

Nghiên cứu đặc tính cấu trúc và hình thái xơ sợi xenluloza thu nhận từ tre và gỗ bạch dương theo phương pháp nấu bột sulfate

Research of Structural and Morphological Properties of Bamboo Pulp and Poplar Pulp by Sulfate Cooking

Hoàng Minh Khoa¹, Nguyễn Thị Minh Phương^{2*}

¹Northern (Arctic Federal University, Severnaya Dvina Emb. 17, Arkhangelsk, Russia

²Trường Đại Học Bách khoa Hà Nội - Số 1, Đại Cồ Việt, Hai Bà Trưng, Hà Nội

Đến Tòa soạn: 11-10-2018; chấp nhận đăng: 20-01-2020

Tóm tắt

Bài báo trình bày kết quả nghiên cứu cấu trúc và hình thái của sợi xenluloza thu nhận được từ cây tre gai *Bambusa Blumeana* và gỗ Bạch Dương bằng phương pháp nấu bột sulfate. Sử dụng bộ phân tích sợi tự động Fiber Tester L&W xác định chiều dài, chiều rộng của sợi xenluloza, cũng như các đặc điểm đánh giá mức độ cong, số lượng phân đoạn trong sợi và một số tính chất khác. Kết quả cho thấy rằng, so với xơ sợi của gỗ Bạch Dương thì sợi xenluloza của tre dài hơn (1,8-1,0 mm), chiều rộng nhỏ hơn (17 đến 25,8 μ m), do đó độ thon cao hơn. Ngoài ra, hệ số hình dạng đạt 87,5 - 92,5 (độ cong lớn hơn) và có số lượng phân đoạn trong sợi nhiều hơn (0,42 - 0,29), nên có mức độ phân tơ chổi hóa cao hơn.

Từ khóa: xenluloza, bột tre, cấu trúc và hình thái sợi xenluloza, nấu bột sulfate

Abstract

In this research, we investigated the structural and morphological properties of cellulose from bamboo *bambusa blumeana* and poplar wood, obtained by sulfate cooking. Using an automatic fiber analyzer L&W Fiber Tester investigates the length, the width of the fibers, as well as the characteristics of shape factor, number of kinks in the fiber and some other properties. The results show that, compared with the cellulose fibers of hardwood pulp, the cellulose fibers of bamboo are longer (1.8 to 1.0 mm), with a smaller width (17 to 25.8 μ m), more curved (shape factor 87.5 versus 92.5) and have a higher number of kinks in the fibers (0.42 vs. 0.29).

Keywords: cellulose, bamboo pulp, structural and morphological properties of fibers, sulfate cooking

1. Mở đầu

Tre là một nguyên liệu tự nhiên được sử dụng rộng rãi trong nhiều lĩnh vực khác nhau. Tre được coi là cây trồng trên mặt đất có mức độ phát triển sinh khối nhanh nhất. Sự tăng trưởng theo chiều cao của một số loài có thể đạt tới 40 m và đường kính lên đến 30 cm chỉ trong bốn tháng. Trên thế giới có khoảng 1250 loài tre trúc của 75 chi [1]. Hầu hết các loài tre đều sinh trưởng, thích nghi với khí hậu ẩm áp và phát triển ở các vùng nhiệt đới, cận nhiệt đới và ôn đới. Thông thường, nhiệt độ thuận lợi từ 8,8 đến 36 °C, với lượng mưa hàng năm từ 1020 đến 6350 mm, tuy nhiên, một số loài có thể phát triển trong khí hậu lạnh với nhiệt độ khoảng -20 °C [2].

Các thành phần hóa học chính của tre là xenluloza, hemixenluloza và lignin, chiếm hơn 90% tổng trọng lượng, ngoài ra còn có các thành phần khác như polysaccarit hòa tan, sáp, nhựa, tannin,

protein và tro. Thông thường, tre chứa 40 - 50% α -xenluloza, trong khi ở gỗ lá kim và gỗ lá rộng có hàm lượng tương ứng là 40-52% và 38-56%. Chứa hàm lượng xenluloza cao nên tre trở thành nguyên liệu thích hợp cho ngành công nghiệp giấy và bột giấy [3,4]. Theo các nghiên cứu trước, để thu nhận xơ sợi từ tre sử dụng tác nhân xút NaOH, nhiệt độ nấu tối đa thường được duy trì ở 160-170 °C, tổng thời gian nấu đạt 5-6 giờ, hiệu suất của bột đạt 41-43% so với khối lượng nguyên liệu tre ban đầu [5].

Nguyễn Thị Nga đã nghiên cứu nấu bột tre bằng phương pháp xút với sự có mặt của chất xúc tác oxit cadmium (CdO). Quá trình nấu sử dụng lượng kiềm hoạt tính 18% so với nguyên liệu tre khô tuyệt đối ban đầu, tỷ dịch là 3,5:1, gia nhiệt lên 170 °C trong 2h và tiếp tục bảo ôn ở 170 °C trong 1h. Kết quả thu được xenluloza với hiệu suất 34,4% và mức độ tách loại lignin 57%. Sử dụng xúc tác CdO từ 0,05 đến 0,10% so với khối lượng nguyên liệu tre quan sát thấy hiệu suất bột cao hơn và chất lượng bột tốt hơn khi mức độ phân tách lignin không đổi [6].

* Địa chỉ liên hệ: Tel: (+84) 837824333

Email: phuong.nguyenthiminh@hust.edu.vn

Đình Sử Bằng đã thực hiện nghiên cứu sản xuất bột giấy tẩy trắng từ tre *Neohuzan dulloa* 5 năm tuổi. Sử dụng phương pháp nấu bột sulfate với lượng kiềm hoạt tính là 16% Na_2O , sulfidity - 18% và tỷ dịch 4:1. Kết quả sau 5,3h hiệu suất xenluloza thu được là 40,3%, bột có chứa hàm lượng lignin khoảng 3% [7]. Việc sử dụng các sợi bán thành phẩm thiên nhiên có nhiều lợi thế về mặt kinh tế, môi trường và đang là xu hướng chính trong bối cảnh nguồn nguyên liệu hóa thạch ngày càng cạn kiệt, nguồn nguyên liệu từ sinh khối “xanh” ngày càng được ưa thích như hiện nay.

Tuy nhiên, có rất ít những nghiên cứu về đặc tính cấu trúc và hình thái của xơ sợi thu được sau nấu để so sánh chất lượng khi tạo hình tờ giấy của chúng. Chính vì vậy, nghiên cứu này xác định đặc tính cấu trúc và hình thái xơ sợi xenluloza thu được từ tre theo phương pháp nấu sulfate, và so sánh với xơ sợi từ bột gỗ Bạch Dương, sử dụng thiết bị phân tích sợi hiện đại nhất của Liên bang Nga [8-11].

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Nguyên liệu, thiết bị

2.1.1. Nguyên liệu

- Tre gai *Bambusa Blumeana*, 3 tuổi, được thu thập ở tỉnh Bình Phước, Việt Nam. Gỗ Bạch Dương Poplar, 5 tuổi, thu thập ở vùng Arkhangelsk, Liên Bang Nga.

- Kích thước mẫu cho quá trình nấu sulfate: Dài x Rộng x Dày tương ứng là 2,5 x 2,0 x 0,5 cm.

- Dịch nấu sulfate: NaOH 100 g/l, Na_2S 120 g/l được pha theo tỷ lệ 3:1 về thể tích (độ sulfua 25%).

- Xơ sợi xenluloza thu được sau khi nấu được rửa sạch để loại bỏ kiềm, sau đó đem nghiền đến khi độ nghiền đạt 30 °SR đối với cả hai mẫu.

2.1.2. Thiết bị

- Hệ thống nấu Autoclave system CAS 420, được điều khiển bằng máy tính thông qua chương trình HMI.

- Bộ phân tích cấu trúc hình thái sợi xenluloza Fiber Tester L&W được kết nối với máy tính.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Phương pháp nấu bột giấy

Tiến hành nấu bột theo phương pháp sulfate, sử dụng hệ thống nấu gồm 4 nồi dung tích 1,5L. Mỗi thí nghiệm tiến hành nấu song song 2 mẫu. Các thông số của quá trình nấu đã được nghiên cứu sơ bộ và chọn chế độ nấu cụ thể như sau: tỷ dịch 3:1, tiêu hao kiềm hoạt tính 17%, dung dịch kiềm hoạt tính nồng độ 100 g/l. Sau khi chất chặt nguyên liệu vào nồi nấu, dịch nấu được bổ sung vào và tiến hành quá trình gia nhiệt

đến 160°C, giữ nồi nấu ở nhiệt độ này trong vòng 3h, sau đó làm lạnh và dỡ nguyên liệu ra khỏi nồi nấu. Sau đó tiến hành phân tích chất lượng xơ sợi xenluloza thu được và trị số Kappa của dịch đen sau nấu.

2.2.2. Phương pháp phân tích cấu trúc hình thái sợi xenluloza

Để xác định các đặc tính của xơ sợi, các mẫu xenluloza được nghiền trong máy nghiền ly tâm CRA đến mức độ nghiền 30 °SR. Thời gian nghiền bột từ gỗ Bạch Dương là 26 phút và 45 phút cho bột từ tre.

Các tính chất cấu trúc và hình thái của sợi bán thành phẩm từ tre gai và gỗ Bạch Dương được xác định bằng cách máy phân tích sợi tự động (Lorentzen & Wettre) hình 1.

Quy trình đo được thiết lập qua máy tính, bột giấy được đưa vào bộ phân tích tự động Fiber Tester L&W để xác định chiều dài, rộng trung bình của sợi, hệ số hình dạng trung bình, độ nhám, góc phân đoạn trung bình, số lượng góc phân đoạn trên mm, số lượng phân đoạn lớn trên mỗi mm, số lượng phân đoạn trên mỗi sợi, số lượng phân đoạn lớn trên mỗi sợi, chỉ số phân đoạn trung bình, chiều dài phân đoạn trung bình và hàm lượng mật vụn.



Hình 1. Bộ phân tích tự động Fiber Tester Lorentzen & Wettre

3. Kết quả nghiên cứu, thảo luận

3.1. Hiệu suất bột sulfate tre *Bambusa blumeana* và gỗ Bạch Dương

Tiến hành nấu bột sulfate cùng lúc hai mẫu gỗ tre và hai mẫu gỗ Bạch Dương. Điều kiện nấu như trên 2.2.1. Kết quả nấu song song mẫu tre và gỗ bạch dương được trình bày trong bảng 1.

Theo số liệu bảng 1, thấy có sự khác biệt rõ ràng giữa hiệu suất nấu của gỗ Bạch Dương và tre gai. Cùng một chế độ nấu nhưng hiệu suất bột từ gỗ Bạch Dương là 54,2% cao hơn hẳn so với bột từ tre gai 40,45%, tương ứng là tỉ lệ bột sống cũng thấp hơn (0,51 và 2,16%). Do cấu trúc, sắp xếp giữa các tế bào của tre gai lỏng lẻo hơn gỗ Bạch Dương nên ở cùng điều kiện nấu, tác nhân kiềm dễ dàng thâm thấu và

phá vỡ cấu trúc, tách loại phân xenluloza dễ hòa tan trong kiềm của tre gai nhiều hơn so với gỗ Bạch Dương dẫn đến hiệu suất bột tre gai thấp hơn gỗ Bạch Dương khoảng 14%.

Ngoài ra, chỉ số Kappa của dịch đen sau nấu của tre gai 36,56 lớn hơn so với chỉ số Kappa của dịch đen gỗ Bạch Dương 25,16 chứng tỏ thành phần lignin của tre gai khó tách loại hơn so với lignin của gỗ Bạch Dương trong cùng điều kiện nấu.

3.2. Kết quả phân tích cấu trúc hình thái xơ sợi xenluloza

Để đánh giá sự phù hợp của các sợi bán thành phẩm cho sản xuất một loại giấy nhất định và dự đoán các đặc tính cơ học của giấy, thường đề cập đến các đặc tính tạo hình tờ giấy của xơ sợi. Để mô tả đặc tính tạo hình giấy của vật liệu dạng sợi, cần xác định một số thông số như: chiều dài, chiều rộng, hệ số nhám... Ngoài ra, một mô tả hoàn chỉnh về bột giấy phải có tiềm năng dự đoán cao để xác định các tính chất cơ bản và độ bền của bột giấy kỹ thuật.

Kết quả phân tích đặc tính cấu trúc và hình thái xơ sợi xenluloza từ tre và gỗ Bạch Dương được thể hiện trong bảng 2.

Ta thấy so với sợi gỗ Bạch Dương, sợi gỗ tre mỏng hơn (20%) và dài hơn (khoảng 40%). Kết quả là, chúng có độ cong lớn hơn (20%), có nhiều hơn phân đoạn hơn (khoảng 60%), bao gồm cả số lượng phân đoạn trên 1 mm và trên sợi (khoảng 70%).

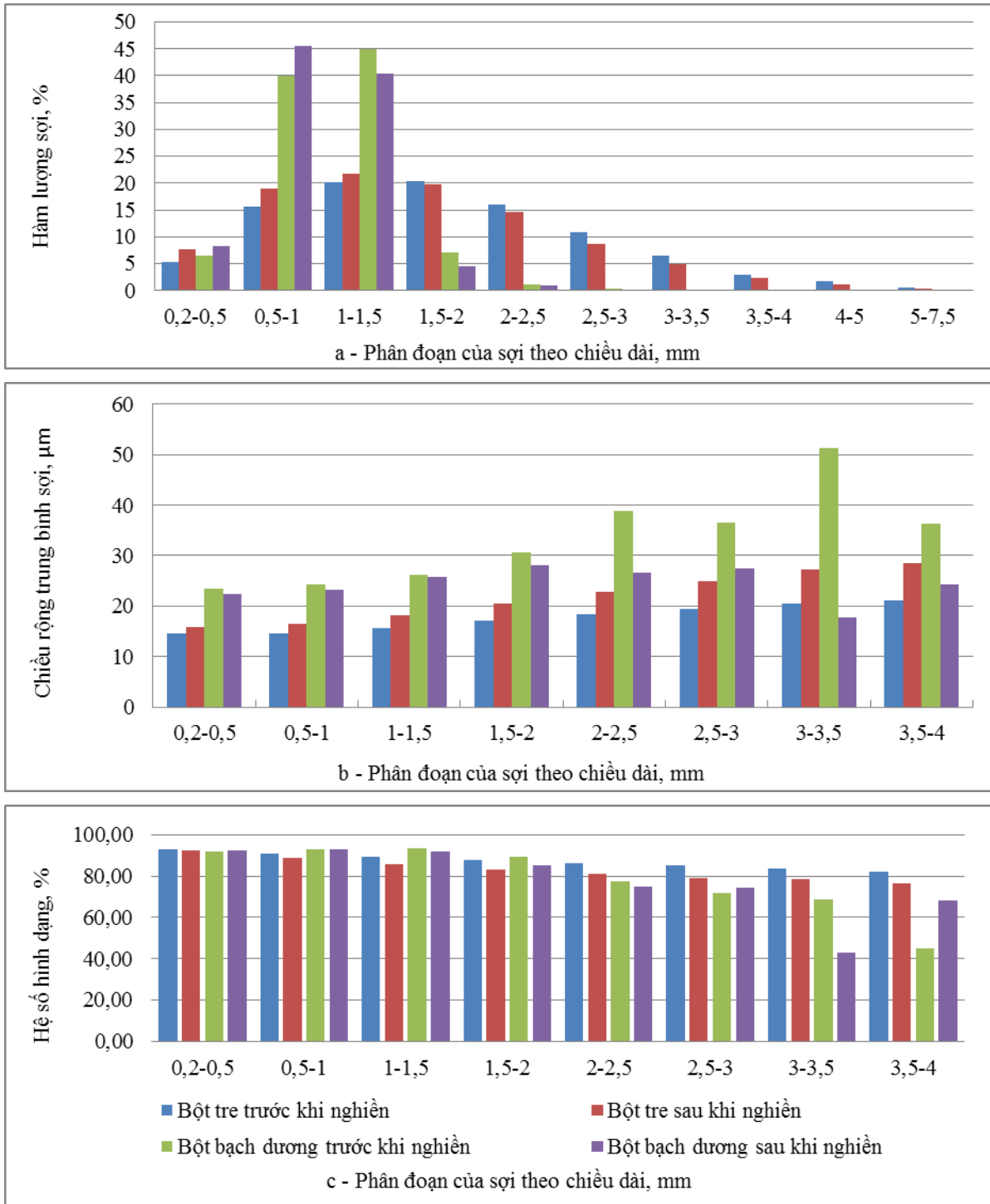
Từ các số liệu được trình bày trong hình 2a, cho thấy các sợi xenluloza tre, dài hơn, được phân bố đều hơn dọc theo các lớp chiều dài. Tuy nhiên, giống như gỗ lá rộng, hầu hết sợi xenluloza tre nằm trong khoảng 0,5-2,0 mm. Hình 2b, độ dài của xơ sợi từ tre tăng lên. Với chiều dài sợi tăng, hệ số hình dạng của các mẫu tre giảm đến một mức độ lớn hơn, trái ngược với gỗ lá rộng, Hình 2c, thể hiện chiều dài của chúng dài hơn và chiều rộng nhỏ hơn, phân đoạn tốt nên xơ sợi được phân tơ chổi hóa nhiều hơn.

Bảng 1. Các thông số công nghệ quá trình nấu bột sulfat từ tre gai *Bambusa blumeana* và gỗ Bạch Dương

Thông số	Tre gai			Gỗ Bạch Dương		
	Mẫu 1	Mẫu 2	Trung bình	Mẫu 1	Mẫu 2	Trung bình
Hàm lượng chất khô trong kiềm đen, g/l	221,80	194,20	208,00	189,50	185,20	187,35
Hàm lượng kiềm hoạt tính trong kiềm đen, g/l trong một đơn vị Na ₂ O	22,78	19,50	21,14	18,29	18,29	18,29
Chỉ số Kappa	38,24	34,88	36,56	23,90	26,43	25,16
Hàm lượng bột sống, %	1,91	2,42	2,16	0,39	0,63	0,51
Hiệu suất bột, %	41,50	39,40	40,45	54,50	53,90	54,20

Bảng 2. Đặc tính cấu trúc và hình thái sợi xenluloza của tre gai *Bambusa blumeana* và gỗ Bạch Dương

Đặc tính	Bột từ tre gai		Bột từ gỗ Bạch Dương	
	Chưa nghiền	Nghiền 30°SR	Chưa nghiền	Nghiền 30°SR
Chiều dài trung bình của sợi, mm	1,82	1,66	1,04	0,98
Chiều rộng sợi trung bình, μm	17,2	20,3	25,8	24,4
Hệ số hình dạng trung bình, %	87,5	84,2	92,5	91,7
Độ nhám, mg/m	82,2	85,3	100,5	80,2
Góc phân đoạn trung bình	60,5	58,0	46,0	50,5
Số lượng góc phân đoạn trên mm	0,42	0,62	0,29	0,10
Số lượng phân đoạn lớn trên mỗi mm,	0,17	0,25	0,06	0,10
Số lượng phân đoạn trên mỗi sợi	0,59	0,80	0,27	0,31
Số lượng phân đoạn lớn trên mỗi sợi	0,25	0,32	0,06	0,09
Chỉ số phân đoạn trung bình,	1,15	1,70	0,71	0,89
Chiều dài phân đoạn trung bình, mm	1,43	1,11	0,91	0,84



Hình 2. Các đặc điểm của các thành phần sợi của bột tre và gỗ lá rộng: a - thành phần phân đoạn theo chiều dài của sợi; b - chiều rộng trung bình của sợi trong các phần; c - hệ số hình dạng trung bình (độ thẳng)

4. Kết luận

Đã sản xuất được bột xenluloza từ tre gai và gỗ Bạch Dương theo phương pháp nấu sulfat với hiệu suất bột là 40,45% và 54,2% tương ứng. Tỷ lệ bột sống tương ứng trong cùng điều kiện nấu là (2,16 và 0,51%).

Hàm lượng các chất khô trong dịch sau nấu từ tre gai là 208,00 g/l cao hơn so với gỗ Bạch Dương là 187,35 g/l. Ngoài ra, chỉ số Kappa của dịch đen tương ứng của tre gai là 36,56 cao đáng kể so với 25,16 của gỗ Bạch Dương trong cùng điều kiện nấu, chứng tỏ lượng xenluloza dễ hòa tan, lignin của tre

tan vào dịch nấu nhiều so với lượng các chất tương ứng từ gỗ Bạch Dương.

Các đặc tính hình thái và cấu trúc của xơ sợi bán thành phẩm từ tre thu được bằng phương pháp sulfate đã được phân tích. So với xơ sợi từ gỗ cứng, xơ sợi tre dài hơn (1,8 mm so với 1,0 mm), chiều rộng nhỏ hơn (17 μm so với 25,8 μm), cong hơn (hệ số hình dạng 87,5 so với 92,5) và có nhiều phân đoạn hơn (0,42 so với 0,29). Như vậy, so với bột gỗ Bạch Dương thì bột xenluloza từ tre gai có khả năng hình thành tờ giấy tốt hơn.

Lời cảm ơn

Công trình được thực hiện bằng thiết bị ITC tại (Đại học Liên bang miền Bắc (Bắc Cực) M.V. Lomonosov với sự hỗ trợ tài chính của Bộ Giáo dục Khoa học Nga.

Tài liệu tham khảo

- [1] Rao and Rao, 1995. Bamboo and Rattan Genetic Resources and Use. IPGRI-INBAR.
- [2] Мир Бамбука. Бамбук для Сада и Дома [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://mirbambuka.com/>.
- [3] Nayak L. Prospect of bamboo as a renewable textile fiber, historical overview, labeling, controversies and regulation / L. Nayak, P. Siba // Fashion and Textiles. – 2016. – P. 5–8.
- [4] Liese W. Research on Bamboo/ W. Liese // Wood Sci. Technol. – 1987. – 21 с.
- [5] Непенин Н. Н. Технология целлюлозы. в 3-х т. Том III. Очистка, сушка и отбелка целлюлозы. Прочие способы получения целлюлозы / Н. Н. Непенин, Ю. Н. Непенин // М.: Экология, 1994. – 592 с.
- [6] Нга Н.Т. Делигнификация бамбука натронным способом в присутствии оксида кадмия: автореф. дис. канд. техн. наук./ Н.Т. Нга // Санкт-Петербургская Лесотехническая Академия. – 1992. – 16 с.
- [7] Đinh Sử Bằng, Nghiên cứu thu nhận bột xenluloza tẩy trắng từ nguyên liệu tre Neohuzan dulloa bằng phương pháp nấu sunfate. Báo cáo Tổng kết hoạt động nghiên cứu khoa học thường niên - Học viện Kỹ thuật Lâm Nghiệp Xanh-Petecbua, 1994.
- [8] Казаков Я.В., Манахова Т.Н. Бумагообразующий потенциал хвойной небеленой целлюлозы: современный взгляд через автоматический анализатор волокна. / Целлюлоза. Бумага. Картон. – 2013. – №5. – С.34–39.
- [9] Кларк, Дж. Технология целлюлозы (Наука о целлюлозной массе и бумаге, подготовка массы, переработка её в бумагу, методы испытаний). / Пер. с англ. А.В. Оболенской, Г.А. Пазухиной. – М.: Лесн. пром-сть, 1983. – 456 с.
- [10] Karlsson, Hakan. Fiber Guide. Fiber analysis and process applications in the pulp and paper industry/ AB Lorentzen&Werrte. 2006. –120 p.
- [11] Манахова Т.Н., Казаков Я.В. Расчет параметров феноменологической модели деформирования целлюлозного материала по результатам измерений на автоматическом анализаторе волокна / Лесн. журн., 2014. №1. – С.140–147. (Иzv. высш. учеб. Заведений).