

MỘT SỐ THAY ĐỔI VỀ TÍNH CHẤT SỢI DỨA VIỆT NAM BẰNG PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ TRONG DUNG DỊCH SODIUM HYDROXIDE

Nguyễn Hữu Niếu⁽¹⁾, Phan Thanh Bình⁽²⁾, Huỳnh Sáu⁽³⁾

(1) Trường Đại học Bách khoa, ĐHQG-HCM; (2) ĐHQG-HCM

(3) Trung Tâm Kỹ Thuật Chất Dẻo Tp. Hồ Chí Minh

TÓM TẮT: Ảnh hưởng của hydroxide sodium đến các tính chất của sợi dứa (sisal) Việt Nam đã được nghiên cứu nhằm sử dụng sợi dứa đã được xử lý để chế tạo vật liệu composite nền nhựa polyolefin. Các kết quả cho thấy tỷ trọng của sợi dứa giảm khoảng 7% đến 8%, độ hút ẩm tự nhiên giảm 32%. Các băng dải của phổ hồng ngoại (IR) chứng tỏ có sự chuyển tiếp riêng phần từ cellulose I sang cellulose II do sự thay đổi các thành phần hemicellulose và lignin trong sợi dứa khi xử lý xút với nồng độ 18% ở nhiệt độ 80°C và 100°C.

1. GIỚI THIỆU

Sợi cellulose đi từ nguồn nông nghiệp hay nguồn phế thải là những thể mạnh so với những chất độn vô cơ, chi phí thấp, tỷ trọng thấp, độ dai cao và có thể tái sinh khi sử dụng chúng là vật liệu gia cường cho polyme. Người ta dự đoán rằng ngành này sẽ là một động lực làm tăng nhu cầu sử dụng nhựa và sợi thiên nhiên trong tương lai gần. Những sợi này có thể tự hủy sinh học và vì vậy không ảnh hưởng đến môi trường. Đó là những động lực cho việc sử dụng chúng. Nhược điểm của những sợi này là bản chất phân cực cao làm cho chúng không tương hợp với những polyme không phân cực, có thể làm thay đổi những tính chất bề mặt sợi bằng cách cải thiện sự tương tác giữa sợi và nền nhựa. Sợi dứa lấy từ lá của cây dứa, nó chứa các thành phần chính là cellulose, hemicellulose và lignin. Thành phần hóa học của sợi cho trong bảng 1. Sự thay đổi cấu trúc sau khi xử lý NaOH ở nhiệt độ cao đã được khảo sát trên hình thái thô của sợi, tỷ trọng, độ hút ẩm và phổ hồng ngoại (IR). Trên thế giới, sản lượng sợi dứa (*Agave sisalana*) được thu hoạch khoảng trên 4,5 triệu tấn vào năm 1998, tập trung vào hai nước Tanzania và Brazil. Tại Việt Nam, sợi dứa được trồng trọt và khai thác theo truyền thống, sợi dứa được dùng đan võng, dây nhỏ, khảm...

Bản báo cáo này khảo sát xử lý sơ bộ sợi dứa Việt Nam tại nông trường, biến tính bằng xử lý trong dung dịch NaOH ở nhiệt độ cao và đo một số tính chất liên quan như tỷ trọng, độ hút ẩm và khảo sát phổ hồng ngoại của chúng.

Bảng 1. Thành phần hóa học của sợi dứa

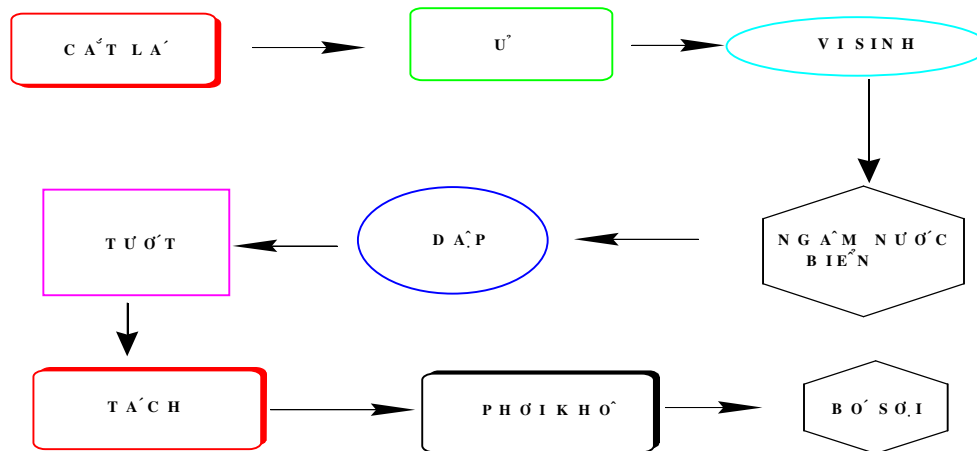
Thành phần	% trọng lượng
Cellulose	73.1
Hemicellulose	13.3
Lignin	11.0
Pectin	0.9
Sáp	0.3
Chất tan trong nước	1.4

2. THÍ NGHIỆM

2.1. Vật liệu : Sợi dứa được lấy mẫu ngẫu nhiên ở tỉnh Ninh Thuận – Việt Nam sau khi đã được xử lý sơ bộ tại nông trường thu hoạch.; Hóa chất: NaOH và Axit acetic.

2.2. Xử lý sợi

2.2.1. Xử lý sơ bộ tại hiện trường thu hoạch



Hình 1.Sơ đồ xử lý sơ bộ sợi dứa tại nơi thu hoạch.

Lá dứa được cắt gần tận gốc, lá được để ngay tại nơi thu hoạch khoảng 1 đến 2 ngày để vi sinh tự nhiên làm mềm lá, sau đó đập sơ bộ bằng cách đánh lá vào vật cứng như gỗ, ngâm nước biển trong vùng bờ biển trong 15 đến 20 ngày, sau đó chải (tước) bằng bàn chải sắt và rửa nước biển và cuối cùng tách ra thành các sợi thô và phơi khô tại nơi mát có mái che.

2.1.2 Xử lý sợi bằng xút

Sợi được rửa với nước và sấy khô ở trong lò sấy ở 80°C trong 4-6 giờ. Sợi dứa được cắt có chiều dài 8-12 mm. Sợi dứa cắt được nhúng vào trong dung dịch NaOH (4,5N) ở 100°C, 80°C trong vòng 30 phút được khuấy mạnh và liên tục. Sau khi xử lý, sợi được rửa kỹ với nhiều lần nước thường để thu hồi lượng NaOH thừa còn dính vào sợi. Sau cùng sợi xử lý được rửa nhiều lần với nước cất có chứa ít acid acetic (khoảng 1%) để trung hòa lượng xút còn lại trong và trên sợi. Sợi được sấy khô trong lò sấy ở nhiệt độ 105°C trong 24 giờ. Sợi xử lý được giữ trong túi polyethylene và được đặt trong bình hút ẩm.

2.2 Trị số giữ nước

Mẫu sợi dứa thô chưa xử lý và mẫu xử lý NaOH ở các chế độ nhiệt độ khác nhau đã được sấy khô hoàn toàn như nói trên và cân trọng lượng khô W_d , mẫu được để chỗ khô ráo và nhiệt độ phòng thí nghiệm và cân trọng lượng W theo thời gian. Hàm lượng ẩm (%) được tính là:

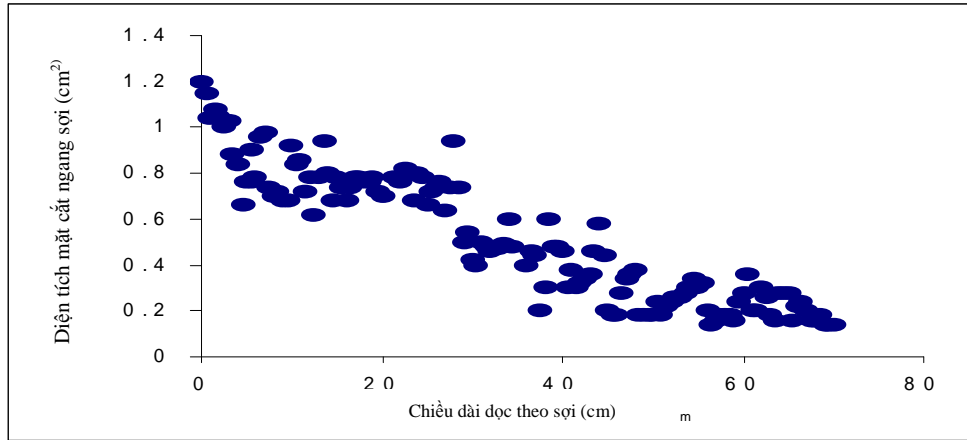
$$M = (W - W_d) / W_d \times 100 \quad (1)$$

Hàm lượng ẩm được vẽ theo biến thiên căn bậc hai của thời gian.

3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

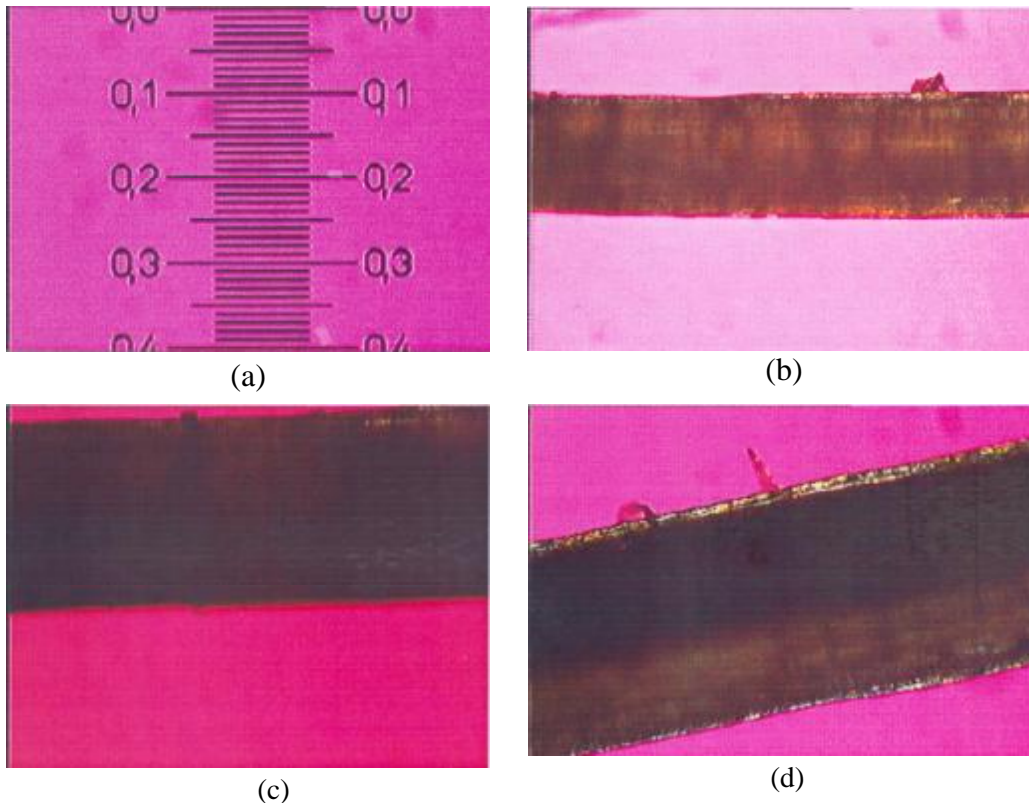
3.1. Kích thước của sợi dứa thô

Các trị số trong hình 2 là trị số trung bình đo được trên 5 sợi dứa khác nhau có cùng chiều dài. Chiều dài của mỗi sợi dứa thô lấy đều nhau là 70cm và mỗi sợi được chia theo ba đoạn bằng nhau: đoạn gần gốc (lá), đoạn giữa và đoạn ngọn (lá). Đường kính của của các sợi được đo bởi kính hiển vi quang học. Các số đo lấy cách nhau ở mỗi 5mm dọc theo sợi. Ở mỗi vị trí, đo 2 số liệu xoay sợi cẩn thận 90° theo dọc trục sợi, rồi tính toán diện tích mặt cắt ngang sợi ở ngọn, giữa và đặc biệt ở góc có hình chữ nhật của mặt cắt ngang sợi.



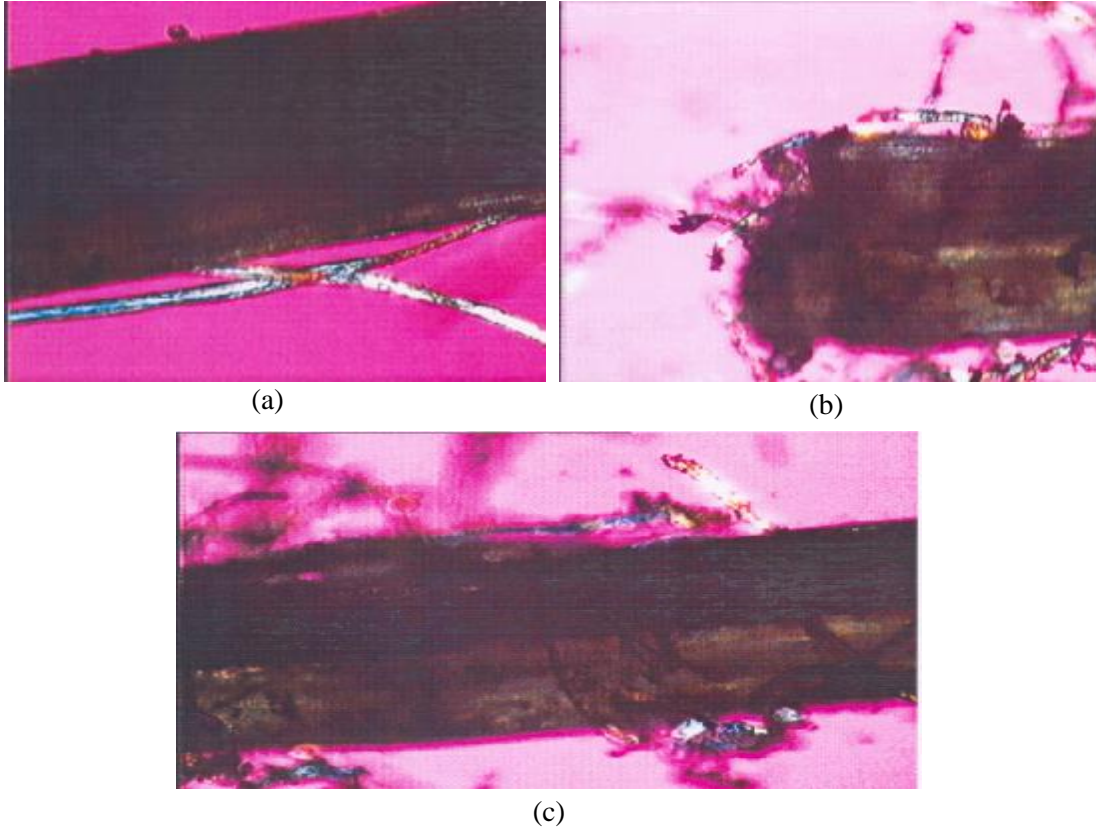
Hình 2. Phân phối diện tích cắt ngang dọc theo chiều dài của sợi dứa thô

Các giá trị của diện tích mặt cắt ngang giảm tuyến tính từ gốc đến ngọn: Ở gốc, đường kính trung bình đo được là 0.266mm (hình 3b) với độ lệch chuẩn là 0.056; đoạn giữa của sợi có trị số trung bình là 0,202mm (hình 3c) với độ lệch chuẩn là 0.027mm; cuối cùng là ở ngọn sợi có đường kính trung bình 0.153mm (hình 3d) với độ lệch chuẩn là 0.032mm. Tỷ số giữa đường kính lớn nhất và nhỏ nhất ở mặt cắt ngang của đoạn ngọn; đoạn giữa và đoạn ngọn lần lượt tương ứng là 2,44; 1.67 và 2,3.



Hình 3. Hình hiển vi quang học của sợi dứa thô chưa xử lý với đường kính sợi : (a) thước đo, (b) đoạn ngọn, (c) đoạn giữa, (d) đoạn gốc

3.2 Hình thái học thô của sợi dứa



Hình 4.Sợi dứa thô có và không có xử lý 18% NaOH, trong 30 phút , ở 100°C; (a) chưa xử lý, (b) phần mặt cắt sợi đã xử lý; (c) phần dọc theo sợi đã xử lý

3.2 Tỷ trọng của sợi dứa thô và xử lý

Phương pháp đo tỷ trọng sợi bằng cách dùng lọ tỷ trọng (pycnometer), nghĩa là cân mẫu sợi và nhúng vào dung dịch chất lỏng hữu cơ không có trương nở và hòa tan sợi đã biết tỷ trọng trước, đo ở điều kiện nhiệt độ phòng, tỷ trọng sợi được tính từ công thức:

$$r_f = \frac{m_F r_L}{m_E + m_p - m_F} \quad (2)$$

$r_L (g/cm^3)$: Tỷ trọng của chất lỏng hữu cơ dùng để nhúng mẫu sợi ở nhiệt độ phòng

$m_E (g)$: Trọng lượng mẫu cân ngoài không khí.

$m_p (g)$: Trọng lượng lọ đo tỷ trọng (pycnometer) và lượng chất lỏng hữu cơ chứa đầy lọ.

$m_F (g)$: Trọng lượng lọ đo tỷ trọng (pycnometer) có chứa mẫu sợi và chất lỏng hữu cơ chứa đầy lọ.

Các giá trị đo được của tỷ trọng và thể tích riêng của sợi dứa trình bày ở bảng 2, nhận thấy rằng, sợi dứa có tỷ trọng hơi cao hơn nước, nhưng nhẹ hơn sợi thủy tinh và bột talc (có tỷ trọng tương ứng là 2,56 g/cm³ và 2,7 g/cm³).

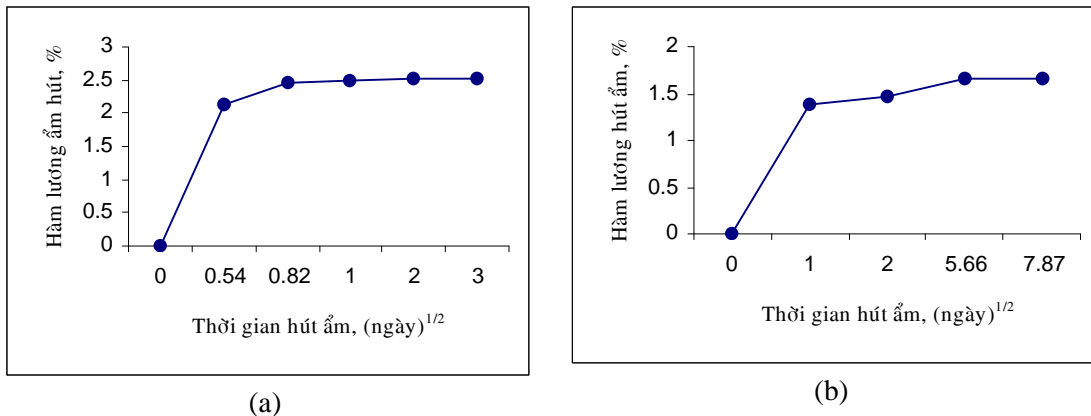
Tỷ trọng của sợi dứa thô so với tỷ trọng sợi dứa đã được xử lý bằng NaOH ở 80°C đã giảm khoảng 7% và giảm khoảng 8% với sợi xử lý ở 100°C. Điều này rõ ràng rằng, sau khi xử lý sợi dứa với cùng nồng độ NaOH 18% trong thời gian 30 phút với các chế độ nhiệt độ khác nhau 80°C và 100°C có sự thay đổi các mắt xích cơ sở của tinh thể sợi dứa từ cellulose I sang cellulose II vì

tỷ trọng thay đổi rõ ràng và có hiệu ứng khi xử lý bằng NaOH có sự hòa tan của chất kết dính pectin có trong sợi dứa thô.

Bảng 2. Tỷ trọng và thể tích riêng của sợi dứa.

Sợi thô và các chế độ xử lý	Tỷ trọng (g/cm ³)	Thể tích riêng (cm ³ /g)
Sợi dứa thô	1,45	0,68
Sợi dứa xử lý 18%NaOH, 30 phút, ở nhiệt độ: - 100°C	1,35	0,74
- 80°C	1,33	0,75

3.3. Độ giữ ẩm của sợi dứa thô và sợi dứa đã xử lý



Hình 5. Sự thay đổi hàm lượng ẩm của sợi dứa ở nhiệt độ phòng, (a) sợi dứa thô; (b) sợi dứa đã xử lý 18% NaOH, ở 100°C trong 30 phút

4. KHẢO SÁT PHỔ HỒNG NGOẠI (IR)

Tính chất đặc trưng của phổ IR của sợi dứa thô là do thành phần lignin và hemicellulose.

Các phổ hồng ngoại IR của sợi dứa thô, sợi dứa xử lý xút 18% ở các nhiệt độ 80°C và 100°C như hình 6(a), 6(b) và 6(c) tương ứng. Từ các hình trên, quan sát các mũi dưới đây:

-Ở các tần số 3446 và 2921 cm⁻¹: mũi rộng và mạnh ở 3446 cm⁻¹ ở phổ sợi dứa thô hình 6(a) là đặc trưng H nối OH dao động căng dãn, nó bao gồm cellulose I. Mũi mạnh ở 2921 cm⁻¹ là do CH dao động căng dãn. Các phổ xử lý xút cũng có các tần số này.

-Khoảng các tần số 2134 – 2360 cm⁻¹: Trong vùng này có một số mũi vai tương tự tìm thấy trong phổ IR của sợi đay và sợi chuối.

-Tần số 1736 cm⁻¹: Mũi ở 1730- 1740 cm⁻¹ là các băng đặc trưng cho carbonyl (C=O) căng hình 6a, khi xử lý NaOH (18% ở 80°C và 100°C trong 30 phút) thì băng này không có trong phổ hình 6b và 6c.

-Tần số 1637 cm⁻¹: Băng rộng này trong cellulose đã được biểu thị do sự rung của các phân tử nước hấp thụ trong vùng vô định hình (trong băng rộng 1635-1670 cm⁻¹ của cellulose I) trong phổ sợi dứa thô hình 6(a) và phổ sợi xử lý xút ở 80°C hình 6(b), nhưng không có trong phổ sợi xử lý ở 100°C hình 6(c).

-Tần số 1430 cm⁻¹: Trong băng rộng (1425-1430 cm⁻¹) được chỉ cho CH₂ biến dạng cong và cho tăng cường độ và hơi di chuyển hướng tần số thấp của phổ sợi đã xử lý.

-1377, 1333 và 1319 cm⁻¹: Những băng này là do CH^{*} căng dãn, OH trong mặt phẳng biến dạng cong và CH₂ dao động lắc tương ứng.

-1245 cm^{-1} : Băng có thể do băng $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$ trong mạch cellulose. Lignin và hemicellulose có thể đóng góp đến băng rộng này trong phổ sợi dứa thô hình 6(a), nhưng nó giảm trong phổ sợi dứa xử lý ở 80°C hình 6(b) và 100°C hình 6(c).

-1229-1234 cm^{-1} : Băng gần 1200 cm^{-1} , chỉ đến OH trong mặt phẳng biến dạng cong, chỉ là băng yếu trong phổ sợi dứa đã được xử lý NaOH. Điều này có thể do sự yếu của hệ thống biến dạng cong H do sự chuyển tiếp từ cellulose II về cellulose I.

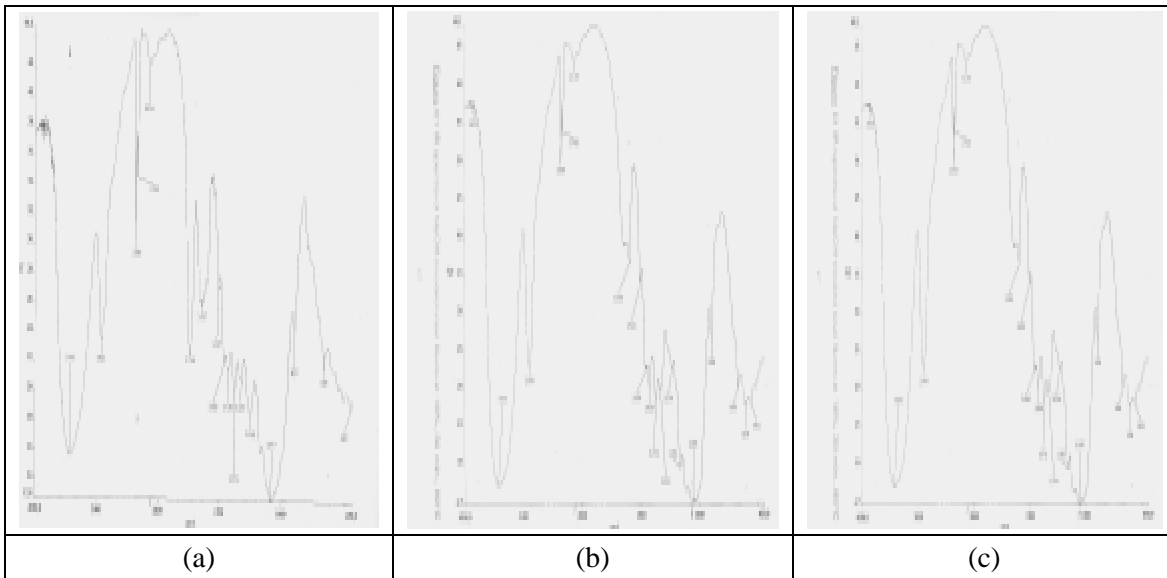
-1162 cm^{-1} : Băng gần 1160 cm^{-1} được chỉ cho cầu bất đối xứng giữa Oxygene và $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$ căng dẫn. Cường độ của băng này tăng trong phổ sợi dứa đã xử lý 80°C và 100°C tương ứng.

-1054 cm^{-1} : Băng gần 1158 cm^{-1} chỉ cho C-O căng dẫn trong cellulose II.

- 669 cm^{-1} : Băng này gần 663 cm^{-1} chỉ OH ở ngoài mặt phẳng cong. Cường độ của băng này tăng trong phổ sợi dứa đã xử lý khi tăng nhiệt độ.

- 610, 560 cm^{-1} : (cellulose II) thấy là các băng yếu trong vùng này. Những băng này giảm trong phổ sợi đã được xử lý.

Như vậy, qua các phổ sợi được xử lý, chúng ta có sự chuyển tiếp một phần từ cellulose I sang cellulose II.



Hình 6.Phổ IR (a) Sợi dứa thô, (b) Sợi dứa được xử lý ở 18% NaOH, ở 100°C trong 30 phút và (c) Sợi dứa xử lý ở 18% NaOH, ở 80°C trong 30 phút

5. KẾT LUẬN

Các số liệu đặc trưng về sợi dứa Việt Nam đã được nghiên cứu về kích thước sợi, độ phân bố kích thước trung bình trên dọc chiều dài sợi dứa, hình thái thô của sợi trước và sau xử lý xút, độ hấp thụ độ ẩm trong môi trường tự nhiên và các phổ hồng ngoại (IR) thay đổi do sự thay đổi của hàm lượng lignin và hemicellulose. Sự thay đổi tỷ trọng, độ hấp thụ ẩm và thể hiện trên phổ, chứng tỏ có sự chuyển tiếp từ cellulose I sang cellulose II bởi hiệu ứng đáng kể của việc xử lý xút nồng độ 18% ở nhiệt độ cao 80°C và 100°C trong thời gian cố định 30 phút. Đặc biệt, chế độ xử lý ở 100°C có hiệu ứng cao hơn ở 80°C .

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. W.E. Morton, J.W.S. Hearle, *Physical Properties of Textile Fibers*, The Textile Institute, (1975)
- [2]. B.C. Barkakaty, *J. Appl. Polym. Sci.*, 20, 2922 (1976).
- [3]. Kuruvilla Joseph, Sabu Thomas, C. Pavithran, M. Brahmakumar, *J. Appl. Polym. Sci.*, 47, 1732 (1993).
- [4]. Bernard Monties, *Les Polymeres Vegetaux*, Gauthier-Villars
- [5]. Mary E.Carter, *Essential Fiber Chemistry*, Marcel Dekker, inc. Newyork, (1971).
- [6]. R.G. Raj, B.V. Kokta, *J. Appl. Polym. Sci.*, 38, (1989).
- [7]. D.W. Clegg, A.A. Collyer, *Mechanical of Reinforced Thermoplastics*, Elsevier Applied Science Publisher, New York, (1986).