

# SOME CHANGES OF THE SISAL FIBRES OF VIETNAM BY MODIFICATION OF SODIUM HYDROXIDE SOLUTION

Nguyễn Hữu Niều, Phan Thanh Bình, Huỳnh Sáu \*  
Khoa Công Nghệ Vật Liệu, Đại Học Bách Khoa Tp. Hồ Chí Minh, Việt Nam  
\*Trung Tâm Kỹ Thuật Chất Dẻo Tp. Hồ Chí Minh, Việt Nam

## BẢN TÓM TẮT

Ảnh hưởng của hydroxide sodium đến các tính chất của sợi dứa Việt Nam (sisal) 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 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 nhờ 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.

## ABSTRACT

The effect of sodium hydroxide on the properties of Vietnamese raw sisal fibres was studied for the applications of treated sisal fibres in the polyolefin-based composites. The results shown the densities decreased for about 7% to 8%, the level of natural moisture absorption by the fibre decreased 34%, the bands of infrared spectras shown the partial transition from cellulose I to cellulose II due to the change its lignin and hemicellulose components by 18% NaOH at high thermal treatments 80°C and 100°C.

## 1. GIỚI THIỆU

Sợi cellulose đi từ nguồn nông nghiệp hay nguồn phế thải là những thể mạnh so với 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 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 xử lý NaOH để nhằm cải thiện sự tương tác giữa sợi và nền nhựa. Sợi dứa lấy từ lá 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 sợi 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 mỹ nghệ... Bản báo cáo này khảo sát xử lý sơ bộ sợi dứa Việt Nam tại nông trường, biến tính bằng dung dịch NaOH ở nhiệt độ cao và đo một số tính chất liên quan như tỷ trọng, độ hút ẩm và phổ hồng ngoại.

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

### 2.1.1. Sợi dứa

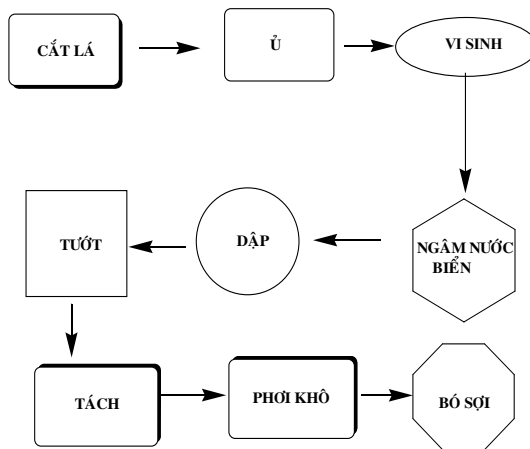
Sợi dứa được lấy mẫu ngẫu nhiên ở Tỉnh Ninh Thuận – Việt Nam sau khi đã được xử lý sơ bộ tại nông trường thu hoạch theo sơ đồ xử lý sơ bộ hình 1.

### 2.1.2. Hóa chất

NaOH và axit acetic.

## 2.2. Xử lý sợi

### 2.2.1. Xử lý sơ bộ tại nông 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 đặt ngay tại nơi thu hoạch khoảng 1 đến 2 ngày để vi sinh tự nhiên làm mềm lá, sau khi dập sơ bộ bằng cách đánh lá vào vật cứng như gỗ, ngâm nước biển gần vùng bờ biển trong 15 đến 20 ngày, rồi chải (tướ) 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 dứa bằng xút

Sợi dứa 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 từ 8 đến 12 mm. Sợi dứa cắt được nhúng vào trong dung dịch NaOH (4,5N) ở 80°C và 100°C trong vòng 30 phút được khuấy mạnh. Sau khi xử lý, sợi được rửa kỹ với nhiều nước thường để thu hồi lượng NaOH thừa còn dính vào sợi. Sau cùng sợi xử lý được rửa nhiều lần với nước có chứa ít acid acetic (khoảng 1%) để trung hòa 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 polyethylen 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 đã nói trên và cân trọng lượng khô  $W_d$ , mẫu được để chỗ khô ráo ở nhiệt độ phòng thí nghiệm và cân trọng lượng  $W$  theo thời gian. Hàm lượng ẩm (%) được tính là:

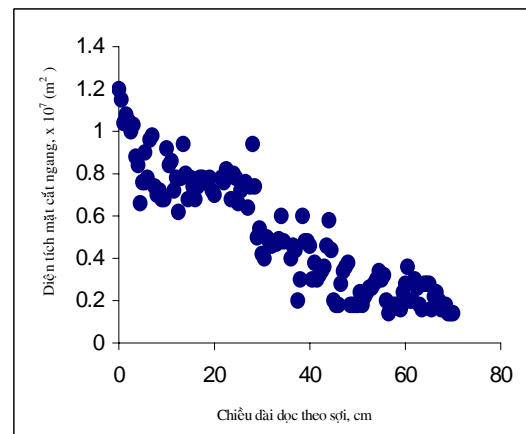
$$M = (W - W_d) / W_d \times 100 \quad (1)$$

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

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

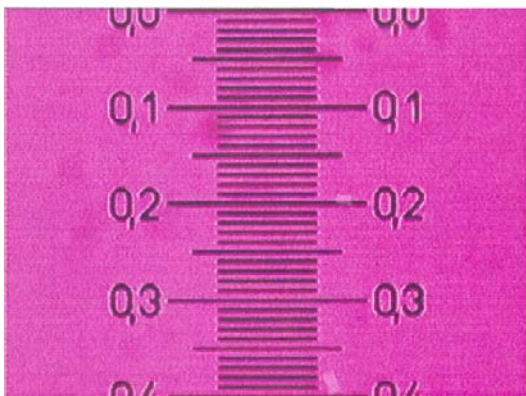
### 3.1. Kích thước của sợi dứa thô

Các trị số trong hình 2 là trị số trung bình đo trên 5 sợi dứa khác nhau có cùng chiều dài. Chiều dài của mỗi sợi dứa thô lấy đều nhau là 70 cm và mỗi sợi được chia theo ba đoạn bằng nhau: đoạn gần gốc, đoạn giữa và đoạn ngọn (lá). Đường kính của các sợi được đo bởi kính hiển vi quang học. Các số đo lấy cách nhau ở mỗi 5 mm 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.

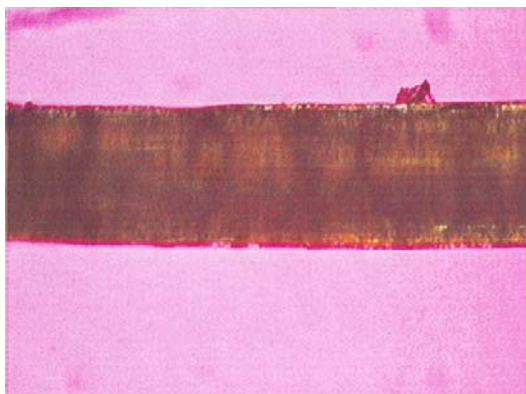


Hình 2: Phân bố diện tích mặt cắt ngang dọc theo chiều dài của sợi dứa thô.

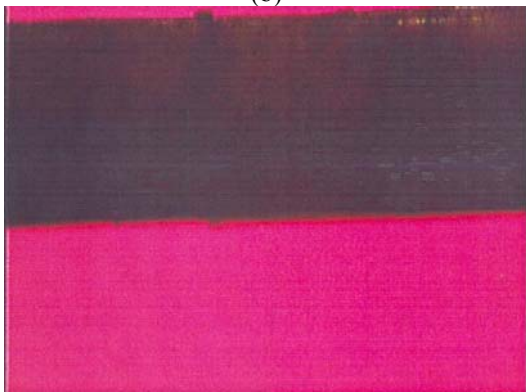
Các giá trị của diện tích mặt cắt ngang giảm tuyến tính từ gốc đến ngọn: ở gốc, đường kính trung bình đo được là 0.266mm (hình 3a) với độ lệch chuẩn là 0.056; đoạn giữa của sợi có trị số trung bình là 0,202mm (hình 3b) với độ lệch chuẩn là 0.027mm; cuối cùng là ở ngọn sợi có đường kính trung bình 0.153mm (hình 3c) 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 gốc lần lượt tương ứng là 2,44; 1,67 và 2,3.



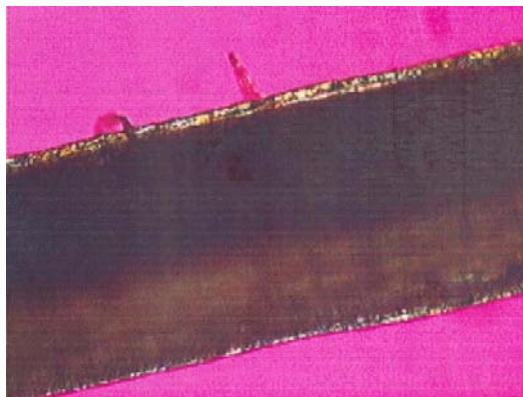
(a)



(b)



(c)

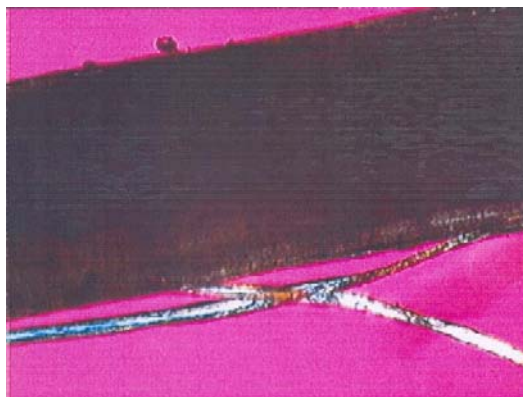


(d)

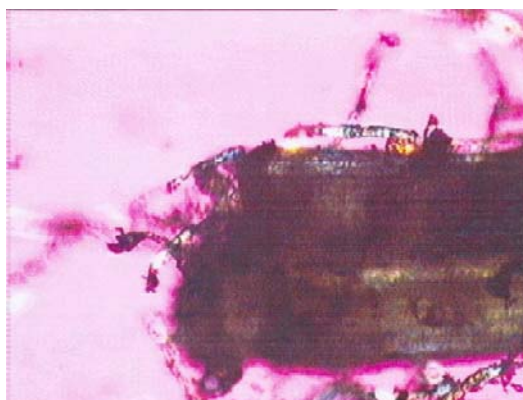
Hình 3: Hình hiển vi quang học của sợi dứa thô chưa xử lý với đường kính sợi: (a) thước đo; (b) đoạn ngọn, (c) đoạn giữa, (d) đoạn gốc.

### 3.2 Hình thái học thô của sợi dứa

Quan sát qua kính hiển vi quang học của sợi dứa chưa xử lý (hình 4a); sợi dứa đã xử lý bằng NaOH: ở mặt cắt ngang của sợi (hình 4b) và dọc chiều dài sợi (hình 4c) chứng tỏ có hiệu ứng thay đổi hình thái thô của sợi sau xử lý xút do sợi được khử một phần lignin.



(a)



(b)



(c)

Hình 4: Hình thái thô của sợi dứa: sợi dứa thô (a); sợi dứa đã xử lý 18% NaOH, trong 30 phút, ở 100°C: (b) phần mặt cắt sợi; (c) phần dọc theo sợi.

### 3.3 Tỷ trọng của sợi dứa thô và xử lý

Phương pháp đo tỷ trọng sợi bằng cách dùng lọ tỷ trọng (pyrometer), 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:

$$\rho_f = \frac{m_F \rho_L}{m_E + m_p - m_F} \quad (2)$$

$\rho_L (g/cm^3)$  : 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 (pyrometer) và lượng chất lỏng hữu cơ 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/cm<sup>3</sup> và 2,7 g/cm<sup>3</sup>).

Tỷ trọng sợi dứa thô so với tỷ trọng sợi dứa đã được xử lý bằng NaOH ở 80°C đã giảm khoảng 7% và khoảng 8% với sợi xử lý ở 100°C. Điều này rõ ràng rằng, sau khi xử lý sợi dứa cùng nồng độ NaOH 18% trong thời gian 30 phút với các chế độ nhiệt khác nhau 80°C và 100°C đã có sự thay đổi các mạch 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 do sự hòa tan

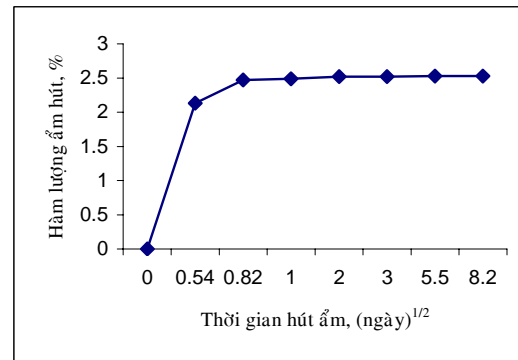
của chất kết dính pectin trong sợi dứa thô vào môi trường kiềm.

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

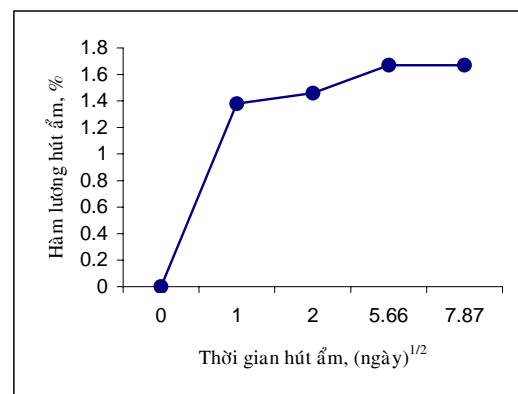
Sợi dứa thô và các xử lý	Tỷ trọng (g/cm <sup>3</sup> )	Thể tích riêng (cm <sup>3</sup> /g)
Sợi dứa thô	1,45	0,68
Sợi dứa xử lý 18% NaOH, 30 phút, ở nhiệt độ:		
80°C	1,35	0,74
100°C	1,33	0,75

### 3.4 Độ giữ ẩm của sợi dứa thô và sợi dứa đã xử lý

Sau thời gian dài hút ẩm tự nhiên của sợi dứa chưa xử lý (hình 5a) và sợi dứa đã xử lý (hình 5b), các sợi đạt được độ giữ ẩm bão hòa là 2,53% và 1,67% tương ứng.



(a)

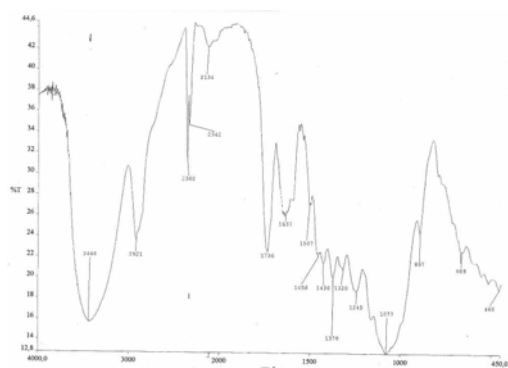


(b)

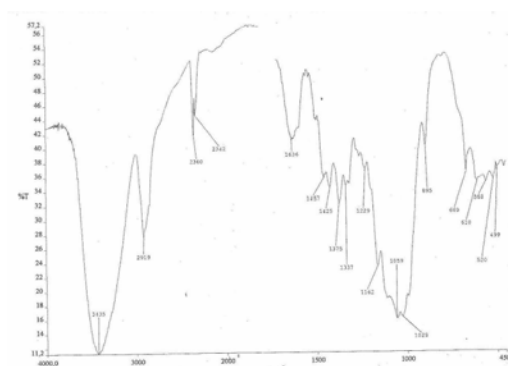
Hình 5: Sự thay đổi hàm lượng ẩm ở nhiệt độ phòng, (a) sợi dứa thô; (b) sợi dứa đã xử lý 18% NaOH, ở 100°C trong 30 phút.



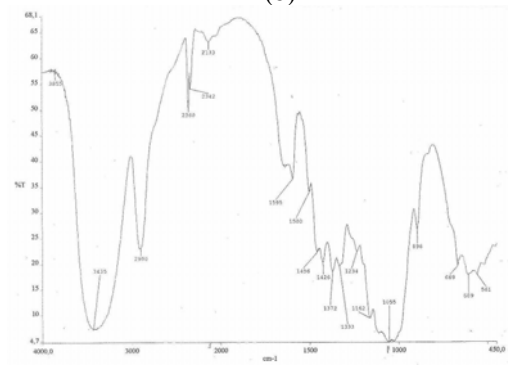
#### 4. Khảo sát phổ hồng ngoại (IR)



(a)



(b)



(c)

Hình 6: Phổ hồng ngoại IR: sợi đũa thô (a); sợi đũa được xử lý ở 18% NaOH, trong 30 phút: (b) ở 80°C và (c) ở 100°C

Các tính chất đặc trưng của phổ IR của sợi đũa là do thành phần lignin và hemicellulose. Các phổ hồng ngoại IR của sợi đũa thô, sợi đũa 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  $\text{cm}^{-1}$ : mũi rộng và mạnh ở 3446  $\text{cm}^{-1}$  đối với phổ sợi đũa thô hình 6(a), là đặc trưng H nối OH dao động căng dẫn, nó bao gồm cellulose I. Mũi mạnh 2921

$\text{cm}^{-1}$  là do CH dao động căng dẫn. Các phổ xử lý xút cũng có các tần số này.

-Khoảng các tần số 2134–2360  $\text{cm}^{-1}$ : Trong vùng này có một số mũi vai tương tự tìm thấy trong phổ IR của sợi thiên nhiên khác (như sợi đay).

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

-Tần số 1637  $\text{cm}^{-1}$ : Băng rộng này trong cellulose đã được biểu thị do sự dao động của các phân tử nước hấp thụ trong vùng vô định hình (trong băng rộng 1635-1670  $\text{cm}^{-1}$  của cellulose I) trong phổ sợi đũa thô hình 6(a), khi xử lý NaOH ở 80°C hình 6(b), nhưng không có trong phổ sợi đũa xử lý ở 100°C hình 6(c).

-Tần số 1430  $\text{cm}^{-1}$ : Trong băng rộng (1425-1430  $\text{cm}^{-1}$ ) được chỉ cho  $\text{CH}_2$  biến dạng cong và cho tăng cường độ và hơi di chuyển hướng tần số thấp của phổ sợi đũa xử lý.

-1376, 1333 và 1319  $\text{cm}^{-1}$ : những băng này do  $\text{CH}^*$  căng dẫn, OH trong mặt phẳng biến dạng cong và  $\text{CH}_2$  dao động lắc tương ứng.

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

-1229-1234  $\text{cm}^{-1}$ : Băng gần 1200  $\text{cm}^{-1}$ , chỉ đến OH trong mặt phẳng biến dạng cong, chỉ là băng yếu trong phổ sợi đũa 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  $\text{cm}^{-1}$ : Băng gần 1160  $\text{cm}^{-1}$  được chỉ cho cấu bất đối xứng giữa oxygene và -C-O-C- căng dẫn. Cường độ của băng này tăng dần trong phổ sợi đũa đã xử lý 80°C và 100°C tương ứng.

-1054  $\text{cm}^{-1}$ : Băng gần 1158  $\text{cm}^{-1}$  chỉ cho C-O căng dẫn trong cellulose II có trong cả 3 phổ.

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

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

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

## 5. KẾT LUẬN

Các số liệu đặc trưng về sợi dứa Việt Nam đã nghiên cứu được 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 ẩm trong môi trường tự nhiên và các phổ hồng ngoại thay đổi do thay đổi của hàm lượng lignin và hemicellulose. Đặc biệt từ sự thay đổi tỷ trọng, độ hấp thụ ẩm và thể hiện trên phổ hồng ngoại, chứng tỏ có sự chuyển tiếp cellulose I sang cellulose II bởi hiệu ứng đáng kể của việc xử lý xút ở 18% ở 80°C và 100°C trong thời gian 30 phút. Đặc biệt, chế độ xử lý NaOH ở 100°C có hiệu ứng cao hơn ở 80°C.

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. B.C. Barkakaty, J. Appl. Polym. Sci., 20, 2922( 1976).
2. Kuruvilla Joseph, Sabu Thomas, C. Pavithran, M. Brahmakumar, J. Appl. Polym. Sci., 47, 1732 (1993).
3. R.G. Raj, B.V. Kokta, J. Appl. Polym. Sci., 38, 1988(1989).
4. W.E. Morton, J.W.S. Hearle, Physical Properties of Textile Fibers, The Textile Institute, 1975.
5. Bernard Monties, Les Polymeres Vegetaux, Gauthier-Villars,
6. Mary E. Carter, Essential Fiber Chemistry, Marcel Dekker, Inc. New York, 1971.
7. D.W. Clegg, A.A. Collyer, Mechanical Properties of Reinforced Thermoplastics, Elsevier Applied Science Publishers, New York, 1986.