



## CHẾ TẠO VÀ KHẢO SÁT TÍNH CHẤT CỦA VẬT LIỆU POLYME COMPOZIT TRÊN NỀN NHỰA EPOXY GIA CƯỜNG BẰNG VI SỢI XENLULOZO AXETAT

Lê Đức Giang<sup>1\*</sup>, Cao Xuân Cường<sup>1</sup>, Tạ Thị Phương Hòa<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Khoa Hóa học - Trường Đại học Vinh

<sup>2</sup>Trung tâm Nghiên cứu Vật liệu Polyme - Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

Ngày Tòa soạn nhận được bài: 16-3-2017; ngày phân biên đánh giá: 03-4-2017; ngày chấp nhận đăng: 19-6-2017

### TÓM TẮT

Vật liệu compozit trên nền nhựa epoxy gia cường bằng sợi thủy tinh (30% theo khối lượng của nhựa epoxy), sợi thủy tinh lai tạo sợi lùn (30% theo khối lượng nhựa epoxy) có bổ sung MFC và vi sợi xenlulozo axetat đã được chế tạo và khảo sát một số tính chất cơ lí. Vật liệu compozit gia cường bằng 30% sợi thủy tinh và 0,4% MFC (so với khối lượng nhựa epoxy) có độ bền kéo và độ bền uốn cao nhất, lần lượt là 240,32 MPa và 244,34 MPa. Trong khi đó, độ bền va đập có giá trị cao nhất là 48,8 kJ/m<sup>2</sup> ở vật liệu gia cường bằng 30% sợi thủy tinh lai tạo sợi lùn và 0,4% vi sợi xenlulozo axetat. Đặc biệt, độ bền mỏi vật liệu compozit gia cường bằng 30% sợi thủy tinh lai tạo sợi lùn và 0,4% vi sợi xenlulozo axetat đã tăng 380%, từ 2321 chu kì lên 87847 chu kì so với vật liệu compozit không có MFC và vi sợi xenlulozo axetat.

**Từ khóa:** nhựa epoxy, polyme compozit, vi sợi xenlulozo (MFC), vi sợi xenlulozo axetat, sợi lùn.

### ABSTRACT

#### *Preparing polymer composite based on epoxy resin reinforced by microfibrillated cellulose acetate*

Epoxy resin composites reinforced by glass fiber and by hybrid glass fiber/lung fiber with microfibrillated cellulose (MFC) and microfibrillated cellulose acetate were prepared and investigated. Tensile strength and flexural strength of materials reached the highest value at polymer composite reinforced by 30%wt. glass fiber and 0.4%w MFC (240.32 MPa and 244.34 MPa), while the highest impact strength reached 48.8 kJ/m<sup>2</sup> at composite containing 30%w glass fiber/lung fiber and 0.4%w microfibrillated cellulose acetate. Especially, the fatigue strength of composite significantly increased by 380% from 23121 cycle to 87847 cycle due to 0.4 wt.% microfibrillated cellulose acetate inclusion into the resin in comparison with the composites without MFC and microfibrillated cellulose acetate.

**Keywords:** epoxy resin, polymer composite, microfibrillated cellulose (MFC), microfibrillated cellulose acetate, lung fiber.

### 1. Mở đầu

Vật liệu polyme compozit là loại vật liệu được tạo thành từ hai loại cấu tử chính là nhựa nền polyme và sợi gia cường. Các loại sợi gia cường truyền thống thường dùng cho

\* Email: leducgiang@gmail.com

vật liệu polyme compozit là sợi cacbon, sợi thủy tinh... Tuy nhiên, các loại sợi hóa học này được tổng hợp từ nguồn nguyên liệu không tái tạo, không có khả năng phân hủy nên quá trình sử dụng vật liệu polyme compozit gia cường bằng sợi hóa học thường gây ô nhiễm môi trường, ảnh hưởng đến sức khỏe con người và sự phát triển bền vững của xã hội. Do đó, vật liệu polyme compozit gia cường bằng sợi thực vật đã và đang được đặc biệt quan tâm bởi một số ưu điểm nổi trội của sợi thực vật so với các sợi hóa học như có khả năng phân hủy sinh học, rẻ tiền, nhẹ và có khả năng tái tạo [1], [2], [3]. Đặc biệt, vi sợi xenlulozơ có kích thước nhỏ, diện tích bề mặt lớn, độ bền và độ cứng cao nên đã được sử dụng gia cường cho nhiều polyme nền như polyeste không no, polylactic acid (PLA), nhựa epoxy [4], [5], [6]... Tuy nhiên, do xenlulozơ có nhiều nhóm hydroxyl phân cực nên khả năng tương hợp với các polyme nền còn thấp làm cho một số tính chất cơ lí của vật liệu chưa cao [7], [8]. Nhằm cải thiện khả năng tương hợp với polyme nền, trong công trình này chúng tôi đã tiến hành axetyl hóa vi sợi xenlulozơ và sử dụng để gia cường cho vật liệu polyme compozit trên nền nhựa epoxy, đồng thời khảo sát một số tính chất cơ lí của vật liệu chế tạo được.

## 2. Phương pháp nghiên cứu và thực nghiệm

### 2.1. Nguyên liệu và hóa chất

Sợi lũng ở dạng mat, tỉ trọng khoảng  $190 \text{ g/m}^2$ , kích thước sợi trung bình từ 150-200  $\mu\text{m}$ , được chế tạo bằng phương pháp cào tách sợi đã qua xử lí kiềm, tại Trung tâm Nghiên cứu Vật liệu polyme, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội.

Sợi thủy tinh loại mat tỉ trọng  $360 \text{ g/m}^2$  (Trung Quốc).

Vi sợi xenlulozơ (có đường kính khoảng 4-6  $\mu\text{m}$ ) được chế tạo từ phoi phế thải của cây Lũng ở Nghệ An theo quy trình đã công bố [9].

Nhựa epoxy trên cơ sở diglycidyl ete bisphenol-A (DGEBA) có khối lượng mol trung bình số  $\overline{Mn} \sim 610$  (g) và polyetylen polyamin (PEPA) xuất xứ Trung Quốc.

Anhydrit axetic, dimetyl sunfoxit (DMSO) được cung cấp bởi hãng Merk (Đức).

### 2.2. Chế tạo vi sợi xenlulozơ axetat và vật liệu polyme compozit

#### 2.2.1. Chế tạo vi sợi xenlulozơ axetat

Cho 20 g vi sợi xenlulozơ và 0,4 g iot cho vào bình cầu 3 cổ dung tích 250 ml chứa 100 ml  $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$  có lắp ống sinh hàn hồi lưu và nhiệt kế, phản ứng thực hiện ở  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ , hỗn hợp được khuấy bằng máy khuấy từ gia nhiệt trong thời gian 5 giờ. Sau phản ứng, sản phẩm được kết tủa trong dung dịch NaCl bão hòa ở nhiệt độ thường, rửa sản phẩm đến trung tính sau đó được sấy khô trong tủ sấy chân không ở  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ .

#### 2.2.2. Chế tạo vật liệu polyme compozit

Để khảo sát ảnh hưởng của phương pháp gia công và các thành phần chế tạo đến các tính chất cơ lí của vật liệu polyme compozit chúng tôi tiến hành 4 nhóm mẫu sau:

**Nhóm A:** Nhựa epoxy gia cường bằng 15% sợi lũng (so với khối lượng nhựa epoxy) không có MFC (mẫu  $A_0$ ) và nhựa epoxy có MFC với hàm lượng MFC so với khối lượng

nhựa epoxy là 0,2% (mẫu A<sub>1</sub>), 0,4% (mẫu A<sub>2</sub>), 0,6% (mẫu A<sub>3</sub>) và 0,8% (mẫu A<sub>4</sub>) được trộn với chất khâu mạch PEPA theo tỉ lệ khối lượng PEPA/nhựa epoxy là 10%. Quá trình đóng rắn được tiến hành ở nhiệt độ thường trong 48 giờ. Sau khi tháo khuôn, vật liệu được sấy trong tủ sấy chân không ở 70°C trong 4 giờ, sau đó được xác định tính chất cơ lí.

**Nhóm B:** Các mẫu composit gia cường bằng 30% mat thủy tinh (so với khối lượng nhựa epoxy) với hàm lượng MFC so với khối lượng nhựa epoxy lần lượt là 0% (mẫu B<sub>0</sub>), 0,2% (mẫu B<sub>1</sub>), 0,4% (mẫu B<sub>2</sub>), 0,6% (mẫu B<sub>3</sub>) và 0,8% (mẫu B<sub>4</sub>) theo khối lượng so với nhựa nền epoxy, tỉ lệ khối lượng chất khâu mạch PEPA/nhựa epoxy là 10%. Quá trình đóng rắn và sấy mẫu được thực hiện trong điều kiện tương tự ở nhóm mẫu A.

**Nhóm C:** Các mẫu composit gia cường bằng 30% mat thủy tinh lai tạo sợi lùg (tỉ lệ khối lượng mat thủy tinh/sợi lùg =1) so với khối lượng nhựa epoxy, tỉ lệ khối lượng chất khâu mạch PEPA/nhựa epoxy là 10%, hàm lượng MFC trong các mẫu lần lượt là 0% (mẫu C<sub>0</sub>), 0,2% (mẫu C<sub>1</sub>), 0,4% (mẫu C<sub>2</sub>), 0,6% (mẫu C<sub>3</sub>) và 0,8% (mẫu C<sub>4</sub>). Quá trình đóng rắn và sấy mẫu được thực hiện trong điều kiện tương tự ở nhóm mẫu A.

**Nhóm D:** Các mẫu composit gia cường bằng 30% mat thủy tinh lai tạo sợi lùg (tỉ lệ khối lượng mat thủy tinh/sợi lùg =1) so với khối lượng nhựa epoxy, tỉ lệ khối lượng chất khâu mạch PEPA/nhựa epoxy là 10%, hàm lượng vi sợi xenlulozơ axetat trong các mẫu lần lượt là 0% (mẫu C<sub>0</sub>), 0,2% (mẫu C<sub>1</sub>), 0,4% (mẫu C<sub>2</sub>), 0,6% (mẫu C<sub>3</sub>) và 0,8% (mẫu C<sub>4</sub>). Quá trình đóng rắn và sấy mẫu được thực hiện trong điều kiện tương tự ở nhóm mẫu A.

### 2.3. Phương pháp nghiên cứu

Cấu trúc hóa học của vi sợi xenlulozơ được khảo sát bằng phổ hồng ngoại được đo trên máy SHIMADZU (Nhật Bản) bằng phương pháp ép viên KBr tại Trường Đại học Sư phạm Hà Nội; phổ cộng hưởng từ hạt nhân <sup>1</sup>H ghi trên máy ADVANCE 125 MHz và phổ cộng hưởng từ hạt nhân <sup>13</sup>C đo trên máy ADVANCE 500 MHz của hãng Bruker (Đức), dung môi DMSO tại Viện Hóa học-Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

Độ thế (*Degree of substitution*, DS) của xenlulozơ axetat được xác định bằng phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân <sup>1</sup>H theo công thức sau [10]:

$$DS = \frac{\frac{1}{3}(A_{1,87} + A_{1,94} + A_{2,14})}{\frac{1}{6}(A_{3,39} + A_{3,66} + A_{3,82} + A_{4,00} + A_{4,54} + A_{5,06})}$$

Trong đó, A<sub>1,87</sub>, A<sub>1,94</sub> và A<sub>2,14</sub> là diện tích các pic của proton trong 3 nhóm acetyl; A<sub>3,39</sub>, A<sub>3,66</sub>, A<sub>3,82</sub>, A<sub>4,00</sub>, A<sub>4,54</sub> và A<sub>5,06</sub> là diện tích các pic của proton trong mắt xích của xenlulozơ.

Độ bền kéo được xác định theo tiêu chuẩn ISO 527-1993, độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178-1993 (E) được đo trên máy INSTRON 5582 - 100KN (Mĩ), tốc độ kéo 2mm/phút, nhiệt độ 25 °C, độ ẩm 70-75%.

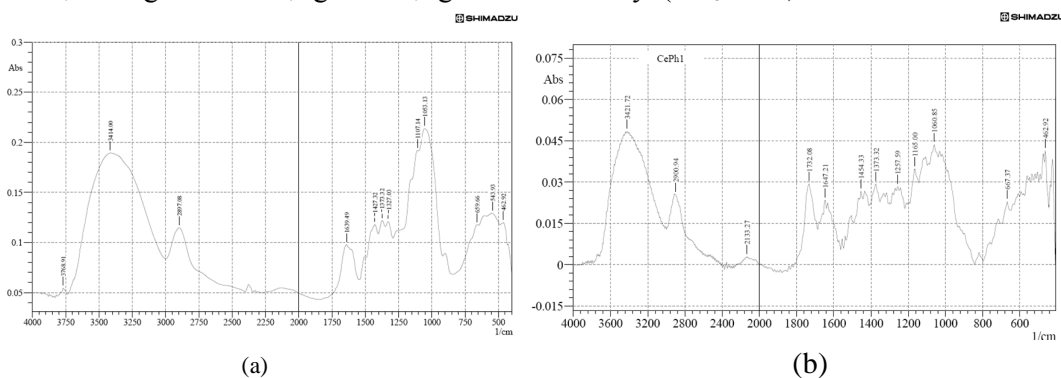
Độ bền va đập IZOD được xác định theo tiêu chuẩn ISO 180 & ASTM D256, trên máy Tinius Olsen của Mĩ, nhiệt độ 25 °C.

Độ bền mỏi của vật liệu được đo trên máy MPS 810 (Material Test System 810) của Mĩ, theo tiêu chuẩn ASTM D3479-96 (2007), lực chịu mỏi bằng 70% lực kéo đứt của mẫu, tần số dao động của lực  $f = 2\text{Hz}$  tương đương với 120 rpm, biên độ dao động của lực bằng 2 lần lực chịu mỏi.

### 3. Kết quả và thảo luận

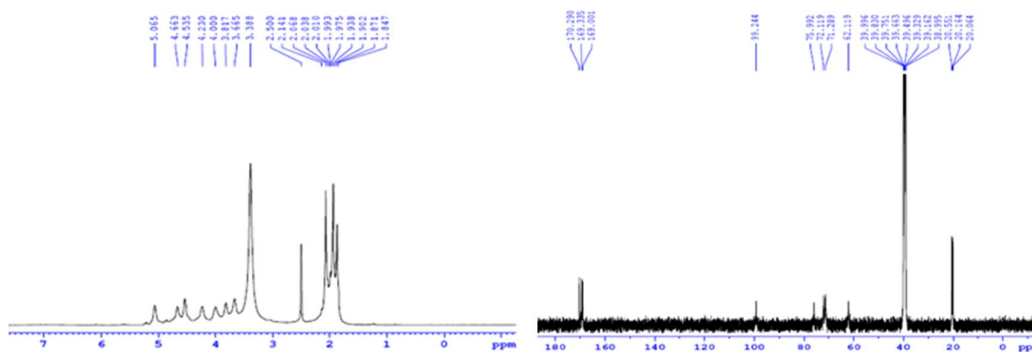
#### 3.1. Khảo sát cấu trúc hóa học của vi sợi xenlulozơ axetat

Từ phổ hồng ngoại của vi sợi xenlulozơ (Hình 3.1a) và vi sợi xenlulozơ axetat với DS=1,8 (Hình 3.1b) ta thấy có tất cả các đỉnh hấp thụ quan trọng nhất đặc trưng cho xenlulozơ ban đầu: 3300-3500, 2901, 1647, 1454, 1060, 607 ( $\text{cm}^{-1}$ ). Trong đó, đỉnh hấp thụ ở  $2961\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động biến dạng của các liên kết C-H và  $1454\text{ cm}^{-1}$  là dao động hóa trị của liên kết C-H, còn đỉnh hấp thụ ở  $1060\text{ cm}^{-1}$  là của các nhóm chức ete C-O-C và dải hấp thụ 3300-3500  $\text{cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của các nhóm hydroxyl (OH). Điều đó cho thấy trong phân tử xenlulozơ axetat đang còn các nhóm OH chưa bị axetyl hóa. Tuy nhiên, vùng hấp thụ đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết O-H trong các nhóm hydroxyl (OH) không rộng như trong phổ hồng ngoại của xenlulozơ (vùng 3200-3600  $\text{cm}^{-1}$ ) mà đã bị thu hẹp lại (3300-3500  $\text{cm}^{-1}$ ) chứng tỏ các nhóm hydroxyl (OH) trong phân tử xenlulozơ đã phản ứng với anhydrit axetic tạo thành các dẫn xuất axetat, phá vỡ các liên kết hydro. Đặc biệt, sự xuất hiện của một đỉnh hấp thụ mới với cường độ mạnh ở  $1732\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết đôi C=O và đỉnh hấp thụ ở  $1257\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết đơn C-O trong nhóm este, đỉnh hấp thụ ở  $1373\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động biến dạng của nhóm methyl ( $\text{CH}_3\text{COO}$ ).



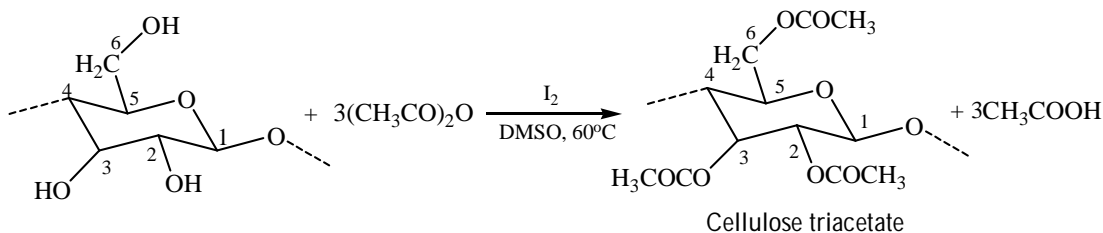
**Hình 1.** Phổ hồng ngoại của vi sợi xenlulozơ (3.1a) và vi sợi xenlulozơ axetat (3.1b)

Trong phổ  $^1\text{H-MNR}$  của vi sợi xenlulozơ axetat (Hình 3.2) có các tín hiệu của proton của nguyên tử H trong phân tử xenlulozơ: H1 (3,39 ppm), H2 (4,54 ppm), H3 (5,06 ppm), H4 (3,66 ppm), H5 (3,82 ppm) và H6 (4,00 ppm). Ngoài ra, còn có tín hiệu proton trong nhóm acetyl ( $\text{CH}_3\text{CO}$ ) ở các nguyên tử C2 (1,94 ppm), C3 (1,87 ppm) và C6 (2,14 ppm).



**Hình 2.** Phổ cộng hưởng từ hạt nhân  $^1\text{H}$  và  $^{13}\text{C}$  của vi sợi xenlulozơ axetat

Trong phổ cộng hưởng từ hạt nhân  $^{13}\text{C}$  có các tín hiệu đặc trưng cho 6 nguyên tử cacbon của xenlulozơ: C1 (99,2 ppm), C2 (71,3 ppm), C3 (72,1 ppm), C4 (75,9 ppm), C5 (71,3 ppm) và C6 (62,1 ppm). Ngoài ra, còn có các tín hiệu đặc trưng cho nguyên tử cacbon carbonyl trong nhóm acetyl thế nhóm OH ở nguyên tử C2 (169,0 ppm), C3 (169,3 ppm) và C6 (170,2 ppm).



Các dữ liệu phổ hồng ngoại và phổ cộng hưởng từ hạt nhân  $^1\text{H}$  và  $^{13}\text{C}$  ở trên cho thấy các nhóm OH ở nguyên tử cacbon số 2, 3 và 6 đã phản ứng với anhydrit axetic tạo thành xenlulozơ axetat.

### 3.2. Khảo sát tính chất cơ lí của polyme composit

#### 3.2.1. Ảnh hưởng của MFC và vi sợi xenlulozơ axetat đến độ bền kéo đứt

So sánh độ bền kéo đứt của các mẫu thuộc 4 nhóm trên (Bảng 1) cho thấy, các mẫu thuộc nhóm B (gia cường bằng sợi thủy tinh) có độ bền kéo đứt cao hơn các nhóm mẫu còn lại, các mẫu thuộc nhóm A (gia cường bằng sợi lùn) có độ bền kéo đứt thấp hơn nhiều các nhóm mẫu khác, các mẫu thuộc nhóm D có độ bền kéo đứt thấp hơn không nhiều so với các mẫu thuộc nhóm B và cao hơn các mẫu thuộc nhóm C (có cùng tỉ lệ khối lượng mat thủy tinh/sợi lùn). Mặt khác, độ bền kéo đứt của các mẫu nhóm D giảm ít nhất khi hàm lượng vi sợi xenlulozơ axetat tăng từ 0,4% đến 0,8%. Điều đó là do vi sợi xenlulozơ axetat có khả năng tương tác bề mặt với polyme nền tốt hơn MFC.

**Bảng 1.** Độ bền kéo đứt (MPa) của vật liệu polyme compozit

Hàm lượng MFC	Nhóm A	Nhóm B	Nhóm C	Nhóm D
0%	A <sub>0</sub> 130,54	B <sub>0</sub> 205,62	C <sub>0</sub> 180,80	D <sub>0</sub> 180,80
0,2%	A <sub>1</sub> <b>135,60</b>	B <sub>1</sub> 215,40	C <sub>1</sub> 188,60	D <sub>1</sub> 200,32
0,4%	A <sub>2</sub> 124,45	B <sub>2</sub> <b>240,32</b>	C <sub>2</sub> <b>214,44</b>	D <sub>2</sub> <b>235,56</b>
0,6%	A <sub>3</sub> 114,54	B <sub>3</sub> 234,56	C <sub>3</sub> 200,25	D <sub>3</sub> 230,52
0,8%	A <sub>4</sub> 101,86	B <sub>4</sub> 225,35	C <sub>4</sub> 184,82	D <sub>4</sub> 210,34

Kết quả ở Bảng 1 cũng cho thấy độ bền kéo đứt đạt giá trị lớn nhất là 135,60 MPa (ở nhóm A) khi hàm lượng MFC là 0,2%, 240,32 MPa (ở nhóm B) và 214,44 MPa (ở nhóm C) khi hàm lượng MFC đều là 0,4%. Tương tự, khi hàm lượng vi sợi xenlulozơ axetat là 0,4% (ở nhóm D) thì độ bền kéo đứt đạt giá trị cao nhất là 235,56 MPa. Tuy nhiên, độ bền kéo đứt giảm dần khi hàm lượng MFC tăng từ 0,2% đến 0,8% (ở nhóm A) và từ 0,4% đến 0,8% (ở nhóm B và C). Như vậy, sự có mặt của MFC đã làm tăng không đáng kể độ bền kéo đứt của vật liệu ở cả 3 nhóm mẫu A, B và C (tăng 4,29% khi hàm lượng MFC là 0,2% ở nhóm A, 13,83% ở nhóm B và 16,87% ở nhóm C khi hàm lượng MFC là 0,4%), trong khi đó sự có mặt của vi sợi xenlulozơ axetat cải thiện đáng kể độ bền kéo đứt của vật liệu ở nhóm mẫu D (tăng 29,98% khi hàm lượng vi sợi xenlulozơ là 0,4%).

### 3.2.2. Ảnh hưởng của MFC và vi sợi xenlulozơ axetat đến độ bền uốn

So sánh độ bền uốn của các mẫu ở 4 nhóm trên (Bảng 2) ta thấy, các mẫu nhóm B có độ bền uốn nhất, các mẫu nhóm D có độ bền uốn cao hơn các mẫu nhóm C, còn các mẫu nhóm A có độ bền uốn thấp nhất. Như vậy, vật liệu gia cường bằng sợi thủy tinh (nhóm B) có độ bền uốn cao hơn nhiều so với vật liệu gia cường bằng sợi lùn (nhóm A) nhưng cao hơn không đáng kể so với vật liệu gia cường bằng sợi thủy tinh lai tạo sợi lùn (nhóm C và nhóm D).

**Bảng 2.** Độ bền uốn (MPa) của vật liệu polyme compozit

Hàm lượng MFC	Nhóm A	Nhóm B	Nhóm C	Nhóm D
0%	A <sub>0</sub> 130,80	B <sub>0</sub> 226,60	C <sub>0</sub> 189,40	D <sub>0</sub> 189,40
0,2%	A <sub>1</sub> <b>152,20</b>	B <sub>1</sub> 235,62	C <sub>1</sub> 198,70	D <sub>1</sub> 210,68
0,4%	A <sub>2</sub> 140,64	B <sub>2</sub> <b>244,34</b>	C <sub>2</sub> <b>204,52</b>	D <sub>2</sub> 228,54
0,6%	A <sub>3</sub> 121,20	B <sub>3</sub> 197,57	C <sub>3</sub> 154,71	D <sub>3</sub> <b>232,70</b>
0,8%	A <sub>4</sub> 115,16	B <sub>4</sub> 176,90	C <sub>4</sub> 141,32	D <sub>4</sub> 204,36

Kết quả ở Bảng 2 cũng cho thấy, độ bền uốn của các mẫu trong nhóm A đạt giá trị lớn nhất khi hàm lượng MFC là 0,2% rồi giảm dần khi hàm lượng MFC tăng từ 0,2 đến 0,8%. Tuy nhiên, trong nhóm B và C độ bền uốn tăng nhẹ khi hàm lượng MFC từ 0,2% đến 0,4%, sau đó độ bền uốn giảm dần và có giá trị thấp hơn mẫu không chứa MFC khi hàm lượng MFC tăng từ 0,6% đến 0,8%, còn trong nhóm D thì độ bền uốn tăng dần khi hàm lượng vi sợi xenlulozơ axetat tăng từ 0,2% đến 0,6%. Như vậy, khi hàm lượng MFC

là 0,2% thì độ bền uốn đạt giá trị lớn nhất là 152,20 MPa ở nhóm A; trong khi đó ở nhóm B và C độ bền uốn đạt giá trị lớn nhất lần lượt là 244,34 MPa và 204,52 MPa khi hàm lượng MFC đều là 0,4%; còn độ bền uốn cao nhất là 232,70 MPa ở nhóm D khi hàm lượng vi sợi xenlulozơ axetat là 0,6%.

### 3.2.3. Ảnh hưởng của MFC và vi sợi xenlulozơ axetat đến độ bền va đập

**Bảng 3.** Độ bền va đập ( $\text{kJ/m}^2$ ) của vật liệu polyme compozit

Hàm lượng MFC	Nhóm A	Nhóm B	Nhóm C	Nhóm D
0%	A <sub>0</sub> 20,80	B <sub>0</sub> 30,28	C <sub>0</sub> 31,82	D <sub>0</sub> 31,82
0,2%	A <sub>1</sub> 25,35	B <sub>1</sub> 35,84	C <sub>1</sub> 38,28	D <sub>1</sub> 40,42
0,4%	A <sub>2</sub> <b>28,74</b>	B <sub>2</sub> <b>42,56</b>	C <sub>2</sub> <b>46,48</b>	D <sub>2</sub> <b>48,80</b>
0,6%	A <sub>3</sub> 26,40	B <sub>3</sub> 40,24	C <sub>3</sub> 42,56	D <sub>3</sub> 44,52
0,8%	A <sub>4</sub> 23,20	B <sub>4</sub> 36,30	C <sub>4</sub> 38,20	D <sub>4</sub> 42,40

Kết quả Bảng 3 cho thấy MFC đã làm độ bền va đập của vật liệu tăng đáng kể ở tất cả nhóm mẫu khi hàm lượng MFC tăng từ 0,2% đến 0,8%. Cụ thể, độ bền va đập tăng trong khoảng 11,53% đến 38,17% ở các mẫu nhóm A; 19,88% đến 40,55% ở các mẫu nhóm B, 20,05% đến 46,07% ở các mẫu nhóm C và 33,24% đến 53,36% ở các mẫu nhóm D. Độ bền va đập tăng là do khi tác dụng một lực đột ngột, MFC và vi sợi xenlulozơ axetat đã cản trở sự phát triển của các vết nứt làm chậm sự phá hủy của vật liệu. Tuy nhiên, khi hàm lượng MFC tăng từ 0,6% lên 0,8% thì độ bền va đập của các mẫu giảm nhẹ ở tất cả các nhóm nhưng vẫn cao hơn so với mẫu không có MFC.

Khi so sánh kết quả ở bốn nhóm mẫu ta thấy, độ bền va đập ở các mẫu nhóm B cao hơn nhóm A không nhiều, các mẫu thuộc nhóm C đều có độ bền va đập cao hơn các mẫu của nhóm B có cùng hàm lượng MFC, các mẫu nhóm D cao hơn các mẫu thuộc nhóm C. Như vậy, sử dụng mat thủy tinh lai tạo sợi lừng kết hợp với MFC và vi sợi xenlulozơ axetat đã làm tăng độ bền va đập của vật liệu gia cường bằng sợi thủy tinh.

### 3.2.4. Ảnh hưởng của MFC và vi sợi xenlulozơ axetat đến độ bền mỏi

Từ kết quả khảo sát độ bền kéo đứt, độ bền uốn và độ bền va đập ở trên, chúng tôi tiến hành khảo sát ảnh hưởng của MFC và vi sợi xenlulozơ axetat có hàm lượng 0,4% so với khối lượng nhựa epoxy (mẫu B<sub>2</sub>, mẫu C<sub>2</sub> và mẫu D<sub>2</sub>) đến độ bền mỏi so với mẫu compozit không có MFC (mẫu B<sub>0</sub> và mẫu C<sub>0</sub>) và vi sợi xenlulozơ axetat (mẫu D<sub>0</sub>). Kết quả cho thấy, MFC đã cải thiện đáng kể độ bền mỏi của vật liệu. Ở lực kéo tương đương 70% độ bền kéo của vật liệu, độ bền mỏi tăng mạnh từ 22.115 chu kỳ ở mẫu B<sub>0</sub> lên 77.417 chu kỳ ở mẫu B<sub>2</sub> (tăng 3,5 lần), từ 21.248 chu kỳ ở mẫu C<sub>0</sub> lên 67.996 chu kỳ ở mẫu C<sub>2</sub> (tăng 3,2 lần) và từ 23.121 chu kỳ ở mẫu D<sub>0</sub> lên 87.847 chu kỳ ở mẫu D<sub>2</sub> (tăng 3,8 lần). Sự tăng mạnh độ bền mỏi của vật liệu được giải thích là do sự có mặt của MFC và vi sợi xenlulozơ axetat với kích thước rất nhỏ như là chất độn tăng cường có tác dụng hạn chế các vết nứt trong vật liệu khi chịu tác dụng của một lực lớn từ bên ngoài.

#### 4. Kết luận

Trong công trình này, chúng tôi đã điều chế được vi sợi xenlulozơ axetat (DS ~1,8) bằng phản ứng của MFC (đường kính khoảng 4-6  $\mu\text{m}$ ) với anhydrit axetic có mặt iot làm xúc tác. Cấu trúc hóa học của sản phẩm đã được chứng minh bằng phổ hồng ngoại và phổ cộng hưởng từ hạt nhân  $^1\text{H}$  và  $^{13}\text{C}$ . Kết quả khảo sát một số tính chất cơ lí của vật liệu compozit chế tạo được cho thấy nhựa epoxy/sợi thủy tinh và nhựa epoxy/mat sợi thủy tinh-sợi lùn có bổ sung 0,4% MFC và 0,4% vi sợi xenlulozơ axetat có độ bền kéo, độ bền uốn, độ bền va đập cao hơn so với vật liệu compozit không có bổ sung MFC và vi sợi xenlulozơ axetat. Đặc biệt, sự có mặt của MFC và vi sợi xenlulozơ axetat đã làm tăng mạnh độ bền mỏi của vật liệu (tăng từ 3,2 đến 3,8 lần so với compozit không có MFC và vi sợi xenlulozơ axetat).

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Anna J. S., My A. S., Azizi S., Berglund L. A., "Biomimetic polysaccharide nanocomposits of high cellulose content and high toughness", *Biomacromolecules*, Vol. 8(8), pp.2556-2563, 2007.
- [2] Tạ Thị Phương Hòa, Trần Vĩnh Diệu, Đoàn Thị Yến Oanh, Mạc Văn Phúc, "Chế tạo vật liệu compozit sinh học trên cơ sở nhựa polyeste không no gia cường bằng sợi nửa xử lí bằng plasma lạnh", *Tạp chí Hóa học*, Tập 47(2), tr. 220-229, 2009.
- [3] Phan Thị Minh Ngọc, Trần Vĩnh Diệu, Đoàn Thị Yến Oanh, Nguyễn Hoài Thu, "Nghiên cứu chế tạo compozit sinh học trên cơ sở nhựa polyeste không no gia cường bằng mat nửa lai tạo với mat thủy tinh", *Tạp chí Hóa học*, tập 47(1), tr.75-80, 2009.
- [4] Norifumi Takagaki, Kazuya Okubo, Toru Fujii, "Improvement of fatigue strength and impact properties of plain-woven CFRP modified with microfibrillated cellulose", *Proceedings of the 6th Asia-Australasian conference on compozit materials (ACCM/6)*, Kumamoto, 23-26 September, pp.499-501, 2008.
- [5] Mohamed J. Gabr, Mostafa Abd Elrahman, Kazuya Okubo, Toru Fujii, "Effect of microfibrillated cellulose on mechanical properties of plain-woven CFRP reinforced epoxy", *Compozit Structures*, Vol. 92, pp.1999-2006, 2010.
- [6] Saba N., Mohammad F., Pervaiz M., Jawaid M., Alothman O. Y., Sain M., "Mechanical, morphological and structural properties of cellulose nanofibers reinforced epoxy compozits", *Biological Macromolecules*, Vol 97, pp.190-200, 2017.
- [7] Atul P. Johari, S.K. Kurmvanshi, S. Mohanty, S.K. Nayak, "Influence of surface modified cellulose microfibrils on the improved mechanical properties of poly (lactic acid)", *International Journal of Biological Macromolecules*, Vol. 84, pp.329-339, 2014.
- [8] Jue L., Per A., Lawrence T. D., "Surface modification of microfibrillated cellulose for epoxy composite applications", *Polymer*, Vol.49(5), pp.1285-1296, 2008.
- [9] Cao Xuan Cuong, Tạ Thị Phương Hoa, Lê Đức Giang, Nguyễn Văn Đại, "Preparation and characterization of microfibrillated cellulose from Lung foil wastes in Nghe An", *Journal of Chemistry*, Vol. 51(2A,B), pp.151-156, 2013.
- [10] Archana M. D., Abdul A. A., Manash P. H., "Synthesis and characterization of cellulose acetate from rice husk:Eco-friendly condition", *Carbohydrate Polymers*, Vol.112, pp.342-349, 2014.