

Nghiên cứu độ giảm khối lượng và cấu trúc xơ polyeste sau khi xử lý kiềm

Study on Weight Loss and Morphology of Polyester Fiber after Alkali Treatment

Nguyễn Nhật Trinh*, Nguyễn Minh Tuấn, Đỗ Thị Hoài, Nguyễn Diệu Linh

Trường Đại học Bách khoa Hà Nội – Số 1, Đại Cồ Việt, Hai Bà Trưng, Hà Nội

Đến Tòa soạn: 23-5-2017; chấp nhận đăng: 28-3-2018

Tóm tắt

Vải 100% xơ polyeste (PET) chủ yếu được sử dụng để sản xuất các sản phẩm túi xách và vải trang trí nội thất. Đối với các sản phẩm may mặc tính năng sử dụng vải 100% xơ PET còn nhiều hạn chế do vải cứng, khả năng thoát ẩm kém. Để cải thiện tính tiện nghi của vải, vải được xử lý kiềm; khi đó cấu trúc bề mặt xơ PET thay đổi, vải sẽ mềm mại hơn, thoát ẩm tốt hơn và có ngoại quan giống vải tơ tằm. Bài báo nghiên cứu ảnh hưởng đồng thời các thông số công nghệ nhiệt độ, thời gian và nồng độ kiềm đến độ giảm khối lượng vải 100% xơ PET sử dụng thuật toán quy hoạch thực nghiệm trực giao Box-Wilson và phần mềm Design-Experts xây dựng phương trình hồi quy thực nghiệm và biểu diễn mối quan hệ 3D giữa các thông số thực nghiệm. Kết quả thực nghiệm cho thấy độ giảm khối lượng vải PET sau khi xử lý kiềm tỷ lệ tuyến tính với các thông số công nghệ xử lý kiềm. Ảnh SEM cho thấy sự phá hủy vi mô bề mặt xơ, mức độ tổn thương xơ phụ thuộc vào chế độ xử lý kiềm. Phân tích ảnh phổ FTIR cho thấy xử lý kiềm không tạo ra liên kết hóa học mới trong cấu trúc mạch đại phân tử PET.

Từ khóa: Vải polyeste, xử lý kiềm, độ giảm khối lượng, hiển vi điện tử quét SEM, phổ hồng ngoại FTIR.

Abstract

100% polyester fabric (PET) is mainly used to produce bags and households products. For apparel products, usable properties of 100% PET fabric are restricted because the fabric is toughness and low moisture absorption. To improve the comfort of 100% PET fabric, the fabric is treated by alkali; after alkali treatment the surface structure of polyester fiber is modified, the fabric is smoother and gets better moisture absorption, and looks like silk. The paper investigates simultaneous influence of technological parameters as: treatment temperature, treatment time and alkali concentration to weight loss of 100% PET fabric by Box-Wilson orthogonal experimental arrangement method and uses Design-Experts software to establish experimental regression equation and shows 3D relation of parameters. The results indicated that weight loss of 100% PET fabric after alkali treatment is linear proportional to technological parameters. SEM photographs show micro destroy of fiber surface, destroy degree is depended on alkali treatment. FTIR analysis indicates alkali treatment do not create new chemical bond in PET molecular structure.

Keywords: Polyester fabric, Alkali treatment, Weight loss, FTIR, SEM.

1. Đặt vấn đề

Xơ polyeste được ứng dụng nhiều trong ngành công nghiệp để sản xuất các loại sản phẩm như quần áo, đồ nội thất, đồ gia dụng, vải công nghiệp. Vải polyeste có độ bền cao, khả năng chống rã tốt, chịu nhiệt tốt, tuy nhiên vải hút ẩm thấp, cứng, khó nhuộm màu. Để khắc phục những nhược điểm này, các nhà khoa học đã nghiên cứu biến tính cấu trúc hoặc thành phần hóa học của xơ polyeste. Việc biến đổi thành phần hóa học của xơ bao gồm thay đổi thành phần, tỷ lệ cấu tử tham gia vào quá trình tổng hợp, hình thành nên polyme nguyên liệu, hoặc đưa thêm các chất phụ gia vào trong công đoạn sản xuất xơ. Biến đổi cấu trúc xơ được thực hiện trong công đoạn tạo sợi hoặc ngay sau quá trình tạo sợi.

Biến đổi tính năng sử dụng của xơ polyeste được thực hiện ở công đoạn xử lý hoàn tất sản phẩm bằng cách: ngâm tẩm, giảm khối lượng, xử lý hóa chất vải. Việc xử lý kiềm vải polyeste nhằm biến đổi tính năng sử dụng của vải được áp dụng trong giai đoạn hoàn tất. Quá trình này nhằm mục đích cải thiện những nhược điểm của polyeste thông thường hoặc tạo cho vải những tính chất như: tăng độ hút ẩm, vải mềm mại hơn, tuy nhiên quá trình xử lý kiềm làm độ bền của vải polyeste bị suy giảm tùy thuộc vào mức độ xử lý kiềm.

Omer Demirović và cộng sự [1] nghiên cứu kết hợp kiềm với etylen-diamin (EDA) xử lý bề mặt vải polyeste nhằm tăng khả năng chống tia UV. Vải sử dụng khối lượng 100g/m², sợi dọc và sợi ngang là sợi texture. Theo các tác giả, khả năng chống tia UV của vải polyeste được cải thiện tốt hơn so với chưa xử lý kiềm. Sau khi xử lý kiềm xơ polyeste có các nối đôi trong chuỗi mạch polyme và có khả năng hấp thụ tia

* Địa chỉ liên hệ: Tel.: (+84) 912.336.229
Email: trinh.nguyennhat@hust.edu.vn

UV-R, và biến tính vải polyeste bằng EDA sẽ tạo hiệu quả chống tia UV cao hơn so với xử lý kiềm.

M. Dhinakaran và cộng sự [2] nghiên cứu cấu trúc và độ giảm khối lượng xơ polyeste bằng phương pháp xử lý kiềm. Xơ polyeste stapen được định hình nhiệt ở nhiệt độ từ 100°C-150°C với các mức tăng 10°C, thời gian định hình nhiệt 2 phút. Kết quả nghiên cứu cho thấy, mức độ giảm khối lượng xơ polyeste sau xử lý kiềm giảm dần khi tăng nhiệt độ định hình, đó là do khi định hình nhiệt hàm lượng tinh thể trong mạch đại phân tử polyeste tăng lên nhanh chóng và kiềm khó phá hủy bề mặt xơ hơn. Theo các tác giả, khi tăng nhiệt độ xử lý kiềm (từ 75°C đến 100°C) thì độ giảm khối lượng xơ polyeste tăng lên từ 0,9% đến 4,3%.

Swarna Natarajan và cộng sự [3] nghiên cứu sự thay đổi cấu trúc bề mặt xơ polyeste bằng polyvinyl alcohol trong môi trường kiềm. Kết quả nghiên cứu cho thấy vải polyeste được xử lý polyvinyl alcohol có khả năng thấm ướt tốt hơn khoảng 45% và 29% so với vải polyeste không xử lý và vải được xử lý kiềm.

S.E. Shalaby và cộng sự [4] đã nghiên cứu tác động của việc xử lý kiềm Polyethylene glycol (R-PET) và polyethyleneterephthalate (PEG-M-PET) tới sự thay đổi các tính chất cơ học của vải, các thông số công nghệ như: thời gian xử lý, nồng độ alkali, nhiệt độ và mức độ thủy phân có ảnh hưởng trực tiếp tới sự thay đổi cơ học của vải.

Bài báo trình bày kết quả nghiên cứu xử lý kiềm vải 100% xơ PET bằng thuật toán quy hoạch thực nghiệm trực giao Box-Wilson và phân tích ảnh SEM và FTIR cấu trúc bề mặt xơ PET sau xử lý kiềm.

2. Nguyên vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Nguyên vật liệu

Vải polyeste do công ty cổ phần dệt may Phong Phú sản xuất. Vải cấu trúc vân điểm 1/1, 100% xơ polyeste. Độ mảnh sợi dọc Ne10, độ mảnh sợi ngang Ne7. Mật độ sợi dọc 170 sợi/10cm, mật độ sợi ngang 120 sợi/10cm. Khối lượng vải 260g/m². Trước khi xử lý kiềm, vải được giặt để loại bỏ hồ sợi dọc, các chất bụi bẩn, dầu mỡ bám trên bề mặt, sau đó vải được phơi khô. Kiềm NaOH do Trung Quốc sản xuất hàm lượng 98%.

2.2. Phương pháp thực nghiệm

- Phương pháp xử lý kiềm

Các mẫu vải được xử lý trong dung dịch kiềm dung tỉ 1:15. Vải được xử lý kiềm ở 3 chế độ công nghệ thay đổi: Nhiệt độ xử lý, thời gian xử lý và nồng độ kiềm xử lý. Các mẫu vải sau xử lý kiềm được giặt sạch và trung hòa bằng dung dịch axit axetic 2%. Sau đó vải được phơi khô.

- Kế hoạch thí nghiệm

Phương án thí nghiệm được thiết kế theo quy hoạch thực nghiệm trực giao Box-Wilson, gồm 20 phương án thí nghiệm trong đó 8 phương án thí nghiệm ở nhân, 6 phương án thí nghiệm ở các điểm sao và 6 phương án thí nghiệm ở trung tâm, với ba biến đầu vào và hai biến đầu ra.

Bảng 1. Biến số độc lập và mức nghiên cứu các thông số công nghệ

Biến số	Thông số	Mức mã hóa				
		-1,215	-1	0	+1	+1,215
X ₁	Nhiệt độ (°C)	47	60	70	80	97
X ₂	Nồng độ (%)	3,15	4	7	10	12,15
X ₃	Thời gian (phút)	24	30	60	90	120

- Phương pháp xác định khối lượng vải

Quy định về lấy mẫu, thử mẫu và thực nghiệm xác định khối lượng vải trước và sau thực nghiệm được xác định theo tiêu chuẩn TCVN 8042: 2009 bằng cân điện tử, chính xác đến ± 0,001g.

Độ giảm khối lượng vải được xác định theo công thức:

$$G = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \cdot 100\%$$

Trong đó:

G: Độ giảm khối lượng vải (%)

W₁: Khối lượng vải trước xử lý kiềm (g)

W₂: Khối lượng vải sau xử lý kiềm (g)

Thí nghiệm thực hiện trong điều kiện tiêu chuẩn (nhiệt độ = 20±5°C, độ ẩm tương đối = 60±5%) tại Trung tâm thí nghiệm vật liệu dệt may-da giày trường Đại học Bách khoa Hà Nội.

Hình thái bề mặt xơ PET sau xử lý kiềm được quan sát bằng kính hiển vi điện tử quét SEM kí hiệu JEOL JSM-7600F (Mỹ) tại phòng thí nghiệm của Viện tiên tiến khoa học và công nghệ trường Đại học Bách Khoa Hà Nội.

Phân tích phổ hồng ngoại FTIR: Mẫu xơ PET sau xử lý kiềm được phân tích FTIR tại phòng thí nghiệm của Viện kỹ thuật hóa học trường Đại học Bách Khoa Hà Nội trên máy FT-IR NICOLET 6700 NRX RAMAN MODULE – THERMO.

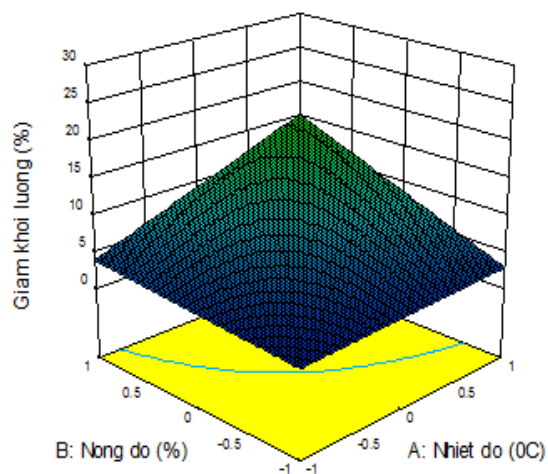
3. Kết quả nghiên cứu và bàn luận

3.1. Độ giảm khối lượng vải polyeste sau xử lý kiềm

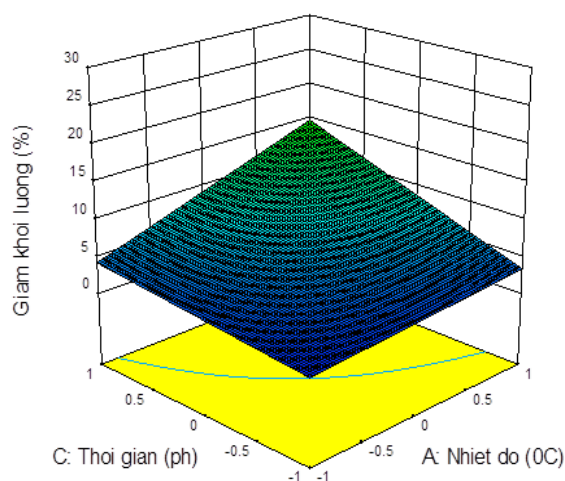
Độ giảm khối lượng vải PET sau khi xử lý kiềm phụ thuộc vào 3 yếu tố công nghệ: nhiệt độ (60°C - 97°C), nồng độ kiềm (3,15% - 12,15%) và thời gian (24 phút - 120 phút) được thể hiện ở bảng 2:

Bảng 2. Kết quả thí nghiệm độ giảm khối lượng

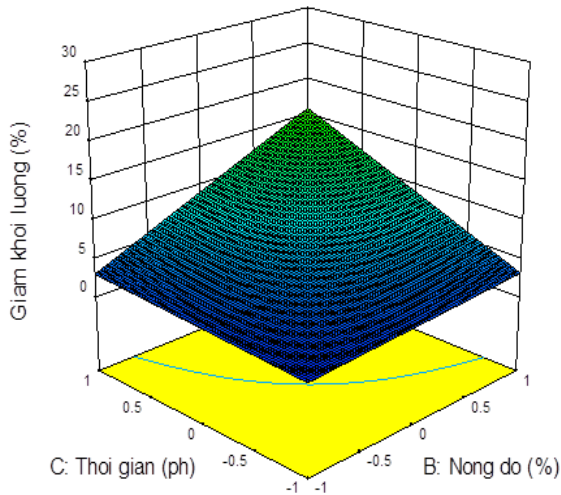
STT	Biến mã hóa			Biến thực			Độ giảm khối lượng (%)
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₁	X ₂	X ₃	G
1	-1	-1	-1	60 ^o C	4%	30 phút	0,35
2	+1	-1	-1	80 ^o C	4%	30 phút	2,07
3	-1	+1	-1	60 ^o C	10%	30 phút	2,39
4	+1	+1	-1	80 ^o C	10%	30 phút	7,65
5	-1	-1	+1	60 ^o C	4%	90 phút	0,85
6	+1	-1	+1	80 ^o C	4%	90 phút	4,51
7	-1	+1	+1	60 ^o C	10%	90 phút	7,68
8	+1	+1	+1	80 ^o C	10%	90 phút	28,24
9	-1,215	0	0	47 ^o C	7%	60 phút	1,15
10	+1,215	0	0	97 ^o C	7%	60 phút	31,03
11	0	-1,215	0	70 ^o C	3,15%	60 phút	4,33
12	0	+1,215	0	70 ^o C	12,15%	60 phút	6,14
13	0	0	-1,215	70 ^o C	7%	24 phút	2,47
14	0	0	+1,215	70 ^o C	7%	120 phút	11,12
15	0	0	0	70 ^o C	7%	60 phút	4,97
16	0	0	0	70 ^o C	7%	60 phút	5,35
17	0	0	0	70 ^o C	7%	60 phút	5,03
18	0	0	0	70 ^o C	7%	60 phút	5,24
19	0	0	0	70 ^o C	7%	60 phút	4,87
20	0	0	0	70 ^o C	7%	60 phút	5,17



Hình 1. Đồ thị 3D biểu diễn ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian đến độ giảm khối lượng vải PET



Hình 2. Đồ thị 3D biểu diễn ảnh hưởng của nồng độ và nhiệt độ đến độ giảm khối lượng vải PET



Hình 3. Đồ thị 3D biểu diễn ảnh hưởng của nồng độ và thời gian đến độ giảm khối lượng vải PET

Từ kết quả thí nghiệm đưa ra phương trình hồi quy biểu diễn ảnh hưởng của ba yếu tố nhiệt độ, nồng độ kiềm và thời gian đến độ giảm khối lượng của vải PET 100%.

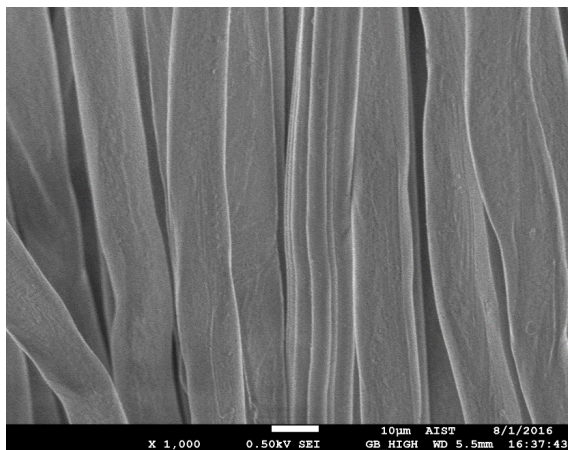
Phương trình hồi quy độ giảm khối lượng vải:

$$Y = 5,98 + 3,12X_1 + 3,63X_2 + 3,56X_3 \text{ (g)}$$

Phương trình hồi quy cho thấy:

- Trong ba yếu tố: nhiệt độ, nồng độ kiềm và thời gian thì nhiệt độ xử lý ảnh hưởng lớn nhất đến độ giảm khối lượng vải PET, vì hệ số nhiệt độ trong phương trình hồi quy là lớn nhất. Sau đó là ảnh hưởng của nồng độ kiềm và cuối cùng ảnh hưởng ít nhất đến độ giảm khối lượng là thời gian xử lý kiềm.

- Hình 1 biểu diễn ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian đến độ giảm khối lượng vải PET, khi tăng



Hình 4. Ảnh SEM bề mặt xơ PET mẫu vải M₀

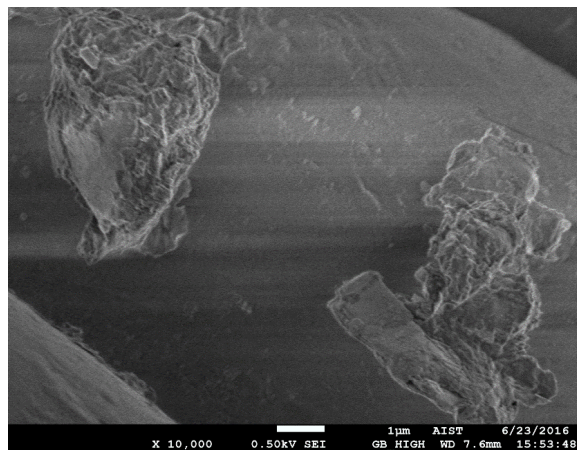
nhiệt độ và thời gian xử lý kiềm mức độ giảm khối lượng vải PET tăng tuyến tính. Độ dốc của đường nhiệt độ lớn hơn độ dốc của đường thời gian, do vậy ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý lớn hơn ảnh hưởng của thời gian xử lý kiềm đến độ giảm khối lượng vải PET. Với cùng một mức độ giảm khối lượng vải, có nhiều phương án chọn nhiệt độ và thời gian xử lý kiềm khác nhau.

- Hình 2 biểu diễn ảnh hưởng của nồng độ kiềm và nhiệt độ đến độ giảm khối lượng vải PET, khi tăng nồng độ kiềm và nhiệt độ xử lý mức độ giảm khối lượng vải PET tăng tuyến tính. Độ dốc của đường nhiệt độ lớn hơn độ dốc của đường nồng độ kiềm, do vậy ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý lớn hơn ảnh hưởng của nồng độ kiềm đến độ giảm khối lượng vải PET. Với cùng một mức độ giảm khối lượng vải, có nhiều phương án chọn nồng độ kiềm và nhiệt độ xử lý kiềm khác nhau.

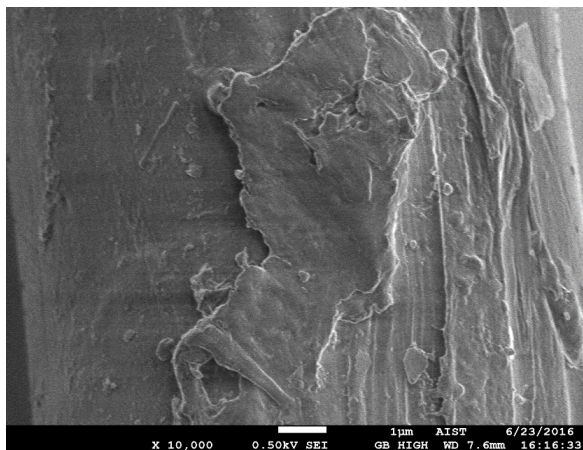
- Hình 3 biểu diễn ảnh hưởng của nồng độ kiềm và thời gian xử lý đến độ giảm khối lượng vải PET, khi tăng nồng độ kiềm và thời gian xử lý mức độ giảm khối lượng vải PET tăng tuyến tính. Độ dốc của đường nồng độ kiềm lớn hơn độ dốc của đường thời gian, do vậy ảnh hưởng của nồng độ kiềm lớn hơn ảnh hưởng của thời gian xử lý đến độ giảm khối lượng vải PET. Với cùng một mức độ giảm khối lượng vải, có nhiều phương án chọn nồng độ kiềm và thời gian xử lý kiềm khác nhau.

3.2. Phân tích ảnh bề mặt xơ polyeste sau xử lý kiềm bằng hiển vi điện tử quét SEM

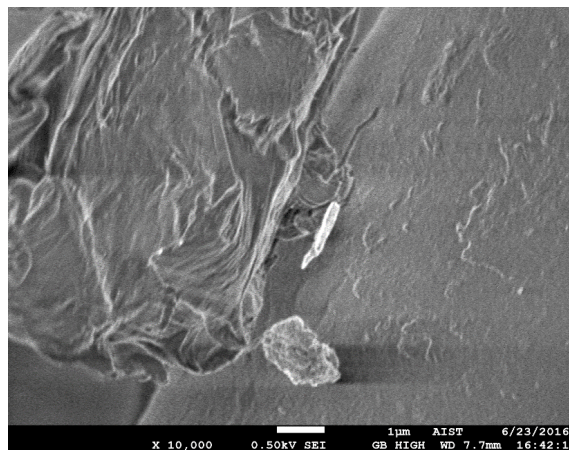
Ảnh bề mặt xơ PET được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét SEM với mẫu vải chưa xử lý kiềm M₀ và các mẫu vải đã xử lý kiềm M₁, M₂, M₃, M₄, M₅ với độ phóng đại 10.000 lần.



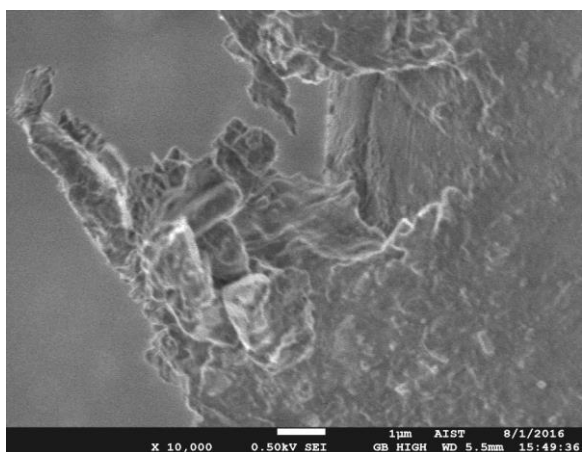
Hình 5. Ảnh SEM bề mặt xơ PET mẫu vải M₁ (60⁰C/4%/30')



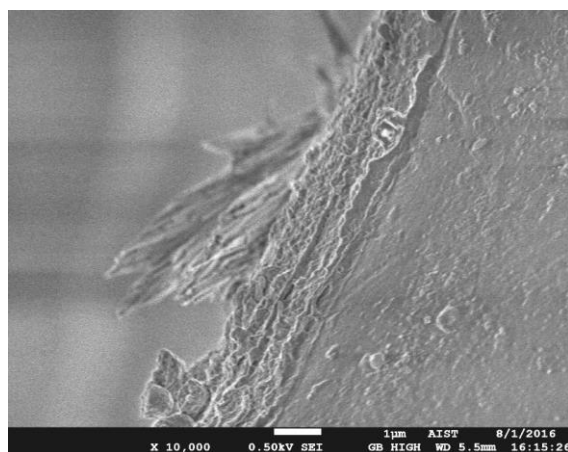
Hình 6. Ảnh SEM bề mặt xơ PET mẫu vải M₂ (80°C/4%/30')



Hình 7. Ảnh SEM bề mặt xơ PET mẫu vải M₃ (60°C/10%/30')



Hình 8. Ảnh SEM bề mặt xơ PET mẫu vải M₄ (60°C/4%/90')



Hình 9. Ảnh SEM bề mặt xơ PET mẫu vải M₅ (80°C/4%/90')

Đối với mẫu vải chưa xử lý kiềm M₀, bề mặt xơ PET trơn nhẵn, cạnh mép xơ sáng bóng và thẳng. Trên hình 5 và hình 6, với cùng thông số nồng độ kiềm 4% và thời gian 30 phút, ở nhiệt độ 60°C bề mặt xơ xuất hiện phần xơ bị kiềm phá hủy và sần sùi, ở nhiệt độ 80°C diện tích bề mặt xơ bị phá hủy lan rộng hơn. Trên hình 5 và hình 7, với cùng thông số nhiệt độ 60°C và thời gian 30 phút, ở nồng độ kiềm 10% bề mặt xơ bị bong tróc và sần sùi hơn ở nồng độ kiềm 4%. Trên hình 5 và hình 8, hoặc hình 6 và hình 9 với cùng thông số nhiệt độ 60°C và nồng độ kiềm 4%, ở thời gian xử lý 90 phút bề mặt xơ bị phá hủy mạnh và mức độ phá hủy ăn sâu vào thân xơ.

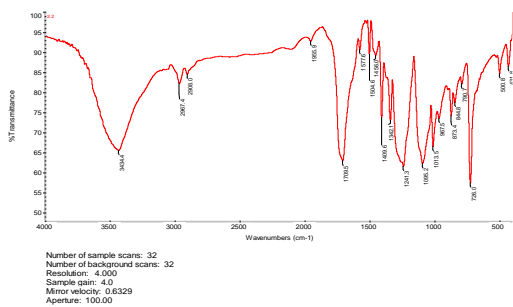
Đối với xơ PET cấu trúc mạch phân lớn ở dạng tinh thể sắp xếp song song với nhau và có cấu trúc chặt chẽ, một phần ở dạng vô định hình sắp xếp vô hướng. Các phần vô định hình thường là các monome và tạp chất, dưới tác dụng của kiềm các vùng vô định hình bị biến dạng sùi và bị phá hủy tách ra khỏi bề mặt xơ. Các vùng tinh thể thì bền vững hơn, tuy nhiên khi cường độ tác

dụng của kiềm lớn thì phần tinh thể cũng bị phá hủy bào mòn và ăn sâu vào trong xơ.

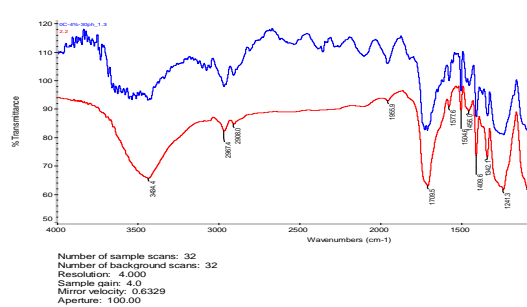
3.3. Phân tích ảnh phổ hồng ngoại FTIR xơ polyeste sau xử lý kiềm

Ảnh phổ hồng ngoại FTIR xơ PET chưa xử lý kiềm M₀ và các mẫu vải được xử lý kiềm M₁, M₂, M₃, M₄, M₅ được thể hiện trên các hình 10, hình 11, hình 12, hình 13 và hình 14.

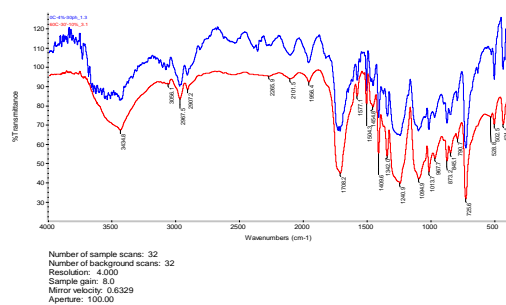
Trên ảnh phổ hồng ngoại FTIR các vùng “vân tay” là vùng thể hiện các nhóm chức của vật liệu. Đối với xơ polyeste sau khi xử lý kiềm, phân tích ảnh phổ FTIR cho thấy tại khu vực vùng “vân tay” của phổ FTIR không xuất hiện các điểm cực mới đối với các mẫu vải. Điều này chứng tỏ quá trình xử lý kiềm vải polyeste không tạo ra liên kết hóa học mới trong cấu trúc mạch đại phân tử polyeste.



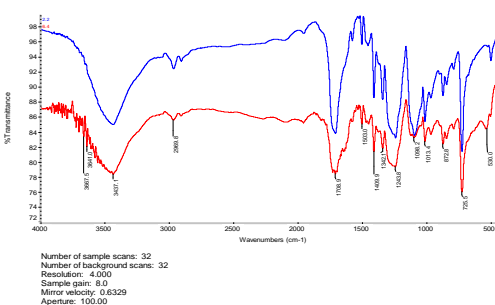
Hình 10. Ảnh phổ FTIR xơ PET mẫu M₀ (chưa xử lý kiềm)



Hình 11. Ảnh phổ FTIR xơ PET mẫu M₁ và M₂ (60°C/4%/30' và 80°C/4%/30')



Hình 12. Ảnh phổ FTIR bề mặt xơ PET mẫu M₃ và M₄ (60°C/4%/30' và 60°C/10%/30')



Hình 13. Ảnh phổ FTIR bề mặt xơ PET mẫu M₃ và M₅ (80°C/4%/30' và 80°C/4%/90')

4. Kết luận

➤ Vải PET giảm khối lượng khi xử lý kiềm, mức độ giảm khối lượng tỷ lệ tuyến tính với giá trị của các thông số công nghệ xử lý kiềm bao gồm: nhiệt độ, thời gian và nồng độ kiềm xử lý.

➤ Phân tích hình ảnh SEM cho thấy bản chất phá hủy vi mô bề mặt xơ PET, do cấu trúc mạch phân lớn ở dạng tinh thể có cấu trúc chặt chẽ, một phần ở dạng vô định hình sắp xếp vô hướng. Dưới tác dụng của kiềm các vùng vô định hình bị biến dạng sùì và bị phá hủy tách ra khỏi bề mặt xơ. Các vùng tinh thể thì bền vững hơn, nhưng khi cường độ tác dụng của kiềm lớn thì phần tinh thể cũng bị phá hủy.

➤ Phân tích ảnh phổ hồng ngoại FTIR, tại các vùng “vân tay” của phổ FTIR không xuất hiện các điểm cực mới đối với các mẫu vải. Như vậy, quá trình xử lý kiềm vải polyeste không tạo ra liên kết hóa học mới trong cấu trúc mạch đại phân tử polyeste.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này được thực hiện trong khuôn khổ đề tài cấp cơ sở mã số T2016-PC-082. Các tác giả xin

chân thành cảm ơn trường Đại học Bách khoa Hà Nội đã tài trợ kinh phí và tạo điều kiện thuận lợi để các tác giả thực hiện nghiên cứu này.

Tài liệu tham khảo

- [1]. Omer Demirović và cộng sự, EDA Modified Polyester Fabric for Better UV Protection. The 12th International Research/Expert Conference, Istanbul, Turkey, 26-30 August, 2008.
- [2]. M. Dhinakaran và cộng sự, A New Method of Investigating the Structure by Weight Loss of Polyester Fibers. Journal of Textile and Apparel, Technology and Management, Vol.6, issue 3, 2010.
- [3]. Swarna Natarajan và cộng sự, Surface Modification of Polyester Fabric Using Polyvinyl Alcohol in Alkaline Medium. Indian Journal of Fiber & Textile Research, Vol.37, September 2012.
- [4]. S. E. Shalaby, N. G. Al-Balakocy, and S. M. Abo el-ola, Alkaline Treatment of Polyethylene Glycol Modified Poly (ethylen terephthalate) Fabrics. Journal of Textile Association, 2007.