

# NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VẬT LIỆU COMPOZIT SINH HỌC TỪ NHỰA EPOXY VÀ VI SỢI XENLULO VI KHUẨN

PREPARATION OF BIOCOMPOSITE MATERIALS BASED ON EPOXY AND BACTERIAL CELLULOSE

Nguyễn Tuấn Anh<sup>1,\*</sup>, Phạm Thị Lánh<sup>2,3</sup>

## TÓM TẮT

Hiện nay, việc sử dụng vi sợi xenlulo từ vi khuẩn (bacterial cellulose - BC) như một loại phụ gia tăng cường là một trong những phương pháp hiệu quả để cải thiện một số tính chất của vật liệu nhựa epoxy. Bài báo này trình bày một nghiên cứu về ảnh hưởng của việc xử lý kiềm đến một số đặc trưng của màng BC và ảnh hưởng của BC tới một số tính chất cơ học của vật liệu compozit từ nhựa epoxy. Các kết quả thí nghiệm cho thấy điều kiện thích hợp để làm sạch BC bằng dung dịch kiềm là: nồng độ dung dịch kiềm: 0,25N; thời gian xử lý: 60 phút; nhiệt độ: 95°C. Đã tiến hành khảo sát tính chất cơ học của vật liệu compozit trên cơ sở nhựa epoxy epikote 240/epikure 207 có mặt vi sợi BC và nhận thấy hàm lượng vi sợi có ảnh hưởng không đáng kể đến độ bền kéo và độ bền uốn nhưng làm tăng đột biến độ bền mỏi của vật liệu compozit từ nhựa epoxy: chỉ với 0,1% BC đã làm tăng độ bền mỏi lên 4 lần và với 0,3% BC, độ bền mỏi tăng 7 lần.

**Từ khóa:** Vi sợi xenlulo từ vi khuẩn, compozit, vật liệu y sinh học.

## ABSTRACT

Today, using bacterial cellulose (BC) as an additive is the most effective mean for improving performance of epoxy composites. This paper presents an experimental investigation the influence of alkaline treatment on properties of BC membrane and effects of bacterial cellulose (BC) on some mechanical properties of BC reinforced epoxy composites. The tests showed that suitable conditions for cleaning BC by alkaline solution: Alkaline solution concentration: 0.25N; treatment period: 60 minutes; temperature: 95°C. The mechanical properties of the composite materials based on epoxy epikote 240/epikure 207 reinforced with BC were investigated. The results were shown that the BC content had a negligible influence on tensile strength and flexural strength of composites. But it increases the fatigue by 4 times with 0.1wt % BC and by 7 times with 0.3 wt% BC.

**Keywords:** Bacterial cellulose, composite, biomedical materials.

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

<sup>2</sup>Khoa Khoa học và Công nghệ, Trường Đại học Thành Tây

<sup>3</sup>Trung tâm NCVL Polyme, Trường Đại học Bách Khoa Hà Nội

\*Email: nguyentuananh@hau.edu.vn

Ngày nhận bài: 12/01/2018

Ngày nhận bài sửa sau phản biện: 18/04/2018

Ngày chấp nhận đăng: 25/04/2018

## 1. MỞ ĐẦU

Vi sợi xenlulo nhận được từ vi khuẩn *Acetobacter Xylinum* có những tính chất độc đáo như độ bền cơ học

cao, khả năng hấp thụ nước lớn, mức độ tinh thể cao và đặc biệt là cấu trúc mạng lưới từ các sợi siêu nhỏ [1]. Ở những vùng trồng nhiều dừa thì sản xuất vi sợi xenlulo từ nguồn nguyên liệu nước dừa già có hiệu quả kinh tế cao lại vừa giải quyết được vấn đề môi trường (nước dừa già là phế thải từ các nhà máy sản xuất cơm dừa nạo sấy). Ngoài nước dừa, nguồn nguyên liệu không thể thiếu khi lên men tạo vi sợi xenlulo dung dịch chứa vi khuẩn *A. xylinum* [2].

Khảo sát quá trình sản xuất vi sợi xenlulo từ vi khuẩn *Acetobacter Xylinum* tại nước ta cho thấy đó là quá trình đơn giản, dễ thực hiện và không đòi hỏi những thiết bị đắt tiền. Hơn nữa, nguồn nguyên liệu chính - nước dừa lại rất dồi dào. Cây dừa được trồng rất nhiều nơi ở nước ta, trải dài từ miền Trung vào miền Nam, nơi được trồng nhiều nhất là Bến Tre, hơn 45.000 ha, cung cấp khoảng 221 triệu quả/năm, kế đến là Trà Vinh 16.000 ha,... Việc tận dụng nước dừa già - phế thải nhà máy sản xuất cơm dừa, để sản xuất BC vừa giải quyết được vấn đề ô nhiễm môi trường vừa đem lại hiệu quả kinh tế cao [2].

Theo truyền thống, BC được sử dụng rộng rãi cho công nghiệp thực phẩm [3,4] sau đó được dùng làm nguyên liệu sản xuất ra giấy siêu bền [5] và gần đây nó thu hút được sự quan tâm nghiên cứu của các nhà khoa học trên thế giới cho những ứng dụng trong y học. Do BC có tính chất cơ học tốt, có khả năng hấp thụ nước, xốp, ổn định và thích hợp làm màng phủ vết thương [6], kể cả cho các bệnh nhân bỏng nặng [7,8,9,10], làm mạch máu nhân tạo trong vi phẫu thuật [11,12]. Ngoài ra BC còn được sử dụng làm chất hấp thụ các ion kim loại như đồng, chì... trong việc xử lý ô nhiễm môi trường [13, 14].

Hiện nay trên thế giới đã có một số công trình nghiên cứu được công bố liên quan đến việc phân tán, chế tạo và tính chất của compozit có mặt BC với các nền polyme khác như polyuretan [16], xenlulo axetat butylrat [17], nhựa acrylic nhiệt rắn [18], nhựa phenolic [19], poly (etylen oxit) [20], tinh bột đã được dẻo hóa [21,22], polylactic axit [23]... và gần đây là công trình nghiên cứu của Toru Fujii và các cộng sự [24].

Trong công trình của giáo sư Toru Fujii và cộng sự [24] đã nghiên cứu ảnh hưởng của vi sợi xenlulo vi khuẩn (BC) đến các tính chất cơ học và tính chất nhiệt vật liệu compozit nền nhựa epoxy biến tính cao su lỏng gia cường bằng sợi cacbon. Kết quả cho thấy tại hàm lượng vi sợi BC

là 0,5%, độ bền dai phá hủy vật liệu ở thời điểm ban đầu và trong quá trình phát triển vết nứt tăng lần lượt là 84% và 72% so với vật liệu không sử dụng vi sợi BC.

Ở nước ta, lần đầu tiên nhóm tác giả Nguyễn Châu Giang [25,26,27] đã nghiên cứu chế tạo thành công vi sợi xenlulo từ cây luồng Hòa Bình với đường kính trong khoảng vài chục tới vài trăm nanomet và chiều dài ước tính cỡ vài chục micromet, độ bền kéo cao nhất đạt 78,8 MPa và mô đun kéo đạt 5,4 GPa bằng phương pháp đồng nhất hóa.

Nhóm tác giả này cũng đã ứng dụng vi sợi xenlulo chế tạo được cho vật liệu compozit trên cơ sở nhựa epoxy, PEKN và PLA gia cường sợi nhị hướng thủy tinh. Kết quả cho thấy MFC có tác dụng làm thay đổi bản chất phá hủy dòn của các loại nhựa nhiệt rắn ở một mức độ nhất định và tăng độ bền dai phá hủy vật liệu. Sự có mặt của MFC với hàm lượng 3% đã làm tăng độ bền va đập của PLA lên 3 lần và tăng độ bền dai phá hủy của vật liệu lên 2,6 lần. Phương pháp sử dụng chất chủ PLA/MFC với hàm lượng MFC trong chất chủ lên tới 25% một cách có hiệu quả để chế tạo vật liệu có khả năng phân hủy sinh học đã mang lại nhiều lợi ích về mặt môi trường.

Nhóm tác giả Phạm Thị Lánh [28] đã nghiên cứu chế tạo vật liệu compozit trên cơ sở nhựa epoxy/BC gia cường sợi thủy tinh sử dụng 2 hệ đóng rắn nóng là anhydrit 4-methylhexahydrophthalic (MHHPA) và 4,4'-diamino diphenyl sunfon (DDS). Kết quả cho thấy vật liệu nanocompozit epoxy/sợi thủy tinh đóng rắn MHHPA với 0,3% vi sợi BC chế tạo được có độ bền dai phá hủy ( $G_{IC-P}$ ,  $G_{I0}$ ) tăng đáng kể (95,0% và 102,3%) và đặc biệt, độ bền mỗi tăng tới 19 lần so với khi không có vi sợi BC. Vật liệu nanocompozit epoxy/sợi thủy tinh đóng rắn DDS với 0,3% vi sợi BC có độ bền dai phá hủy ( $G_{IC-P}$ ,  $G_{I0}$ ) tăng lần lượt là 128,8% và 111,0%; độ bền mỗi tăng gấp 12 lần so với khi không có vi sợi BC ( $G_{I0}$  là độ bền dai phá hủy tại thời điểm bắt đầu xuất hiện vết nứt,  $G_{IC-P}$  là độ bền dai phá hủy trong quá trình phát triển vết nứt).

Chính vì vậy, trong công trình này đã nghiên cứu chế tạo vi sợi xenlulo vi khuẩn từ thạch dừa ứng dụng trong chế tạo vật liệu compozit trên cơ sở nhựa epoxy Epikote 240 sử dụng một loại chất đóng rắn nguội là Epikure 207 nhằm nâng cao tính chất cơ học và độ bền mỏi của hệ nhựa epoxy/BC.

## 2. THỰC NGHIỆM

### 2.1. Hóa chất

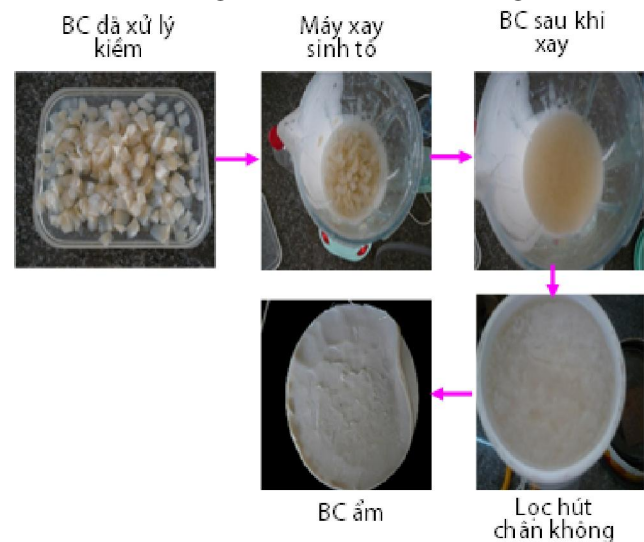
Nhựa epoxy Epikote 240 của hãng Shell Chemicals có khối lượng riêng ở 25°C là 1,12g/ml, khối lượng phân tử khoảng 5100-5400. Chất đóng rắn Epikure 207 của hãng Shell Chemicals có khối lượng riêng 1,01g/ml, nhiệt độ bốc cháy 102°C, đương lượng Hydro 93g. Thạch dừa của cơ sở sản xuất Đăng Khoa, Bến Tre có hàm lượng ẩm 90%. NaOH, axeton, etanol (Trung Quốc).

### 2.2. Quy trình làm sạch sinh khối BC bằng phương pháp xử lý kiềm

Sinh khối BC ban đầu được ngâm trong dung dịch NaOH nồng độ nhất định trong một khoảng thời gian nhất

định, sau đó được loại bỏ nước trong thiết bị ly tâm. Tiếp tục cho sinh khối BC vào nước và đun sôi trong 120 phút rồi loại bỏ nước trong thiết bị ly tâm, sau đó được rửa lại bằng nước sạch 3 lần rồi ly tâm sau mỗi lần rửa.

Sinh khối BC đã xử lý kiềm được xay trong máy xay sinh tố 20 phút với một lượng nước cất nhất định, sau đó được lọc hút chân không. BC thu được chứa khoảng 80% nước.



Hình 1. Quá trình xay và loại nước trong sinh khối BC

Cho một lượng etanol ngập BC rồi đem xay trong máy xay sinh tố khoảng 20 phút, sau đó hỗn hợp được lọc trong chân không. Quá trình trên được lặp lại ba lần. Kết quả thu được huyền phù BC chứa khoảng 80% etanol.

### 2.3. Quy trình phân tán vi sợi BC vào nhựa epoxy và chế tạo vật liệu compozit

Nhựa epoxy được khuấy cơ học với tốc độ khoảng 2000 vòng/phút ở nhiệt độ 70 - 80°C trong khoảng 20 phút. Sau đó bổ sung từ từ huyền phù BC trong etanol vào đến khi đạt hàm lượng vi sợi BC yêu cầu. Quá trình khuấy này diễn ra trong thời gian 5 giờ. Sau khi khuấy, hỗn hợp được sấy trong chân không ở 60°C để loại hết etanol. Nhựa epoxy đã phân tán đều BC được trộn hợp với chất đóng rắn epikote 240 theo tỷ lệ 100/49, rồi đổ vào khuôn, sau đó đem hút chân không trong để loại hết bọt khí. Sau 24h đem tháo khuôn, để mẫu ổn định và đóng rắn hoàn toàn sau 5 ngày.

### 2.4. Các phương pháp khảo sát tính chất của màng BC

#### Phương pháp xác định tính chất cơ học

Độ bền kéo của màng xác định theo tiêu chuẩn ASTM D882, trên máy đo LLOYD 0,5KN của Anh với tốc độ kéo 2 mm/phút, nhiệt độ phòng 23°C, độ ẩm 50%. Độ bền kéo của vật liệu compozit được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178-1993 trên máy INSTRON 5582-100 kN (Hoa Kỳ) với vận tốc kéo 5mm/phút, nhiệt độ 25°C và độ ẩm 75%. Độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178-1993 trên máy INSTRON 5582-100 kN (Hoa Kỳ) với vận tốc kéo 5mm/phút, nhiệt độ 25°C và độ ẩm 75%. Cấu trúc hình thái của vật liệu polyme compozit được khảo sát bằng chụp ảnh trên kính hiển vi điện tử quét (SEM) loại JEOL của Nhật Bản.

*Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD)*

Màng BC được chụp phổ nhiễu xạ tia X (XRD) trên máy D8 Advance của hãng Bruker (Đức) với bước sóng tia X tới từ bức xạ K $\alpha$  của anot Cu là  $\lambda_{Cu} = 1,54506 \text{ \AA}$ .

*Phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM)*

Phương pháp kính hiển vi điện tử quét (SEM- Scanning Electron Microscopy) được thực hiện trên thiết bị Jeol JSM-6360 LV (Nhật Bản) ở các độ phóng đại khác nhau. Mẫu vật liệu được phủ một lớp mỏng platin trước khi quan sát trên kính hiển vi điện tử.

*Phương pháp phân tích nhiệt khối lượng*

Phương pháp phân tích nhiệt khối lượng (DSC, TGA) được thực hiện trên máy SETARAM TG (Pháp) trong môi trường không khí ở nhiệt độ từ 30°C tới 600°C với tốc độ tăng nhiệt 10°C/phút.

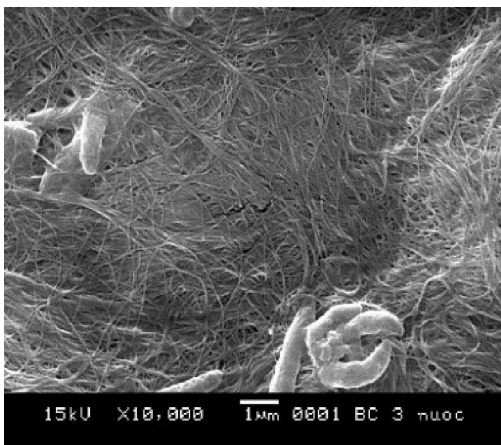
**3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN**

**3.1. Một số đặc trưng của BC trước và sau khi xử lý kiềm**

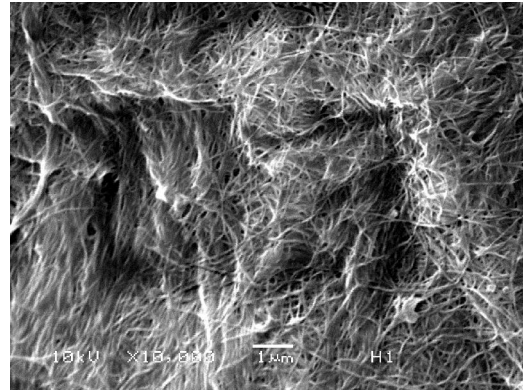
Đã tiến hành xử lý sinh khối BC bằng dung dịch NaOH. Để quan sát hình dạng và kích thước vi sợi BC trước và sau khi xử lý kiềm đã tiến hành loại nước và chụp ảnh SEM bề mặt tấm màng vi sợi. Kết quả được trình bày trong hình 2, 3 và 4.



Hình 2. Ảnh chụp sinh khối BC (thạch dừa)



Hình 3. Ảnh SEM sinh khối BC chưa xử lý



Hình 4. Ảnh SEM sinh khối BC sau khi xử lý kiềm

Quan sát ảnh chụp SEM *sinh khối BC chưa xử lý (hình 3)* cho thấy vẫn còn tồn tại xác các vi khuẩn Acetobacter Xylinum. Đường kính vi sợi BC khoảng vài chục nanomet và chiều dài khoảng vài trăm micromet. Quan sát ảnh SEM vi sợi BC đã xử lý kiềm (hình 4), nhận thấy không còn tồn tại xác các vi khuẩn, bề mặt vi sợi sạch hơn, kích thước vi sợi không khác so với vi sợi BC chưa xử lý

Để xác định tính chất nhiệt của BC, đã tiến hành phân tích DSC vi sợi xenlulo. Kết quả được trình bày trên hình 5.

Từ giản đồ TG-DSC trên hình 5 nhận thấy vi sợi BC bắt đầu phân hủy nhiệt ở nhiệt độ 280°C và đến 350°C thì phân hủy khoảng 60% khối lượng. Tại nhiệt độ 500°C, BC bị phân hủy hoàn toàn.

Tiến hành chụp phổ nhiễu xạ tia X của BC (hình 6) và nhận thấy có 2 pic chính ở  $2\theta = 18,5^\circ$  và  $22,63^\circ$  đặc trưng cho tinh thể xenlulo I ( $I_a$  và  $I_b$ ).

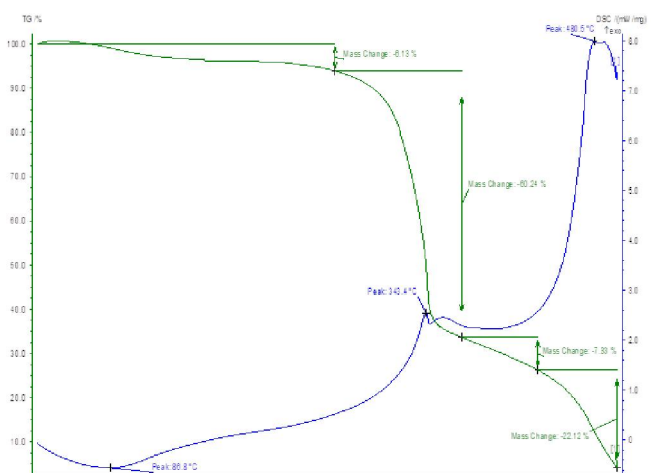
Hàm lượng tinh thể xenlulo ( $\chi_{cr}$ ) trong vi sợi được xác định qua công thức [15]:

$$\chi_{cr} (\%) = (1 - (I_{am}/I_{002})) \times 100\%$$

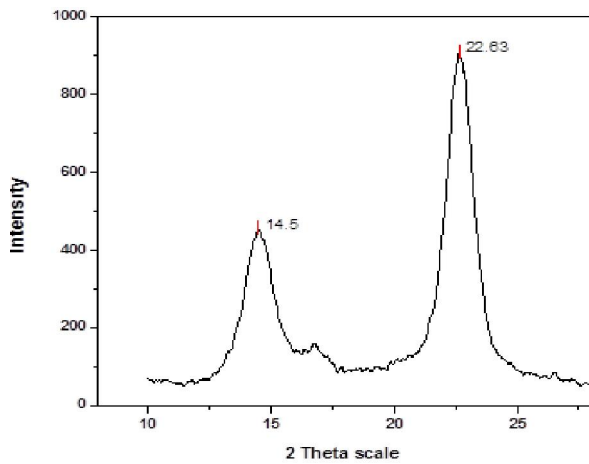
$I_{002}$ : cường độ nhiễu xạ ở góc  $2\theta$  bằng  $22,6^\circ$  tại mặt tinh thể (002)

$I_{am}$ : cường độ nhiễu xạ tại góc  $2\theta = 18,5^\circ$

Kết quả cho thấy, hàm lượng tinh thể trong BC sau xử lý kiềm chiếm tới 90,32%.



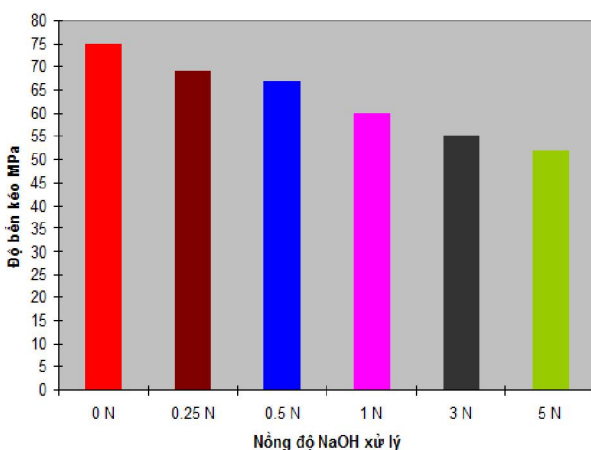
Hình 5. Giản đồ TG-DSC của vi sợi BC



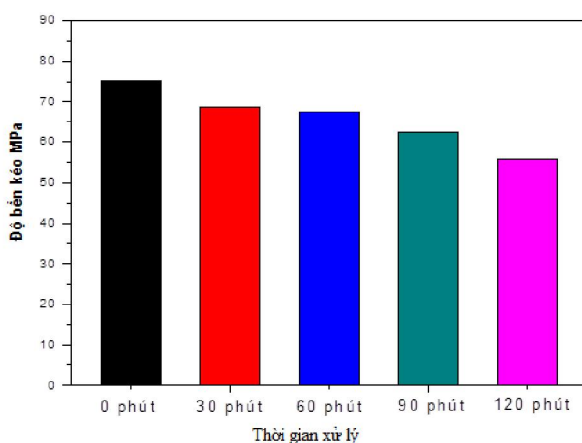
Hình 6. Phổ nhiễu xạ tia X của BC sau xử lý kiềm

### 3.2. Ảnh hưởng của quá trình xử lý kiềm đến tính chất cơ học của màng BC

Tiến hành khảo sát ảnh hưởng của quá trình xử lý kiềm đến tính chất cơ học của màng BC, kết quả thể hiện trên hình 7 và 8.



Hình 7. Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch kiềm tới độ bền kéo màng BC



Hình 8. Ảnh hưởng của thời gian xử lý kiềm 0,25N đến độ bền kéo của màng BC

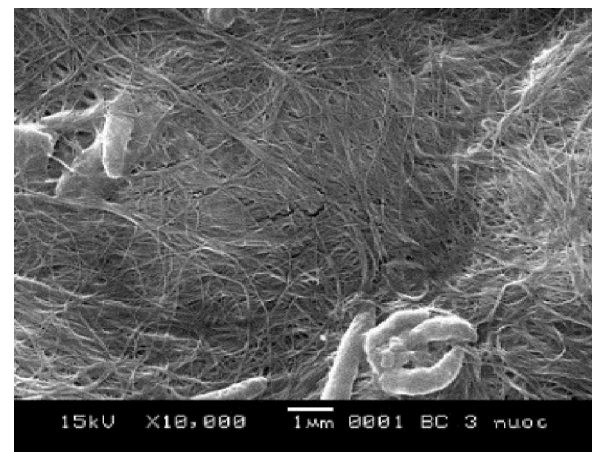
Các số liệu trên hình 7 cho thấy, nồng độ dung dịch kiềm càng cao, độ bền kéo của màng càng giảm, điều này có thể là do tinh thể của BC bị phá vỡ phần nào ở nồng độ dung dịch kiềm cao. Ở nồng độ dung dịch kiềm thấp 0,25N,

0,5N; độ bền kéo của màng BC gần như nhau. Nồng độ dung dịch kiềm được lựa chọn cho quá trình xử lý BC là 0,25N, vì ở nồng độ dung dịch kiềm thấp lượng kiềm tiêu thụ ít và dễ dàng xử lý sau thải bỏ.

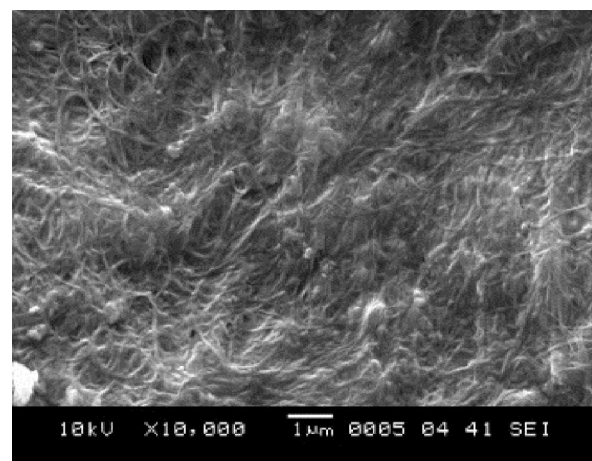
Qua số liệu trên hình 8 nhận thấy, độ bền kéo của màng BC đã xử lý kiềm đều thấp hơn chưa xử lý, thời gian xử lý càng dài, độ bền kéo càng giảm nhưng mức độ giảm khác nhau. Với thời gian xử lý 30 phút, độ bền kéo giảm 9,3%, kéo dài thời gian xử lý thêm 30 phút nữa, độ bền kéo suy giảm không đáng kể, nhưng khi xử lý 90 phút độ bền kéo giảm đáng kể (16%) và sau 120 phút, con số đó là 27%.

Để lựa chọn thời gian xử lý, ngoài việc xem xét độ bền kéo màng BC còn sử dụng phương pháp SEM để quan sát cấu trúc hình thái vi sợi BC ở các thời gian xử lý khác nhau. Ảnh chụp SEM vi sợi BC chưa xử lý, xử lý bằng dung dịch kiềm 0,25N sau 30 phút và sau 60 phút được trình bày trên hình 9.

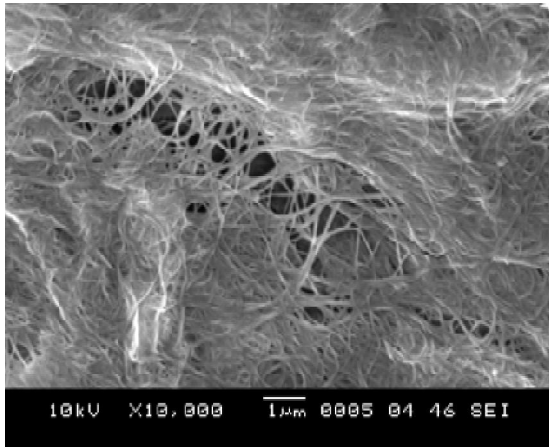
Quan sát ảnh chụp SEM vi sợi BC chưa xử lý nhận thấy các xác vi khuẩn nằm xen lẫn trong mạng lưới vi sợi. Sau khi xử lý kiềm 30 phút (hình 9b) các xác vi khuẩn không còn thấy rõ nhưng mạng lưới vi sợi chưa thật sạch còn lẫn các mảnh xác vi khuẩn. Khi kéo dài thời gian xử lý 60 phút, vi sợi trở nên sạch hơn (hình 9c).



(a)



(b)



(c)

Hình 9. Ảnh chụp SEM vi sợi BC: a- BC chưa xử lý; b - BC xử lý 0.25N NaOH 30 phút; c-BC xử lý NaOH 0.25N 60 phút

**3.3. Nghiên cứu quá trình chế tạo vật liệu composit trên cơ sở nhựa epoxy gia cường bằng BC**

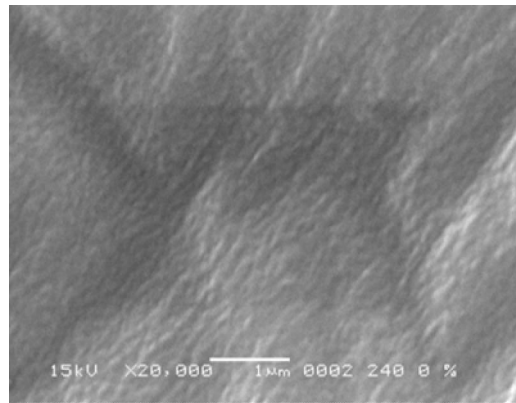
Chất đóng rắn cho epikure 207 của hãng Shell chemical là amin mạch vòng no dạng xycloaliphatic amin. Để khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng BC đến độ bền uốn của vật liệu composit đã tiến hành chế tạo vật liệu từ hệ epoxy epikote 240 - chất đóng rắn epikure 207 với tỷ lệ khối lượng là 100 : 49, đóng rắn ở nhiệt độ phòng với hàm lượng BC là 0; 0,1%; 0,3% và 0,5% theo khối lượng. Kết quả xác định độ bền kéo, độ bền uốn và modun được thể hiện trên bảng 1.

Bảng 1. Ảnh hưởng của hàm lượng BC đến tính chất kéo và tính chất uốn của vật liệu

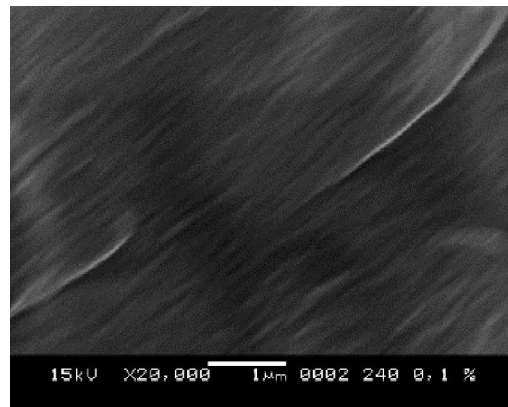
Hàm lượng BC, %	Độ bền kéo, MPa	Modun kéo, GPa	Độ bền uốn, MPa	Modun uốn, GPa
0,0	20,37	0,635	64,01	1,91
0,1	22,57	0,730	58,85	1,80
0,3	27,19	0,995	62,53	1,93
0,5	19,06	0,702	60,72	2,08

Từ các số liệu trên bảng 1 nhận thấy, với hàm lượng BC từ 0,1% đến 0,5% hầu như không ảnh hưởng đến tính chất uốn của vật liệu. Độ bền kéo và modun kéo tăng khi tăng hàm lượng BC. Với mẫu 0,3% BC độ bền kéo tăng 1,33 lần, modun kéo tăng 1,56 lần so với nhựa epoxy nguyên thể. Khi tăng hàm lượng BC lên 0,5%, cả độ bền kéo và uốn đều giảm.

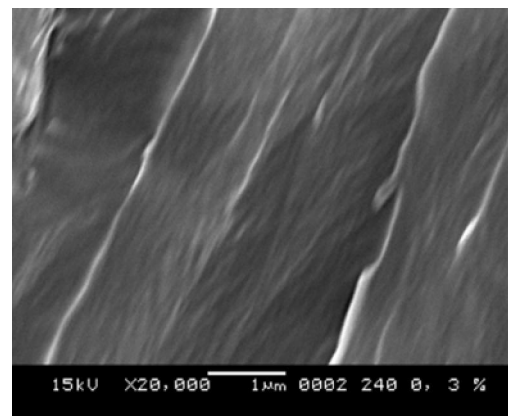
Để khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng BC đến độ bền mỏi của vật liệu đã tiến hành chế tạo vật liệu composit với tỷ lệ và thành phần các cấu tử tương tự như các vật liệu để xác định độ bền kéo và uốn. Các số liệu khảo sát độ bền mỏi với các hàm lượng 0; 0,1%; 0,3% đạt giá trị số chu kỳ chịu mỗi lần lượt là: 2685; 11112; 18732 chu kỳ. Kết quả này cho thấy độ bền mỏi của vật liệu composit từ epoxy và BC tăng lên đáng kể so với nhựa epoxy nguyên thể. Chỉ với 0,1% (theo khối lượng) BC, độ bền mỏi đã tăng lên 4 lần và với 0,3% BC con số đó là 7 lần. Khi tăng hàm lượng BC đến 0,5%, vật liệu composit bị phá vỡ ngay ở những chu kỳ đầu tiên.



(a)



(b)



(c)

Hình 10. Ảnh SEM bề mặt phá hủy mẫu epoxy composit: a-Nhựa nguyên sinh; b-0,1%BC/epoxy; c-0,3% BC/epoxy

Hình 10 thể hiện ảnh SEM bề mặt phá hủy sau thử mỏi tương ứng của mẫu epoxy nguyên sinh,; 0,1% BC/epoxy; 0,3% BC/epoxy. Kết quả cho thấy: với mẫu không có vi sợi BC, bề mặt phá hủy của vật liệu khá phẳng và nhẵn. Còn với mẫu có 0,1 và 0,3% vi sợi BC, số lượng các vết nứt nhiều hơn, bề mặt phá hủy mẫu gỗ gẻ chứng tỏ vi sợi BC đã góp phần chuyển hướng và ngăn chặn vết nứt tế vi trong vật liệu.

Như vậy, việc đưa vi sợi BC vào nhựa nền epoxy đã có tác dụng rất lớn trong việc cải thiện độ bền mỏi của vật liệu. Tuy nhiên, lượng vi sợi BC đưa vào vật liệu giới hạn

bằng dưới 0,5% vì với lượng vi sợi BC là 0,5% có thể gây ra hiện tượng vi sợi tập hợp lại với nhau dẫn tới sự giảm các tính chất cơ học nói chung và giảm độ bền mỏi động của vật liệu nói riêng.

#### 4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã xác định các đặc trưng cho BC từ thạch dừa Việt Nam: đường kính khoảng vài chục nanomet, chiều dài vài micromet và hàm lượng tinh thể là 90,32%. Xác định được các điều kiện thích hợp để làm sạch BC theo phương pháp kiểm: nồng độ dung dịch kiểm 0,25N; thời gian xử lý 60 phút; nhiệt độ xử lý 95°C. Đã tiến hành khảo sát tính chất cơ học của vật liệu tổ hợp trên cơ sở nhựa epoxy epikote 240/epikure 207 có mặt vi sợi BC và nhận thấy hàm lượng vi sợi có ảnh hưởng không đáng kể lên độ bền kéo và độ bền uốn nhưng làm tăng đột biến độ bền mỏi của vật liệu: chỉ với 0,1% BC đã làm tăng độ bền mỏi lên 4 lần và với 0,3% BC, độ bền mỏi tăng 7 lần.

**Lời cảm ơn:** nhóm tác giả xin trân thành cảm ơn tới Trung tâm Nghiên cứu Vật liệu polyme - Đại học Bách khoa Hà Nội, Khoa Công nghệ Hóa - Đại học Công nghiệp Hà Nội.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Toru Fujii, K.Okubo (2009) Kỷ yếu nghiên cứu khoa học và công nghệ lần thứ 11, HCMUT, Thành phố HCM 21-23/10/2009.
- [2]. Vương Thị Việt Hoa, Trương Nguyễn Quỳnh Hương (2005). Tạp chí khoa học kỹ thuật Nông Lâm Nghiệp số 2 và 3, tr.85-88.
- [3]. M.Iguchi, S.Yamanaka (2000) J.Mater. Sci. 35, p.261 - 270.
- [4]. A. Okiyama, M.Motoki (1992) Food Hydrocolloid, 6, p.479 - 487.
- [5]. S.Yamanaka, K.Watanabe (1989) J. Mater. Sci. 24, p.3141 - 3145.
- [6]. P.A.Charpentier, A.Magiure (2006). Applied Surface Science, 252, p.6360 - 6367.
- [7]. P.F.Hamlyn, J.Crighton (1997). UK patent Application GB 2314856 No.97139919.
- [8]. D.Cienchanska (2004). Fibres and Textiles in Eastern Europe, 12, p.69 - 72.
- [9]. V.I.legeza (2004). Bulletin of Experimental Biology and Medicine 138, p.311 - 315.
- [10]. W.Czaja (2006). Biomaterials 27, p.145 - 151.
- [11]. S.Yamanaka, K.Watanabe (1989.) J. Mater. Sci. 24, p.3141 - 3145.
- [12]. Ivo M.G.Martin, S.P.Magina (2009). Composites Sci.& Techn. 69, p.2163 - 2168.
- [13]. T. Oshima, Kanya Kondo (2008.) Reactive & Functional polymer, 68, p.367 - 383.
- [14]. S.Chen, YuZou, Zhiyong Yan (2009). J. of Harardous materials, 161, p.1355-1359.
- [15]. K. Kamide (2005). Cellulose and cellulose derivatives. First edition. Elsevier Science, Chapter 4, p. 447.
- [16]. J. Bicerano, J. L. Brewbaker. J. Chem. Soc-Faraday, **91(16)**, 2057-13 (1995).
- [17]. W. Gindl, J. Keckes. Compos. Sci. Technol., **64(15)**, 2047-13 (2004).

- [18]. H. Yano, J. Siguyama, A. N. Nakagaito, M. Nogi, T. Masuura, M Hikita, et al. Adv. Mater, **17(2)**, 153 (2005).
- [19]. A. N. Nakagaito, S. Iwamoto, H. Yano. Appl. Phys. A. Mater., **80(1)**, 93-7 (2005).
- [20]. E. E. Brown, M. P.G. Laborie. Biomacromolecules 9(12):3427-8 (2008).
- [21]. Y. Z. Wan, H. L. Luo, F. He, H. Liang, Y. Huang, X. L. Li. Compos. Sci. Technol., **69(7,8)**, 1212-7 (2009).
- [22]. I. M. G. Martins, S. P. Magina, L. Oliviera, C. S. R. Freire, A. J. D. Silvestre, C. P. Neto, et al. Compos. Sci. Technol., **69**, 2163-8 (2009).
- [23]. Y. Kim, R. Jung, H. S. Kim, H. J. Jin. Curr. Appl. Phys., **9**, S69-71 (2009).
- [24]. Mohamed H. Babr, Mostafa Abd Elrahman, Kazuya Okubo, Toru Fujii. Composites: Part A, **41(9)**, 1263-1271 (2010).
- [25]. Nguyễn Châu Giang, Tạ Thị Phương Hòa, Toro Fujii (2011). Tạp chí Hóa học T49(6), tr. 710-714.
- [26]. Tạ Thị Phương Hòa, Nguyễn Châu Giang (2013). Tạp chí Hóa học, T51 số 6ABC, tr. 772- 778.
- [27]. Tạ Thị Phương Hòa, Nguyễn Châu Giang, Vũ Thị Duyên (2010). Tạp chí Hóa học, T48 số 4A, tr.376-480.
- [28]. Phạm Thị Lánh. Luận án Tiến sĩ. Đại học Bách Khoa Hà Nội (2015).