ, hàm lượng formaldehyde, keo urea formaldehyde, tính chất cơ lý, ván MDF.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Cùng với sự phát triển của xã hội, công nghệ chế tạo và sử dụng vật liệu keo dán, chất phủ đang ngày càng tiến bộ. Bên cạnh việc đẩy mạnh sự phát triển của công nghệ sản xuất ván nhân tạo, công nghệ sản xuất hàng mộc, người ta cũng không ngừng đưa ra những yêu cầu mới đối với tính chất của các loại keo dán, chất phủ dùng cho sản xuất các sản phẩm này. Các loại keo dán truyền thống có nhiều nhược điểm như: Lâu khô, khả năng chống chịu môi trường kém, khả năng dán dính kém, giá thành cao, độc hại..., dần được thay thế bằng các loại keo dán có nhiều tính năng tốt hơn. Thay vào đó, các loại keo dán có tính năng kỹ thuật tốt, thân thiện với môi trường, giá cả phải chăng ngày càng được ưu tiên sản xuất và sử dụng.

Hiện nay, tại Việt Nam sản xuất ván MDF là một trong những ngành công nghiệp được ưu tiên và có quy mô rất lớn. Với sự phát triển của một loạt những nhà máy chế biến ván MDF có công suất lớn như: Nhà máy chế biến gỗ Nghệ An (nhà máy chế biến gỗ lớn nhất Đông Nam Á với công suất 400 nghìn m³/năm); Công ty Cổ phần MDF VRG Dongwha

(công suất 300 nghìn m³/năm); MDF VRG Quảng Trị (công suất 202 nghìn m³/năm); Công ty Cổ phần gỗ MDF Thanh Thành Đạt (công suất 120 nghìn m³/năm); Kim Tín Group (công suất 160 nghìn m³/năm); Nhà máy chế biến gỗ MDF Quảng Nam (55 nghìn m³/năm)..., với quy mô sản xuất lớn như vậy nên ngoài nhu cầu về nguyên liệu gỗ thì nhu cầu sử dụng keo dán dùng cho ván MDF cũng rất lớn và rất được chú trọng. Để đáp ứng nhu cầu keo dán gỗ cho công nghiệp chế biến gỗ nói chung và công nghiệp chế biến ván MDF nói riêng, một số hãng sản xuất keo trên thế giới đã cung cấp các sản phẩm keo với số lượng tương đối lớn với giá trị hàng trăm triệu USD. Tuy nhiên, giá bán các loại keo này thường rất cao và chiếm tỷ trọng đáng kể trong giá thành sản phẩm. Đó là một trong những thách thức lớn đối với các doanh nghiệp sản xuất ván nhân tạo chất lượng cao dùng cho xuất khẩu hiện nay.

Keo urea formaldehyde (UF) là một trong số những loại keo dán được tổng hợp từ các hợp chất cao phân tử và được dùng phổ biến ở nước ta và trên thế giới. Keo UF với nhiều ưu điểm, nguyên liệu sẵn có, rẻ tiền, dễ sản xuất, ít gây độc hại, đóng rắn nhanh, chất lượng dán dính đảm bảo. Các nghiên cứu trong nước liên quan đến vấn đề này còn chưa tập trung, mục đích chủ yếu chỉ dừng lại ở mức tạo

¹ Trường Đại học Lâm nghiệp

*Email: phamtuonglamvf@gmail.com

ra dòng keo UF có chất lượng đáp ứng nhu cầu sản xuất và tiêu thụ trong nước, chưa quan tâm nhiều đến vấn đề nâng cao chất lượng và an toàn sản phẩm theo tiêu chuẩn quốc tế cũng như chưa quan tâm đến vấn đề giảm giá thành sản phẩm. Nhìn chung những nghiên cứu trong nước liên quan đến vấn đề chế tạo keo UF chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu còn hạn chế, các nghiên cứu chỉ dừng lại ở quy mô phòng thí nghiệm hoặc mức độ ứng dụng ở quy mô sản xuất nhỏ lẻ. Do nhiều nguyên nhân khách quan cũng như chủ quan chưa đủ điều kiện tiến hành các nghiên cứu một cách hệ thống, dẫn đến khả năng và phạm vi ứng dụng trong sản xuất chưa cao.

Chính vì vậy, định hướng nghiên cứu sâu, mang tính hệ thống với mục tiêu tạo ra dòng sản phẩm keo UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu là rất cần thiết, giúp cho ngành

công nghiệp này chủ động về nguyên vật liệu, tăng khả năng cạnh tranh của sản phẩm đặc biệt là hàng xuất khẩu và định hướng doanh nghiệp theo hướng phát triển bền vững. Với mỗi chủng loại ván thì yêu cầu về chất lượng và hàm lượng của hợp chất tổng hợp keo sử dụng là khác nhau. Chất lượng của sản phẩm keo UF-KC113 chuyên dùng cho ván MDF đã được đi sâu nghiên cứu ở cả phần lý thuyết và thực nghiệm của đề tài, qua đó đã thiết lập được Quy trình sản xuất keo dán UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu với các yêu cầu về chất lượng, hàm lượng và phương pháp tổng hợp mới và rất cụ thể.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên liệu, máy móc thiết bị nấu keo

2.1.1. Máy móc thiết bị nấu keo

Bảng 1. Danh mục hệ thống thiết bị nấu keo

TT	Tên thiết bị	Thông số kỹ thuật	
A	Máy, thiết bị nấu keo		
I	Máy thiết bị chủ yếu nấu keo 2 kg/mẻ; 100 kg/mẻ		
	- Quy mô nấu 2 kg/mẻ: Ở quy mô nấu thử nghiệm này sử dụng nồi nấu nhỏ trong phòng thí nghiệm, dung tích 5L; thiết bị gồm đầy đủ hệ thống điều chỉnh nhiệt độ, hệ thống làm mát... - Quy mô nấu 100 kg/mẻ: Với quy mô nấu này thì nghiên cứu sử dụng nồi nấu mini dung tích 200L; thiết bị gồm đầy đủ hệ thống gia nhiệt, bảo ôn và hệ thống làm mát...		
II	Máy thiết bị chủ yếu nấu keo quy mô công nghiệp		
1	Bể chứa nguyên liệu formaldehyde	Thể tích 20 m ³ , làm bằng inox	
2	Nồi nấu	Kích thước nồi nấu (Đường kính x chiều cao) 2 x 3 m (9,4 m ³); hệ số sử dụng khi nấu: 0,8	
	a	Thiết bị khuấy trộn	Cánh khuấy làm bằng hợp kim chịu ăn mòn hóa chất; công suất động cơ khuấy: 7,5 kW
	b	Thiết bị gia nhiệt	Hệ thống ruột gà, sử dụng hơi nước quá nhiệt
	c	Hệ thống làm mát	Hệ thống ruột gà, sử dụng nước sạch
	b	Thiết bị đo nhiệt độ	Đồng hồ đo nhiệt độ
3	Thiết bị ngưng tụ (bình sinh hàn)	Gắn trực tiếp với nồi nấu	
4	Nồi hơi cấp nhiệt	Áp suất: 8 - 25 bar; nhiệt độ 165 - 250°C	

2.1.2. Nguyên liệu nấu keo

Bảng 2. Nguyên liệu sử dụng

TT	Tên nguyên liệu	Thông kỹ thuật	Ghi chú
1	Urea	Hàm lượng urea: 98%	Dạng bột
2	Formaldehyde	Hàm lượng F: 37%	Dạng lỏng
3	NaOH	Hàm lượng: 25%	Dạng lỏng
4	NH ₄ Cl	Hàm lượng: 25%	Dạng lỏng

Nguyên liệu được kiểm tra kỹ nguồn gốc và chất lượng trước khi sử dụng, danh mục nguyên liệu dùng để sản xuất keo UF - KC113 thể hiện tại (Bảng 2).

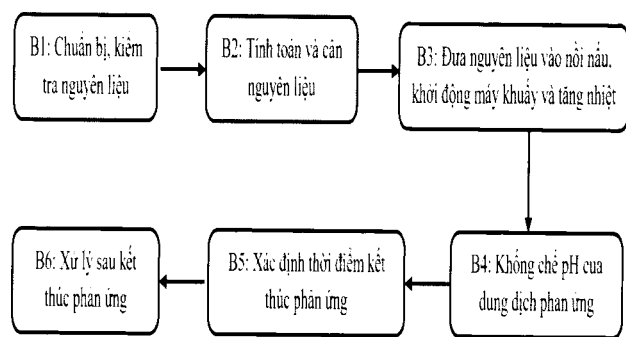
2.2. Phương pháp và quy mô thí nghiệm

Nghiên cứu tiến hành xây dựng Quy trình công nghệ sản xuất keo urea formaldehyde (UF - KC113) chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu theo thứ tự các bước thực hiện như sau:

Bước 1: Phương pháp xây dựng sơ bộ quy trình công nghệ tạo keo UF-KC113

Quy trình công nghệ sơ bộ tạo keo UF-KC113 được thực hiện trên cơ sở tham khảo lý thuyết và kết quả nghiên cứu đã thực hiện trước đó, bao gồm: Thử nghiệm chế tạo keo UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF ở quy mô thí nghiệm 2 kg/m², 100 kg/m², 1.000 kg/m². Sử dụng phương pháp bố trí thực nghiệm đơn yếu tố 3 lần lặp để thử nghiệm và đánh giá các yếu tố ảnh hưởng đến chất lượng của keo UF-KC113, bao gồm các yếu tố ảnh hưởng sau:

- Ảnh hưởng của tỷ lệ mol F/U: 1,1/1; 1,2/1; 1,3/1.
- Ảnh hưởng số lần, lượng phối trộn urea:
 - + 1 lần đưa urea vào: 100 (%).
 - + 2 lần đưa urea vào: 65: 35; 70: 30; 75: 25 (%).
 - + 3 lần đưa urea vào, lượng urea: 60: 25: 15 (%); 55: 28: 17 (%); 50: 30: 20 (%).
- Ảnh hưởng của thời gian nấu, cấp thời gian: 200; 230; 250 (phút).
- Ảnh hưởng của nhiệt độ nấu. Cấp nhiệt độ: 88°C; 90°C; 92°C.
- Ảnh hưởng của tốc độ khuấy trộn. Cấp tốc độ: 55; 60; 65 vòng/phút.
- Ảnh hưởng của giá trị pH. Dải cấp: 4,6 - 4,8; 4,8 - 5,0; 5,0 - 5,2.



Hình 1. Sơ đồ quy trình công nghệ sơ bộ sản xuất keo UF - KC113

Sử dụng kế thừa kết quả nghiên cứu cơ bản đánh giá của các yếu tố ảnh hưởng nêu trên đến chất lượng của keo UF-KC113, căn cứ kết quả tiên nghiên cứu, đã xác lập được các thông số ảnh hưởng tối ưu, ảnh hưởng tích cực tới tính chất của sản phẩm keo. Cụ thể, keo UF - KC113 có chất lượng tốt và có hàm lượng formaldehyde đạt quy chuẩn với tỷ lệ mol F/U: 1,2/1; 3 lần đưa urea vào, với tỷ lệ urea: 55: 28: 17; thời gian nấu 230 phút; nhiệt độ nấu 90°C; tốc độ khuấy 60 vòng/phút; giá trị pH trong khoảng 4,8 - 5,0.

Nghiên cứu tiến hành sử dụng các phương pháp phân tích, đánh giá và xin ý kiến chuyên gia, sơ bộ đề xuất quy trình công nghệ sản xuất keo urea formaldehyde (UF - KC113) chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu (Hình 1).

Bước 2: Phương pháp khảo nghiệm quy trình công nghệ tạo keo UF - KC113

a/ Nội dung và quy mô thực hiện

Nghiên cứu tiến hành khảo nghiệm “Quy trình công nghệ sơ bộ sản xuất keo UF - KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu”. Sau đó thực nghiệm nấu keo được thực hiện tại cơ sở sản xuất (Công ty TNHH MDF Hòa Bình) với các phần chính sau:

- Thực nghiệm tổng hợp keo UF - KC113 với đơn nấu 3.000 kg/m², thực hiện 3 lần lặp.
- Thử nghiệm và đánh giá chất lượng keo UF theo các tiêu chí: Hàm lượng khô; độ nhớt; giá trị pH; hàm lượng formandehyde tự do.
- Thử nghiệm đánh giá tính chất của ván MDF được tạo từ keo UF-KC113 được tổng hợp. Chỉ tiêu kiểm tra bao gồm: Độ ẩm ván; độ bền dán dính; độ bền uốn (MOR); Modun đàn hồi uốn (MOE); độ trương nở chiều dày sau khi ngâm nước; khối lượng riêng và hàm lượng formaldehyde trong ván.

b/ Đơn nấu khảo nghiệm keo UF-KC113

Bảng 3. Đơn nấu khảo nghiệm keo UF-KC113, 3.000 kg/m²

TT	Nguyên liệu	Hàm lượng (%)	Tỷ lệ mol	Khối lượng nguyên liệu (kg)	Ghi chú
1	Urea	98	1	1.159	3 lần đưa vào U ₁ : U ₂ : U ₃ =55: 28: 17
2	Formaldehyde	37	1,2	1.841	
3	NaOH	25		Lượng thích hợp	
4	NH ₄ Cl	25		Lượng thích hợp	

Đơn nấu khảo nghiệm keo UF- KC113 thực hiện theo các bước của quy trình công nghệ sơ bộ sản xuất keo UF-KC113, đơn nấu được thể hiện tại (Bảng 3).

Bước 3: Phương pháp hoàn thiện quy trình công nghệ tạo keo UF-KC113

Quy trình công nghệ sơ bộ tạo keo UF-KC113 được tiến hành khảo nghiệm ở quy mô công nghiệp với đơn nấu 3.000 kg/m³, sau khi khảo nghiệm tiếp tục đánh giá, hoàn thiện và hiệu chỉnh các bước và thông số công nghệ của quy trình, từ đó hoàn thiện

quy trình công nghệ tạo keo UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu.

a/ Quy mô thực hiện

Căn cứ quy trình công nghệ đã hiệu chỉnh hoàn thiện, nghiên cứu tiếp tục tiến hành thực nghiệm nấu keo UF-KC113 ở quy mô 3.000 kg/m³ tại cơ sở sản xuất, thực hiện 3 lần nấu lặp lại.

b/ Đơn nấu nấu keo UF-KC113, 3.000 kg.

Đơn nấu theo quy trình hoàn thiện nấu keo UF-KC113 được thực hiện như (Bảng 4).

Bảng 4. Đơn nấu keo UF-KC113, 3.000 kg/m³

TT	Nguyên liệu	Hàm lượng (%)	Tỷ lệ mol	Khối lượng nguyên liệu (kg)	Ghi chú
1	Urea	98	1	1.159	3 lần đưa vào U ₁ : U ₂ : U ₃ =55: 28: 17
2	Formaldehyde	37	1,2	1.841	
3	NaOH	25		9,6	
4	NH ₄ Cl	25		4	

2.3. Phương pháp kiểm tra chất lượng keo và ván MDF

2.3.1. Phương pháp kiểm tra chất lượng keo UF-KC113

a/ Chỉ tiêu và quy mô thí nghiệm

Bảng 5. Chỉ tiêu và quy mô thí nghiệm kiểm tra chất lượng keo UF-KC113

TT	Chỉ tiêu kiểm tra	Đơn vị tính	Tiêu chuẩn kiểm tra	Số lần lặp	Số lượng mẫu thử/ 1 lần lặp	Khối lượng mẫu (g/mẫu)
1	Hàm lượng khô	mẫu	EN 827: 2005	3	10	5
2	Độ nhớt	mẫu	ASTM D1084-16	3	10	60 - 100
3	pH	mẫu	GB/T 14074-2017	3	10	50
4	Hàm lượng formaldehyde tự do	mẫu	TCVN 11569: 2016	3	3	3 - 5

b/ Phương pháp kiểm tra

- *Kiểm tra hàm lượng khô:* Hàm lượng khô của keo được xác định bằng phương pháp cân sấy theo Tiêu chuẩn EN 827: 2005 [11]; mẫu keo được cân một lượng nhỏ khoảng 5 g/mẫu.

- *Kiểm tra độ nhớt:* Độ nhớt của keo được xác định bằng máy đo độ nhớt theo Tiêu chuẩn ASTM D1084-16 [12].

- *Kiểm tra giá trị pH:* Giá trị pH được xác định thông qua máy đo pH áp dụng theo Tiêu chuẩn GB/T 14074 - 2017 [6].

Ở mỗi công đoạn xây dựng quy trình sản xuất, sản phẩm keo UF-KC113 đều được thực hiện kiểm tra chất lượng với các chỉ tiêu và tiêu chuẩn được áp dụng như (Bảng 5).

- *Kiểm tra hàm lượng formaldehyde tự do:* Thử nghiệm hàm lượng formaldehyde tự do của keo sử dụng phương pháp sulfit, theo Tiêu chuẩn TCVN 11569: 2016 [5]; lấy một lượng mẫu thử khoảng 1 g rồi tiến hành thí nghiệm. Cân khối lượng, chính xác đến 0,001 g.

2.3.2. Phương pháp kiểm tra chất lượng ván MDF sử dụng keo UF-KC113

a/ Chỉ tiêu và quy mô thí nghiệm

Sản phẩm ván MDF sau khi sản xuất được tiến hành thử nghiệm các chỉ tiêu chất lượng liên quan với quy mô thử nghiệm được thể hiện tại (Bảng 6).

Bảng 6. Chỉ tiêu và quy mô thí nghiệm kiểm tra chất lượng ván MDF chiều dày 12 mm sử dụng keo UF-KC113

TT	Chỉ tiêu kiểm tra	Đơn vị tính	Tiêu chuẩn kiểm tra	Số lần lặp	Số lượng mẫu thử/ 1 lần lặp	Quy cách mẫu
1	Độ ẩm ván	mẫu	TCVN 7756-3: 2007	3	10	> 20 g
2	Khối lượng riêng ván	mẫu	TCVN 7756-4: 2007	3	10	50 × 50 mm
4	Trương nở chiều dày ván	mẫu	<i>EN 317: 1993</i>	3	10	50 × 50 mm
5	Độ bền kéo vuông góc	mẫu	EN 319: 1993	3	10	50 × 50 mm
6	Độ bền uốn tĩnh	mẫu	EN 310: 1993	3	10	250 × 50 mm
7	Mô đun đàn hồi uốn tĩnh	mẫu	EN 310: 1993	3	10	250 × 50 mm
8	Hàm lượng formaldehyde	mẫu	<i>EN 120: 1992</i>	3	12	25 × 25 mm

b/ Phương pháp kiểm tra

- *Phương pháp kiểm tra độ ẩm ván:* Phương pháp thử theo Tiêu chuẩn TCVN 7756-3: 2007 [3]; khối lượng mẫu thử tối thiểu đạt 20 g.

- *Phương pháp kiểm tra khối lượng riêng ván:* Phương pháp thử thực hiện theo Tiêu chuẩn TCVN 7756-4: 2007 [4]; kích thước mẫu: Mẫu thử hình vuông, kích thước 50 x 50 mm.

- *Phương pháp kiểm tra trương nở chiều dày ván:* Phương pháp thử thực hiện theo Tiêu chuẩn EN 317: 1993 [7]; kích thước mẫu: Mẫu thử hình vuông, kích thước mỗi cạnh 50 x 50 mm.

- *Phương pháp kiểm tra độ bền kéo vuông góc:* Thực hiện theo Tiêu chuẩn EN 319: 1993 [9]; kích thước mẫu thử mỗi cạnh 50 x 50 mm.

- *Phương pháp kiểm tra mô đun đàn hồi uốn và độ bền uốn tĩnh:* Phương pháp thử thực hiện theo Tiêu chuẩn EN 310: 1993 [10]; kích thước mẫu thử: 250 x 50 mm.

- *Phương pháp kiểm tra hàm lượng formaldehyde tự do:* Phương pháp thử thực hiện theo

Tiêu chuẩn EN 120: 1992 [8]. Phương pháp chiết (Perforater) áp dụng để xác định hàm lượng formaldehyde tồn dư tách ra bằng phương pháp chiết, sau đó xác định bằng phân tích quang phổ. Kích thước mẫu thử: 25 x 25 mm.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Quy trình công nghệ sản xuất keo UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu

Quy trình công nghệ sản xuất keo UF-KC113 được xây dựng dựa trên quy trình công nghệ sơ bộ sản xuất keo UF-KC113 đã được khảo nghiệm ở quy mô công nghiệp, trên cơ sở kết quả thu được từ việc đánh giá chất lượng keo và ván MDF, đã tiến hành phân tích và hiệu chỉnh các bước và thông số công nghệ phù hợp với điều kiện sản xuất thực tiễn, từ đó đề xuất quy trình hoàn thiện sản xuất keo UF-KC113.

3.1.1. Đơn nấu tổng quát keo UF-KC113

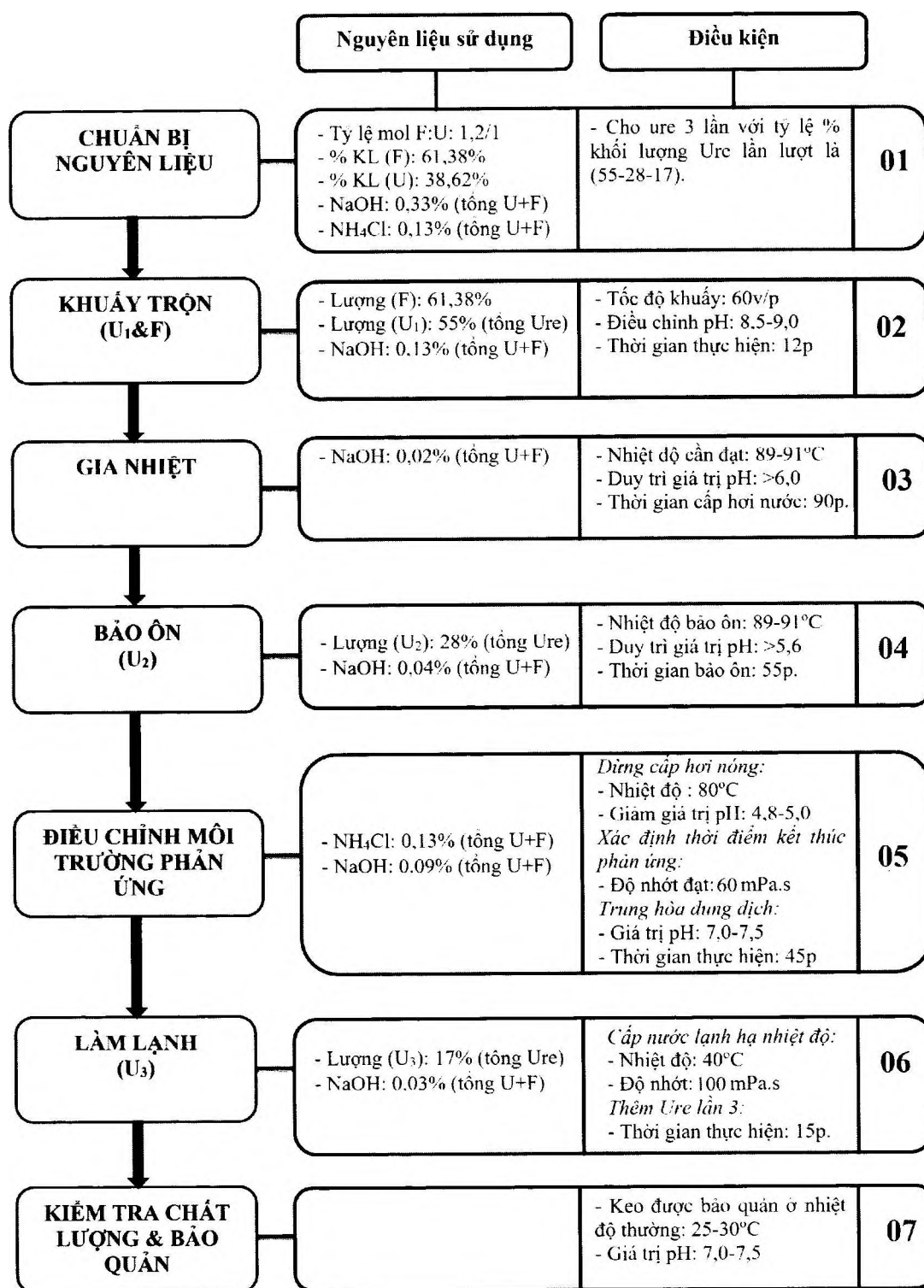
Đơn nấu keo tổng quát dùng cho tất cả các quy mô sản xuất được thể hiện ở bảng 7.

Bảng 7. Đơn nấu tổng quát keo UF-KC113

Nguyên liệu	Hàm lượng (%)	Tỷ lệ mol	Khối lượng nguyên liệu (%)	Ghi chú
Urea	98	1	38,62	3 lần đưa vào U ₁ :U ₂ :U ₃ =55:28:17
Formaldehyde	37	1,2	61,38	Đưa vào 1 lần
NaOH	25		0,32	Tính % theo khối lượng tổng nguyên liệu (U+F)
NH ₄ Cl	25		0,13	Tính % theo khối lượng tổng nguyên liệu (U+F)

3.1.2. Sơ đồ quy trình công nghệ sản xuất keo UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF

Sơ đồ quy trình công nghệ sản xuất keo UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF được thể hiện ở hình 2.



Hình 2. Quy trình công nghệ sản xuất keo UF-KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF

3.1.3. Mô tả các bước công nghệ

Bước 1: Chuẩn bị nguyên liệu, thiết bị

- Nguyên liệu sử dụng trong quá trình tổng hợp keo UF bao gồm: Urea (hàm lượng 98%);

formaldehyde (hàm lượng 37%), dung dịch NaOH (hàm lượng 25%), NH₄Cl (hàm lượng 25%).

- Lượng nguyên liệu sử dụng cho mỗi mẻ nấu phụ thuộc vào dung tích của nồi nấu keo nhưng thông thường đạt từ 80-85% dung tích thiết kế của

nồi; tỷ lệ mol F/U: 1,2/1, số lần cho urea 3 lần theo tỷ lệ (55-28-17%) tổng lượng urea. Lượng hóa chất sử dụng tương ứng như sau:

+ Lượng F: 61,38%.

+ Lượng U: 38,62% trong đó (U_1 : 55%; U_2 : 28%; U_3 : 17%).

- Kiểm tra tình trạng của thiết bị: trước khi tiến hành mẽ nấu cần lưu ý vệ sinh sạch nồi nấu, loại bỏ các vết bẩn vết keo cũ trên cánh khuấy, kiểm tra sự hoạt động của cánh khuấy, hệ thống cấp nhiệt (đường ống hơi, van hơi, đồng hồ đo nhiệt, đầu đo), hệ thống quạt hút và nước làm mát.

Bước 2: Khuấy trộn nguyên liệu ($U_1 + F$)

- Bơm 61,38% formaldehyde vào nồi nấu. Trộn đều hóa chất trong nồi bằng hệ thống cánh khuấy (tốc độ quay 60 v/phút), sau khi dung dịch đồng nhất tiến hành kiểm tra pH của dung dịch. Sử dụng dung dịch NaOH 0,13% để điều chỉnh pH đạt mức pH 8,5-9,0 ở điều kiện thường.

- Urea lần 1 ($U_1=55\%$ tổng lượng urea) được cho vào thông qua hệ thống trục vít, lượng urea cho vào chậm kết hợp cánh khuấy liên tục hoạt động giúp quá trình hòa trộn triệt để, tổng thời gian khuấy trộn nguyên liệu khoảng 12 phút.

Bước 3: Gia nhiệt

Sau khi nguyên liệu được trộn đều hoàn toàn, bắt đầu cấp nhiệt vào nồi nấu bằng cách mở van cấp nhiệt, tiếp tục duy trì khuấy trộn giúp gia nhiệt đồng đều ở các vị trí. Để nâng nhiệt độ nồi nấu lên 89 - 91°C, cần khoảng thời gian khoảng 90 phút, để hạn chế phản ứng diễn ra quá nhanh cần duy trì pH của dung dịch luôn $pH > 6,0$, lượng NaOH cần dùng tùy theo từng mẻ giao động khoảng 0,02% tổng lượng (U+F).

Bước 4: Cho urea lần 2 (U_2) và bảo ôn

Urea lần 2 ($U_2 = 28\%$ tổng lượng urea) được cho vào chậm để theo dõi nhiệt độ trong nồi, khi cho urea vào nhiệt độ trong nồi có xu hướng giảm, để phản ứng xảy ra triệt để cần duy trì bảo ôn ở nhiệt độ 89 - 91°C trong vòng 55 phút. Giá trị pH ở giai đoạn này cần duy trì $pH > 5,6$ cần kiểm tra keo thường xuyên và điều chỉnh bằng NaOH 25% lượng 0,04% tổng lượng (U+F). Tổng thời gian của công đoạn khoảng 55 phút.

Bước 5: Điều chỉnh môi trường để phản ứng diễn ra triệt để

Bắt đầu dùng cấp nhiệt để nhiệt độ trong nồi giảm tự nhiên, dùng dung dịch NH_4Cl 25% với lượng dùng bằng 0,13% tổng lượng (U+F) để điều chỉnh độ pH của dung dịch xuống $pH = 4,8 - 5,0$, tạo điều kiện cho phản ứng xảy ra triệt để, quá trình giảm pH cần tiến hành chậm và kiểm tra pH liên tục 5 phút 1 lần.

Sau khi pH đạt mức yêu cầu, liên tục kiểm tra độ nhớt của dung dịch, khi độ nhớt đạt mức 60 mPa.s có thể tiến hành trung hòa dung dịch để dừng phản ứng trong nồi. Thêm NaOH lượng 0,09% tổng lượng (U+F) vào nồi để trung hòa, giá trị pH sau khi trung hòa đạt $pH 7,0 - 7,5$; nhiệt độ trong nồi ở khoảng 80°C

Bước 6: Cho urea lần 3 (U_3) và làm mát

Sau khi dung dịch được trung hòa bắt đầu cấp nước lạnh để hạ nhiệt độ nồi nấu xuống khoảng 40°C, đồng thời liên tục kiểm tra độ nhớt của dung dịch. Khi độ nhớt của dung dịch đạt mức 100 mPa.s bắt đầu thêm urea lần 3 ($U_3=17\%$ tổng lượng urea). Vào thời điểm nhiệt độ đạt 40°C kiểm tra độ pH của dung dịch phải đạt từ $pH=7,0 - 7,5$ nếu dưới mức trên sử dụng NaOH để điều chỉnh.

Bước 7. Bảo quản

Dung dịch keo sau khi nấu được cất trữ ở khu vực thoáng mát, trong thùng có nắp đậy, có ghi rõ thông tin mẻ nấu, thời gian nấu, thời gian bảo quản keo khoảng 45-50 ngày.

3.2. Kết quả kiểm tra chất lượng keo UF-KC113 và ván MDF

3.2.1. Kết quả kiểm tra chất lượng keo UF-KC113

Quy trình công nghệ sản xuất keo UF-KC113 dùng cho sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu được nhiều cơ sở sản xuất áp dụng và sản xuất ở quy mô công nghiệp hoặc cận công nghiệp, chất lượng keo sau khi nấu được các cơ sở chấp nhận và đánh giá cao. Keo sau khi sản xuất tại các cơ sở theo quy trình đề xuất được lấy ngẫu nhiên và được đưa đến Công ty Cổ phần Khảo sát và Kiểm định xây dựng Hà Nội để thử nghiệm về chất lượng (Bảng 8).

Bảng 8 cho thấy, hàm lượng formaldehyde tự do của keo dán là 1,14% đạt mức quy định về hàm lượng formaldehyde tự do theo Quy chuẩn Kỹ thuật Quốc gia về keo dán gỗ QCVN 03-01: 2018/BNN&PTNT (yêu cầu hàm lượng formaldehyde tự do $< 1,4\%$). Các chỉ số về hàm lượng khô, độ nhớt và giá trị pH của keo UF-KC113 đều phù hợp với mức chất lượng keo UF thông thường sử dụng cho sản xuất ván MDF.

Bảng 8. Kết quả thử nghiệm keo UF dùng cho sản xuất ván MDF

Stt	Các chỉ tiêu thí nghiệm	Đơn vị	Kết quả	Phương pháp thí nghiệm	Ghi chú
1	Hàm lượng khô	%	63,4	EN 827: 2005	
2	Độ nhớt	mPa.s	160	ASTM D1084-16	
3	Giá trị pH	-	7,30	GB/T 14074-2017	
4	Hàm lượng formaldehyde tự do	%	1,14	TCVN 11569: 2016	¹ Đạt

Chú thích: Mẫu ván MDF thử nghiệm có chiều dày 12 mm; mẫu keo có hàm lượng formaldehyde tự do đạt Quy chuẩn Kỹ thuật Quốc gia về keo dán gỗ QCVN 03-01: 2018/BNN&PTNT.

Ngoài ra, để đánh giá hàm lượng formaldehyde tự do trong keo UF-KC113 một lần nữa, nhóm nghiên cứu đã gửi mẫu keo tới phòng thí nghiệm được Bộ Nông nghiệp và PTNT chỉ định là Phòng thí nghiệm Vật liệu và Công nghệ gỗ thuộc Viện Nghiên cứu Công nghiệp rừng - Viện Khoa học Lâm nghiệp Việt Nam. Kết quả được trình bày ở bảng 9.

Bảng 9. Kết quả thử nghiệm hàm lượng formaldehyde tự do trong keo UF-KC113

TT	KH mẫu	Chỉ tiêu thử nghiệm	Phương pháp thử nghiệm	n ¹	Kết quả thử nghiệm	Đơn vị	Đánh giá ²
1	201003-2/PTN(UF-KC113)	Hàm lượng Formaldehyde tự do	TCVN-11569: 2016	3	1,21	%	Đạt

Chú thích: n¹: Số lượng mẫu thí nghiệm; ²Phương pháp đánh giá: Hàm lượng formaldehyde tự do trong keo được đánh giá theo Quy chuẩn Kỹ thuật Quốc gia về keo dán gỗ - QCVN 03-01:2018/BNN&PTNT.

Bảng 9 cho thấy, hàm lượng formaldehyde tự do của keo dán đạt 1,21% đạt mức quy định về hàm lượng formaldehyde tự do theo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về keo dán gỗ QCVN 03 - 01: 2018/BNN&PTNT (yêu cầu hàm lượng formaldehyde tự do < 1,4%). Kết quả của 2 lần thử nghiệm đều chứng tỏ keo tạo ra có chất lượng rất tốt và có hàm lượng formaldehyde tự do nằm trong khoảng cho phép của tiêu chuẩn quy định.

3.2.2. Kết quả kiểm tra sản phẩm ván MDF sử dụng dòng keo UF-KC113

Ván MDF được ép theo quy trình công nghệ của nhà máy sử dụng keo UF-KC113, sau đó được kiểm tra một số các tính chất của ván, kết quả được thể hiện ở bảng 10.

Bảng 10. Kết quả thử nghiệm tính chất ván MDF chiều dày 12 mm sử dụng keo UF-KC113

STT	Các chỉ tiêu thí nghiệm	Đơn vị	Kết quả	Phương pháp thí nghiệm	Chỉ số tiêu chuẩn ván MDF
1	Độ ẩm ván	%	10,54	TCVN 7756-3: 2007	TCVN 7753: 2007 yêu cầu độ ẩm ván 8 đến 12%.
2	Khối lượng riêng	kg/m ³	695	TCVN 7756-4: 2007	TCVN 7750: 2007 yêu cầu ván sợi có khối lượng thể tích nằm trong khoảng 400 ≤ γ < 900 (kg/m ³)
3	Trương nở chiều dày	%	12,15	EN 317: 1993	TCVN 7753: 2007 yêu cầu ván MDF có chiều dày lớn hơn 9 đến 12 mm có trương nở chiều dày sau 24 giờ ngâm trong nước có giá trị không lớn hơn 15%
4	Độ bền kéo vuông góc	Mpa	0,71	EN 319: 1993	TCVN 7753: 2007 yêu cầu ván MDF có chiều dày lớn hơn 9 đến 12 mm có độ bền kéo vuông góc với mặt ván, không nhỏ hơn 0,6 MPa.

5	Độ bền uốn tĩnh	MPa	25,53	EN 310: 1993	TCVN 7753: 2007 yêu cầu ván MDF có chiều dày lớn hơn 9 đến 12 mm có độ bền uốn tĩnh không nhỏ hơn 22 MPa.
6	Mô đun đàn hồi uốn tĩnh	Gpa	2,68	EN 310: 1993	TCVN 7753: 2007 yêu cầu ván MDF có chiều dày lớn hơn 9 đến 12 mm có mô đun đàn hồi uốn tĩnh không nhỏ hơn 2,5 GPa.
7	Hàm lượng formaldehyde tự do	mg/100 g	7,73	EN 717-3: 1996	BS EN 13986: 2004 + A1: 2015 yêu cầu hàm lượng formaldehyde tự do đạt E1 với hàm lượng $F \leq 8$ mg/100 g TCVN 7753: 2007 yêu cầu hàm lượng formaldehyde tự do trong ván $F \leq 9$ mg/100 g.

Kết quả cho thấy chất lượng ván MDF tạo ra đáp ứng được tiêu chuẩn chất lượng của ván sợi quy định tại TCVN 7750: 2007 [1], TCVN 7753: 2007 [2] và BS EN 13986: 2004 + A1: 2015 [13]. Cụ thể: khối lượng riêng của ván đạt 695 kg/m^3 (TCVN 7750: 2007 chỉ yêu cầu $\gamma \geq 400 \text{ kg/m}^3$); độ bền kéo vuông góc với mặt ván đạt 0,71 MPa (Tiêu chuẩn TCVN 7753 - 2007 yêu cầu ván MDF có chiều dày lớn hơn 9 đến 12 mm có độ bền kéo vuông góc với mặt ván không nhỏ hơn 0,6 MPa); mô đun đàn hồi uốn tĩnh đạt 2,68 GPa (Tiêu chuẩn yêu cầu ván MDF có chiều dày lớn hơn 9 đến 12 mm có mô đun đàn hồi uốn tĩnh không nhỏ hơn 2,5 Gpa) hàm lượng formaldehyde tự do trong ván MDF thử nghiệm theo Tiêu chuẩn EN 120: 1992 có hàm lượng 7,73 mg/100 g đạt cấp độ E1 theo Tiêu chuẩn châu Âu BS EN 13986: 2004 + A1: 2015 (hàm lượng $F \leq 8$ mg/100 g), đồng thời cũng thỏa mãn quy định của TCVN 7753: 2007 (hàm lượng $F \leq 9$ mg/100 g).

Kết quả chỉ ra rằng ván MDF được tạo ra từ keo UF - KC113 có chất lượng cao hơn so với những tiêu chuẩn quy định cho ván MDF hiện hành. Điều này một lần nữa khẳng định keo UF-KC113 có chất lượng cao đảm bảo cho sản xuất ván MDF dùng trong nội thất với các chỉ tiêu chuẩn kỹ thuật vượt trội. Đặc biệt có tính an toàn môi trường cao, với hàm lượng formaldehyde tự do trong ván thấp hơn các tiêu chuẩn trong và ngoài nước quy định (Tiêu chuẩn châu Âu BS EN 13986: 2004+A1: 2015, Tiêu chuẩn Việt Nam TCVN 7753: 2007).

4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã xác định được các thông số công nghệ chế tạo keo UF - KC113 chuyên dùng sản xuất ván MDF đạt chuẩn E1 châu Âu, thông qua các bước

công nghệ tiến hành điều chỉnh về lượng và thời gian urea tham gia phản ứng tạo keo, điều chỉnh và khống chế thời gian, nhiệt độ, giá trị pH...trong quá trình phản ứng, tạo điều kiện thuận lợi cho phản ứng giữa urea và formaldehyde xảy ra triệt để, điều này có ý nghĩa hết sức quan trọng, giúp giảm thiểu dư lượng formaldehyde trong keo thành phẩm, đồng thời nâng cao chất lượng dán dính của keo.

Sản phẩm keo UF-KC113 được chế tạo có chất lượng ổn định, hàm lượng formaldehyde tự do trong keo đạt Quy chuẩn Kỹ thuật Quốc gia về keo dán gỗ QCVN 03 - 01: 2018/BNN&PTNT; sản phẩm có thời gian bảo quản lên đến 45 - 50 ngày.

Keo UF - KC113 chế tạo theo quy trình công nghệ đề xuất có tính cạnh tranh cao. Nguyên nhân là do quy trình đề xuất có tính khả thi, dễ thực hiện và áp dụng ở điều kiện hiện có của cơ sở sản xuất; nguyên liệu sử dụng có giá thành thấp, dễ kiếm tại thị trường trong nước.

Sản phẩm ván MDF sử dụng keo UF - KC113 có tính thân thiện cao, hàm lượng formaldehyde tự do trong ván là 7,73 mg/100 g, đạt cấp độ E1 châu Âu quy định tại Tiêu chuẩn BS EN 13986: 2004 + A1: 2015 và TCVN 7753: 2007.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được hỗ trợ kinh phí bởi đề tài khoa học và phát triển cấp Bộ "Nghiên cứu công nghệ sản xuất keo urea formandehyde (UF) chất lượng cao dùng trong sản xuất ván nhân tạo".

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Tổng cục Tiêu chuẩn đo lường chất lượng (2007). TCVN 7750: 2007 về ván sợi - Thuật ngữ, định nghĩa và phân loại. Bộ Nông nghiệp và PTNT.

2. Tổng cục Tiêu chuẩn đo lường chất lượng (2007). TCVN 7753: 2007 về ván sợi - Ván MDF. Bộ Khoa học và Công nghệ.

3. Tổng cục Tiêu chuẩn đo lường chất lượng (2007). TCVN 7756 - 3: 2007 về ván gỗ nhân tạo - Phương pháp thử - Phần 3: Xác định độ ẩm. Bộ Khoa học và Công nghệ.

4. Tổng cục Tiêu chuẩn đo lường chất lượng (2007). TCVN 7756 - 4: 2007 về ván gỗ nhân tạo - Phương pháp thử - Phần 4: Xác định khối lượng thể tích. Bộ Khoa học và Công nghệ.

5. Viện Nghiên cứu Công nghiệp rừng - Viện Khoa học Lâm nghiệp Việt Nam (2016). TCVN 11569: 2016 về keo dán gỗ - Xác định hàm lượng formaldehyde tự do. Bộ Khoa học và Công nghệ.

6. Standardization Administration Of The People's Republic Of China (SAC) (2017). GB/T 14074 - 2017 Test methods of wood adhesives and resins.

7. Belgium Brussels (1993). BS EN 317: 1993 Particleboards and Fibreboards-Determination of Swelling in Thickness after Immersion in Water.

8. British Standards Institution (1992). BS EN 120: 1992 Wood based panels. Determination of

formaldehyde content. Extraction method called the perforator method.

9. British Standards Institution (1993). BS EN 319: 1993 Particleboards and fibreboards - Determination of tensile strength perpendicular to the plane of the board.

10. British Standards Institution (1993). EN BS 310: 1993 Wood-based panels. Determination of modulus of elasticity in bending and of bending strength.

11. British Standards Institution (2005). BS EN 827: 2005 Adhesives-Determination of Conventional Solids Content and Constant Mass Solids Content, chủ biên, Österreichisches Normungsinstitut, Austria.

12. ASTM International (2016). ASTM D1084 - 16 Standard Test Methods for Viscosity of Adhesives.

13. British Standards (2004). BS EN 13986: 2004 Wood-based panels for use in construction Characteristics, evaluation of conformity and marking.

RESEARCH ON TECHNOLOGICAL PROCESS OF HIGH-QUALITY UREA-FORMALDEHYDE (UF-KC113) RESINE USED FOR PRODUCTION OF PLYWOOD MEETING E1 EUROPEAN STANDARDS

Pham Tuong Lam^{1*}, Tran Van Chu¹, Cao Quoc An¹, Nguyen Tat Thang¹

¹Vietnam National University of Forestry

**Email: phamtuonglamvfu@gmail.com*

Summary

Research to build technological process for production of high quality urea formaldehyde resin (UF-KC113) used in plywood meeting E1 European standards. Through the steps of preliminary process, testing, and then proposing a complete production process. Through the property test of UF-KC113 resin and MDF board based on quality assessment of the proposed technique. The results show that the UF-KC113 resin made from this process has good quality, high stability, environmental friendliness, formaldehyde content of about 1.14% and 1.21% ultimately meeting National Technical Regulation wood adhesives (QCVN 03-01: 2018/ BNNPTNT). MDF boards produced from UF-KC113 resin have mechanical properties meeting TCVN 7753: 2007 standards for fiberboard quality. Specific parameters of the MDF board are as follows: moisture 10.54%, density 695 kg/m³, swelling in thickness after immersion in water 12.15%; perpendicular tensile strength 0.71 MPa. Bending strength and modulus of elasticity in bending modulus of elasticity and bending strength correspondingly are 25.53 MPa and 2.68 GPa. Particular, the content of formaldehyde in the MDF board is 7.73 mg/100 g, meeting the European E1 standard specified in both BS EN 13986: 2004 + A1: 2015 and TCVN 7753: 2007 standards.

Keywords: *Technological process, formaldehyde content, urea formaldehyde, Mechanical properties, MDF.*

Người phản biện: GS.TS. Hà Chu Chử

Ngày nhận bài: 9/11/2020

Ngày thông qua phản biện: 9/12/2020

Ngày duyệt đăng: 16/12/2020