

# NGHIÊN CỨU SỬ DỤNG SỢI TRE VÀ SỢI NANO CACBON TRONG CHẾ TẠO VẬT LIỆU NANOCOMPOSITE NỀN NHỰA EPOXY EPIKOTE 240

RESEARCH ON THE USE OF BAMBOO FIBER AND NANO CARBON IN NANOCOMPOSITE MATERIAL PRODUCTION EPIKOTE PLASTIC EPOXY 240

Nguyễn Đình Hiếu Anh<sup>1</sup>, Bùi Đức Long<sup>1</sup>,  
Trần Phương Thảo<sup>1</sup>, Vũ Đức Trung<sup>1</sup>, Nguyễn Tuấn Anh<sup>2,\*</sup>

## TÓM TẮT

Chế tạo vật liệu nanocomposite trên nền nhựa Epoxy Epikote 240 có sử dụng sợi tre và sợi nano cacbon nhằm thay thế dần sợi thủy tinh. Khảo sát độ tương hợp của nhựa epoxy với sợi tre trước và sau khi có mặt của ống nano cacbon đa tường (MWCNTs). Xác định tính chất cơ học của các loại mẫu với thành phần sợi gia cường khác nhau: Epoxy/sợi tre; Epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs; Epoxy/sợi tre/MWCNTs; Epoxy/vải thủy tinh/sợi tre.

**Từ khóa:** Nanocomposite, Epoxy Epikote 240, sợi nano cacbon.

## ABSTRACT

Fabrication of nanocomposite materials based on Epoxy Epikote 240 resin using bamboo fiber and carbon nanofibers to gradually replace fiberglass. Investigate the compatibility of epoxy resins with bamboo fibers before and after the presence of multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs). Determination of mechanical properties of different types of reinforced fiber components: Epoxy/bamboo fiber; Epoxy/glass cloth/bamboo fiber/MWCNTs; Epoxy/bamboo fiber/MWCNTs; Epoxy/glass cloth/bamboo fiber.

**Keywords:** Nanocomposite, Epoxy Epikote 240, carbon nanofibers.

<sup>1</sup>Lớp CNH3 - K13, Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

<sup>2</sup>Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

\*Email: anhnt@hau.edu.vn

## 1. MỞ ĐẦU

Trong xu thế chung hiện nay, vấn đề bảo vệ môi trường và đóng góp vào phát triển kinh tế bền vững cần được đặc biệt quan tâm. Vì vậy, việc sử dụng vi sợi xenlulozo từ sợi tre (Bamboo Fiber-BF) là một trong những phương pháp hiệu quả để cải thiện vấn đề bảo vệ môi trường và phát triển kinh tế nhờ có giá thành rẻ, dễ tái sinh, dễ phân hủy,... [1, 3, 4]. Ngoài ra, sợi tre là một trong những phương pháp hiệu quả để cải thiện một số tính chất của vật liệu nhựa epoxy [2].

Nghiên cứu sử dụng sợi tre và sợi nano carbon trong chế tạo vật liệu nanocomposite nền nhựa Epoxy Epikote 240 là cần thiết góp phần vào việc bảo vệ môi trường, tận

dụng nguồn tài nguyên thiên nhiên có thể tái tạo được và cơ hội đem lại hiệu quả kinh tế cao.

## 2. THỰC NGHIỆM

### 2.1. Xử lý sợi tre

Chọn cây tre có khoảng 2 - 3 tuổi, màu xanh đậm, có các lóng thẳng và dài. Các lóng được chẻ ra thành từng nan có kích thước dài khoảng 20 - 30cm, rộng 2 - 4cm, dày khoảng 3 - 5mm. Sau đó loại bỏ phần vỏ ngoài và phần lớp lõi bên trong nan tre (phần chứa nhiều sáp). Nan tre thu được đem ngâm trong NaOH 5% trong 72h ở nhiệt độ thường. Nan tre sau khi ngâm được đem đi rửa với nước sạch cho pH về khoảng bằng 7 [10, 12]. Sợi tre được tách bằng phương pháp cơ học và phơi khô ở nhiệt độ thường 24h sau đó sấy 80°C trong khoảng 3 - 4 giờ để lưu trữ.

### 2.2. Tạo mẫu composite

Nhựa dùng để tạo nền là nhựa Epoxy 240 với hàm lượng chất đóng rắn là DETA 12,9% khối lượng so với lượng nhựa nền ở điều kiện thường [7]. Lượng sợi được sử dụng là 30% khối lượng và 70% khối lượng nhựa nền [10,14]. Số mẫu được tạo ra gồm 4 mẫu:

- **Mẫu 1:** Nhựa nền và sợi tre (PC1: epoxy/sợi tre = 70/30)

Với tỉ lệ 30% sợi cường và 70% nhựa nền. Sản phẩm được làm trên khuôn kính có kích thước 25x25cm và bề dày 0,6cm. Nhựa được khuấy thủ công với chất đóng rắn DETA ở nhiệt độ thường khoảng 15 phút cho tới khi thấy nặng tay. Chất chống dính được xoa đều lên bề mặt khuôn kính, sau đó dùng chổi sơn quét 1 lớp nhựa lên và đặt các sợi lên trên. Dùng con lăn cán cho các sợi phẳng và chìm trong nhựa. Sản phẩm thu được để khô ngoài không khí 24 giờ và sấy trong tủ sấy ở 80°C trong khoảng 3 giờ.

- **Mẫu 2:** Nhựa nền và vải thủy tinh + Sợi tre (PC2: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre)

Với tỉ lệ 30% sợi cường và 70% nhựa nền. Số lớp sợi thủy tinh là 3 và số lớp sợi tre là 2. Công đoạn tạo sản phẩm tương tự mẫu 1. Các lớp sợi gia cường đặt xen kẽ nhau. Sợi thủy tinh - sợi tre - sợi thủy tinh - sợi tre - sợi thủy tinh.

• **Mẫu 3:** Nhựa nền+MWCNTs+Vải thủy tinh+Sợi tre (PC3: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs)

Với tỉ lệ 30% sợi gia cường và 70% nhựa nền. Khối lượng nanocarbon bằng 0,05% khối lượng nhựa nền. Nhựa nền và nanocarbon được đem khuấy bằng máy khuấy WiseStir HS-T với 3000 vòng/phút trong 2,5 giờ để khuếch tán các hạt nanocarbon vào trong nhựa nền. Sau đó mẫu được cho vào bể rung siêu âm trong 5 giờ ở khoảng 50 đến 60°C. Các bước tiếp theo giống với mẫu 2.

• **Mẫu 4:** Nhựa nền + Nanocarbon + Sợi tre (PC4: epoxy/MWCNTs/sợi tre)

Tương tự với mẫu 3, nhựa nền và nanocarbon được khuấy bằng máy khuấy WiseStir HS-T với cường độ 3000 vòng/phút trong khoảng 2,5h. Sau đó đem rung siêu âm khoảng 5h ở 50 - 60°C. Sau đó cho chất đóng rắn DETA vào nhựa nền khuấy tay khoảng 15p. Tiếp theo nhựa được quét lên tấm kính đã bôi chất chống dính. Sau đó sợi tre được rải và rắc đều lên xung quanh sao cho kín nhất. Dùng con lăn lăn cho sợi chìm vào trong nhựa và tiếp tục đổ nốt phần nhựa còn lại vào khuôn. Đợi mẫu đông cứng lại rồi để ngoài nhiệt độ phòng 24 giờ và sau đó đem sấy 80°C trong 3 giờ.

Sợi tre được xử lý bằng 5% dung dịch NaOH đã được sử dụng để điều chế sợi tre vật liệu tổng hợp. Xem xét những khó khăn của việc thêm một lượng lớn sợi tre ngấn vào epoxy ma trận, một quá trình chuẩn bị mới đã được phát triển. Đầu tiên, nhựa epoxy được nung trong lò ở 80°C khoảng 15 phút để giảm độ nhớt và loại bỏ không khí bị vướng. Trong khi đó, sợi tre được đặt trong lò để đảm bảo sấy khô hoàn toàn. Thứ hai, so với các hạt nano-micron hoặc chất độn bột, sợi tre ngấn có độ xốp và có diện tích bề mặt riêng cao hơn. Do đó, rất nhiều không khí được đưa vào nhựa epoxy khi các sợi được thêm vào, có thể dẫn đến cơ học suy thoái của vật liệu tổng hợp kết quả. Do đó, lượng nhựa epoxy đã tăng lên khoảng 30% trọng lượng để thấm sợi tốt hơn và loại bỏ bọt khí.

### 2.3. Các phương pháp xác định tính chất cơ học của vật liệu Polyme composite

• Phương pháp xác định độ bền uốn

Độ bền uốn của vật liệu được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178 - 1993 trên máy INSTRON 5582 -100kN (Hoa Kỳ), tốc độ uốn 2mm/phút.

Mẫu đo độ bền uốn có dạng khối thanh với kích thước: 100x15x4 mm. Độ bền uốn được xác định theo công thức:

$$\delta_u = \frac{3 \cdot F \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2}$$

Trong đó:

F: Lực tác dụng lên mẫu, N

l: Khoảng cách giữa 2 gối đỡ, mm

b: Chiều rộng của mẫu, mm

h: Chiều dày mẫu, mm

• Phương pháp xác định độ bền kéo

Độ bền kéo của vật liệu được xác định theo tiêu chuẩn ISO 527 - 1993 trên máy INSTRON 5582 -100kN (Hoa Kỳ). Tốc

độ kéo 2mm/phút ở nhiệt độ 25°C, độ ẩm 75%. Mẫu có hình dạng má chèo, kích thước được gia công theo tiêu chuẩn.

• Phương pháp xác định độ bền nén

Độ bền nén của vật liệu được xác định theo tiêu chuẩn ISO 604 - 1993 trên máy INSTRON 5582 -100kN (Hoa Kỳ), tốc độ nén 2mm/phút. Mẫu đo độ bền nén có dạng khối với kích thước 10x10x4mm.

• Nghiên cứu hình thái cấu trúc vật liệu

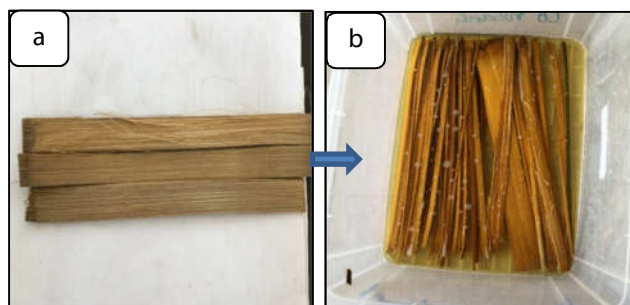
Hình thái cấu trúc vật liệu được nghiên cứu bởi kính hiển vi điện tử quét (SEM, Zeiss IMS-NKL, 5kV, Nhật Bản).

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### 3.1. Quy trình tách sợi tre



Hình 1. Chọn và chế tre thành từng mảnh



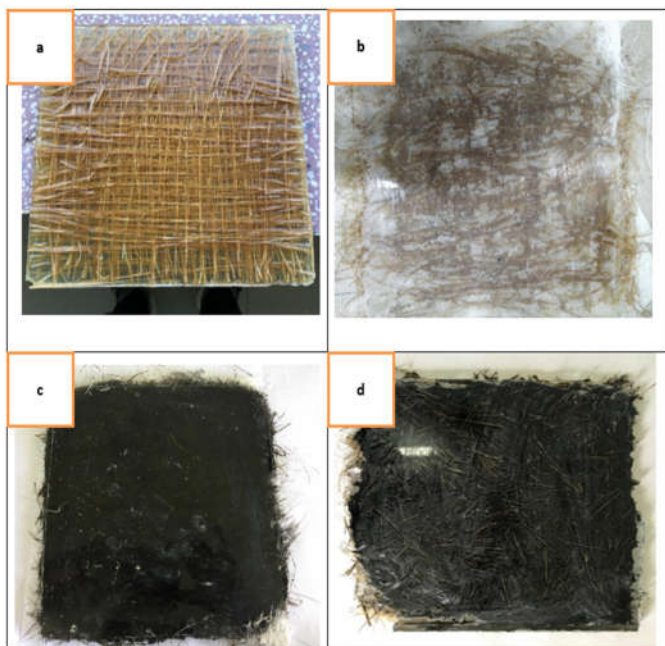
Hình 2. Nan tre trước khi ngâm (a); Nan tre sau khi ngâm NaOH (b)



Hình 3. Sợi tre sau khi ngâm xút 5% trong 72h (a); sau khi trung hòa xút dư (b)

Theo tài liệu nghiên cứu về chế tạo vật liệu composite nhựa epoxy gia cường bằng sợi tre [10], hàm lượng sợi gia cường thỏa mãn độ bền kéo, độ bền va đập và độ bền uốn tốt nhất là 30% so với nhựa nền. Chính vì vậy, chúng tôi sử dụng hàm lượng sợi tre gia cường là 30% khối lượng nhựa

nền. Dựa vào các khảo sát trong nghiên cứu các tỉ lệ đóng rắn nhựa nền Epoxy Epikote 240 với chất đóng rắn DETA [7]. Công trình nghiên cứu đã chọn hàm lượng chất đóng rắn chiếm 12,96% khối lượng nhựa nền để thực hiện nghiên cứu.



Hình 4. Vật liệu composite: a) PC1; b) PC 2; c) PC3; d) PC 4

PC1: epoxy/sợi tre= 70/30; PC2: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre; PC3: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs; PC4: epoxy/MWCNTs/sợi tre

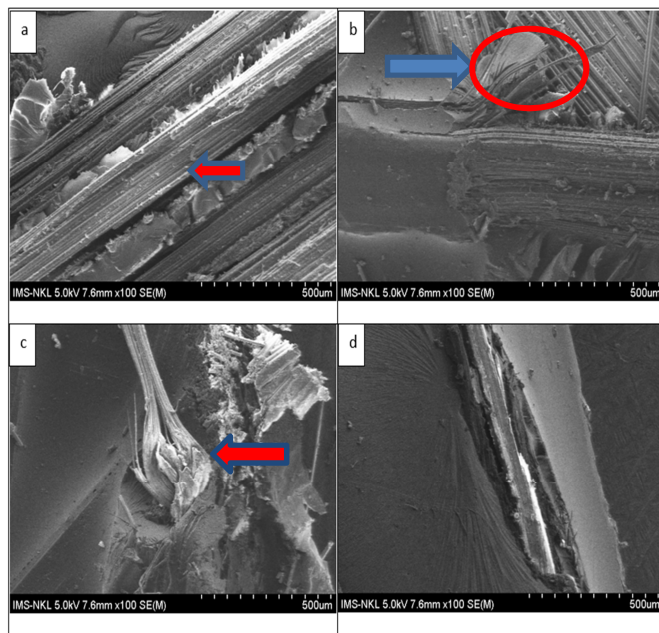
Sợi tre được xử lý bằng 5% dung dịch NaOH đã được sử dụng để điều chế sợi tre vật liệu tổng hợp. Sợi tre thu được có đường kính và chiều dài sợi phù hợp để chế tạo vật liệu composite nền polyme. Việc chế tạo vật liệu composite nền epoxy gia cường bởi lai ghép giữa sợi thực vật và sợi thủy tinh đã thành công, sự kết dính đạt yêu cầu. Đặc biệt có thêm thành phần phụ gia nano (ống nano carbon đa tường: MWCNTs) nhằm nâng cao tính chất cơ học và cải thiện hình thái cấu trúc của vật liệu.

### 3.2. Hình thái cấu trúc của vật liệu composite

Khả năng tương thích giữa sợi tự nhiên và ma trận nhựa là một trong những yếu tố quyết định ảnh hưởng đến tính chất cơ học và nhiệt của vật liệu tổng hợp. Do đó, trong nghiên cứu này, chúng tôi đã nghiên cứu hình thái cấu trúc ở các độ phân giải khác nhau của bề mặt gãy vật liệu. Như được hiển thị trong hình 5, các điểm dữ liệu về các vùng giao diện giữa nhựa và sợi tre cho thấy sự tương hợp là rất tốt, sợi tre vẫn còn bám chặt trên nền nhựa, đặc biệt khi có thêm phụ gia nano. Rõ ràng là sợi tre được xử lý 5% khối lượng NaOH thể hiện cường độ tương hợp tốt mặc dù sử dụng nồng độ NaOH là thấp so với các công trình đã công bố [12], phù hợp với các quan sát SEM.

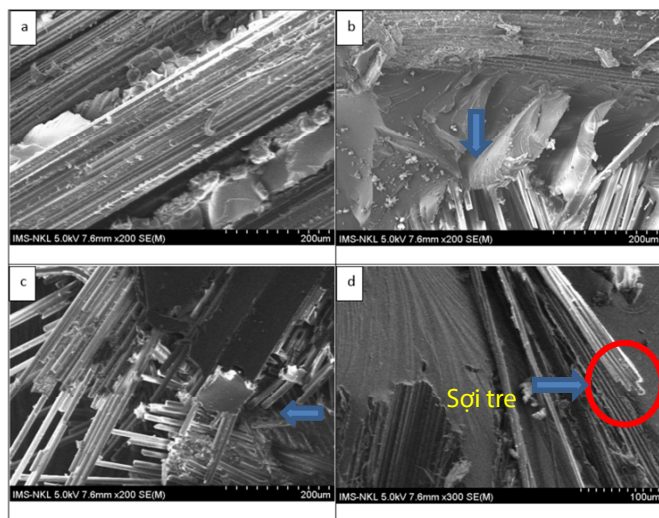
Từ hình 6 cho thấy, sợi tre được xử lý bằng 5% NaOH rất khó bị kéo ra khỏi nhựa nền epoxy, điều này đã chứng minh vai trò của phụ gia nano đã làm thay đổi sự tương hợp. Trong khi đó khi chưa có sợi tre và phụ gia nano, dưới

tác dụng của lực cơ học (đo độ bền kéo), các sợi thủy tinh bung ra khỏi nhựa nền epoxy.



Hình 5. Ảnh chụp SEM (độ phân giải x100) a) PC1; b) PC2; c) PC3; d) PC4

PC1: epoxy/sợi tre= 70/30; PC2: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre; PC3: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs; PC4: epoxy/MWCNTs/sợi tre



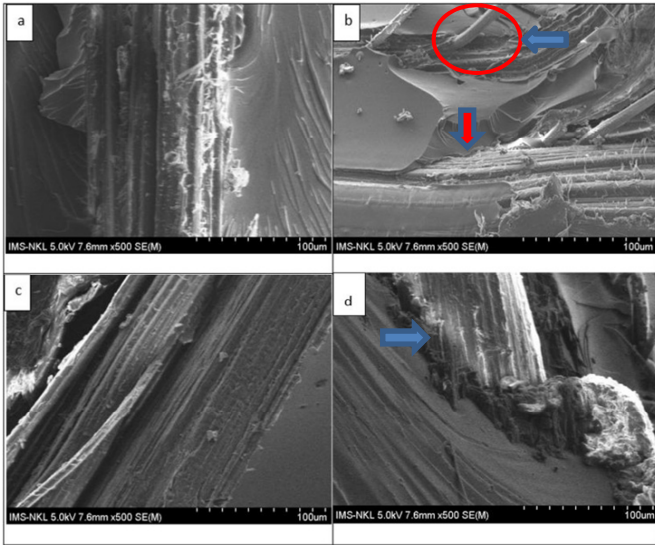
Hình 6. Ảnh chụp SEM (độ phân giải x200) a) PC 1; b) PC 2; c) PC 3; d) PC 4

PC1: epoxy/sợi tre = 70/30; PC2: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre; PC3: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs; PC4: epoxy/MWCNTs/sợi tre

Xử lý kiềm, sợi tre trở nên tương thích hơn với epoxy, và sợi được phân tán tốt trong nền nhựa epoxy. Các điểm bề gãy bởi lực được đánh dấu bằng đầu mũi tên màu đỏ, thường là quan sát trong bề mặt gãy. Sợi tre kết hợp với phụ gia nano đã tăng độ dẻo dai cho vật liệu composite.

Độ bám dính giữa các sợi và nhựa epoxy được thể hiện rất rõ ở hình 7b, dưới tác dụng của lực, sợi tre rất khó bị bung ra khỏi nền nhựa epoxy. Tuy nhiên ở một số điểm (vùng) sợi tre vẫn bị kéo văng ra khỏi nhựa nền. Do trong quá trình chế tạo mặc dù đã nỗ lực loại bỏ bọt khí tự nhiên

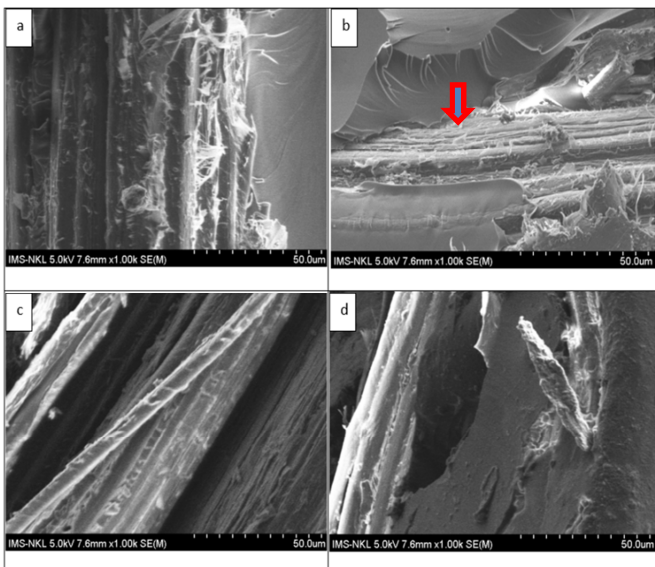
vẫn còn tồn tại một số bong bóng khí. Sự tồn tại của những bong bóng khí là nguyên nhân có thể làm giảm một số tính chất cơ học.



Hình 7. Ảnh chụp SEM (độ phân giải x500) a) PC 1; c) PC 2; b) PC 3; d) PC 4

PC1: epoxy/sợi tre= 70/30; PC2: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre; PC3: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs; PC4: epoxy/MWCNTs/sợi tre

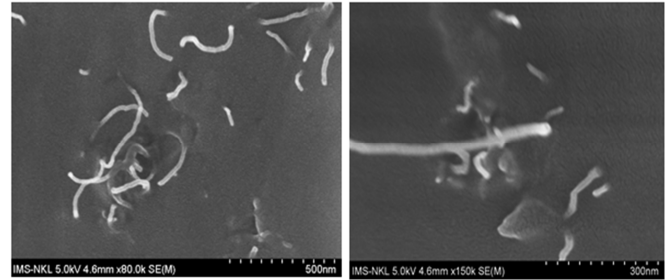
Từ ảnh SEM hình 5, 6, 7 và 8, cho thấy xu hướng liên kết của sợi tre với nhựa nền khá tốt, tuy nhiên vẫn tạo ra những lỗ khí, lỗ rỗng trên giao diện giữa nhựa và sợi. Khi có sự xuất hiện của phụ gia nano cacbon thì sự tương hợp giữa sợi và nhựa nền tăng lên, làm giảm những lỗ khí của vật liệu composite.



Hình 8. Ảnh chụp SEM (độ phân giải x1000) a) PC 1; b) PC 3; c) PC 2; d) PC 4

PC1: epoxy/sợi tre= 70/30; PC2: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre; PC3: epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs; PC4: epoxy/MWCNTs/sợi tre

Từ hình 9 ở các độ phóng đại khác nhau, cho thấy các phần tử nano cacbon đa tường đã phân tán trong hệ epoxy/DETA/Sợi tre/sợi thủy tinh. Phân tán khá đều trên nền nhựa epoxy 240.



Hình 9. Ảnh hình thái cấu trúc của vật liệu composite: Epoxy/DETA/MWCNTs/Sợi tre/Sợi thủy tinh

### 3.3. Tính chất cơ học của vật liệu composite

Các tính chất cơ học của sợi tre bị ảnh hưởng bởi nhiều yếu tố, chẳng hạn như sự tăng trưởng môi trường, năm tăng trưởng và phương pháp chiết xơ [13]. Các kết quả được tóm tắt trong bảng 1.

Bảng 1. Tính chất cơ học của vật liệu composite

| Mẫu                                | Độ bền kéo (Mpa) | Độ bền uốn (Mpa) | Độ bền nén (Mpa) |
|------------------------------------|------------------|------------------|------------------|
| Epoxy/vải thủy tinh                | 267,99           | 246,45           | 198,07           |
| Epoxy/vải thủy tinh/sợi tre        | 245,19           | 237,09           | 187,96           |
| Epoxy/sợi tre                      | 226,79           | 197,88           | 201,77           |
| Epoxy/vải thủy tinh/sợi tre/MWCNTs | 239,57           | 268,01           | 219,06           |

Xử lý NaOH 5% trọng lượng chỉ có thể loại bỏ một phần nhỏ các chất bề mặt, chỉ ra rằng một lượng lớn số lượng vật liệu keo vẫn tồn tại như một hạn chế giữa các chuỗi cellulose.

Kết quả này chỉ ra rằng các sợi tre không hoạt động hiệu quả khi gia cường cho nhựa epoxy, các độ bền cơ học (độ bền kéo, độ bền uốn và độ bền nén) đều bị suy giảm tuy nhiên vẫn giữ ở mức tiêu chuẩn của một vật liệu kỹ thuật. Tuy nhiên khi có mặt phụ gia nano cacbon thì nhược điểm trên được cải thiện đáng kể (độ bền cơ học đều có xu hướng tăng nhẹ), kết quả này rất phù hợp với hình thái cấu trúc ở trên.

Sự suy giảm tính chất cơ học của vật liệu composite khi gia cường bằng sợi tre có thể được giải thích như sau: trong quá trình chế tạo sợi có thể hình thành một số khuyết tật, và khi gia công một số sợi tre có khả năng tích tụ điều này gây bất lợi cho sự kết dính của nhựa nền. Duy chỉ có độ bền nén tăng nhẹ, đây là điều hiếm thấy trong các nghiên cứu thử nghiệm [13].

### 4. KẾT LUẬN

Trong nghiên cứu này, sợi tre được xử lý 5% trọng lượng NaOH đã được chứng minh là thích hợp cho chế tạo của vật liệu tổng hợp sợi tre.

Hình thái cấu trúc vật liệu composite nền epoxy gia cường bằng lai ghép sợi tre và sợi thủy tinh (dệt thành vải) có mặt phụ gia nano MWCNTs được nghiên cứu bằng phương pháp SEM ở các độ phân giải khác nhau. Kết quả

cho thấy sợi tre tương hợp rất mạnh với nền nhựa epoxy.

Trong nghiên cứu cũng đã đánh giá độ bền kéo, độ bền uốn và độ bền nén kết quả cho thấy các giá trị có giảm nhẹ, tuy nhiên vẫn giữ ở mức cho phép.

Sợi tre được xử lý bằng 5% dung dịch NaOH có độ ổn định về tính chất cơ học tốt hơn so với không được xử lý sợi.

Vật liệu tổng hợp gia cường bằng sợi tre là một vật liệu xanh, có tiềm năng cho các ứng dụng kỹ thuật trong tương lai.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. <http://langqueviet.net/lang-nghe/cac-loai-tre-o-viet-nam.html>
- [2]. V.K. Mathur, 2006. *Composite materials from local resources*. Construction and Building Materials 20, 470–477.
- [3]. N.S.M. El-Tayeb, 2009. *Two-body abrasive behaviour of untreated SC and R-G fibres polyester composites*. Wear 266, 220–232.
- [4]. N.S.M. El-Tayeb, 2008. *A study on the potential of sugarcane fibers/polyester composite for tribological applications*. Wear 265, 223–235.
- [5]. Barbara Simoncic, Lidija Cerne, Brigita Tomsic, 2008. *Surface properties of cellulose modified by imidazolidinone*. Cellulose 15:47–58.
- [6]. H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, M.O.W. Richardson, 2007. *Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites*. Composites Science and Technology 67, 1674–1683.
- [7]. Nguyễn Tuấn Anh, 2016. *Nghiên cứu nâng cao tính chất cơ học và độ chặm cháy của composit trên nền epoxy gia cường bằng vải thủy tinh*. Luận án Tiến sĩ, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội.
- [8]. Maya Jacob John, Rajesh D. Anandjiwala, 2008. *Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites*. Polymer Composite 29: 187-207.
- [9]. Walter Liese, 1992. *The structure of bamboo in relation to its properties and utilization*. International symposium on industrial use of bamboo, China.
- [10]. Abhijit P. Desshpande, M. Bhaskar Rao, C. Lakshmana Rao, 2000. *Extraction of Bamboo Fibers and Their Use as Reinforcement in Polymeric Composites*. J. Appl. Polym. Sci., Vol 76, 83-92.
- [11]. Nguyễn Hữu Đạt, 2009. *Vật liệu Composite trên nền nhựa polyester gia cường sợi tre*. Khóa luận tốt nghiệp, Trường Đại học Quốc gia Thành phố Hồ Chí Minh.
- [12]. Kai Zhang, Fangxin Wang, Wenyan Liang, Zhenqing Wang, Zhiwei Duan and Bin Yang, 2018. *Thermal and Mechanical Properties of Bamboo Fiber Reinforced Epoxy Composites*. Polymers 10(6):608.
- [13]. Osorio L., Trujillo E., Van Vuure A.W., Verpoest I., 2011. *Morphological aspects and mechanical properties of single bamboo fibers and flexural characterization of bamboo/epoxy composites*. J. Reinf. Plast. Compos, vol. 30, pp. 396-408.
- [14]. Elisangela P. Cordeiro, Victor J. R. R. Pita, Bluma G. Soares, 2017. *Epoxy-fiber of peach palm trees composites: the effect of composition and fiber modification on mechanical and dynamic mechanical properties*. Journal of Environmental Polymer Degradation 25(3), 913–924.