

Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian phản ứng đến một số thông số kỹ thuật keo phenol formaldehyde phân tử lượng thấp và thử nghiệm biến tính gỗ cao su bằng phương pháp polymer hóa

Phạm Thế Mạnh¹, Nguyễn Minh Hùng², Nguyễn Văn Tú³,
Vũ Mạnh Tường^{1*}, Nguyễn Thị Thuận¹, Chu Công Nghi¹, Nguyễn Thành Trung²

¹Trường Đại học Lâm nghiệp - Phân hiệu Đồng Nai

²Trường Đại học Lâm nghiệp

³Trường Đại học Sư phạm Kỹ thuật TP. Hồ Chí Minh

Effect of temperature and reaction time on some technical parameters of low molecular weight Phenol Formaldehyde resin and testing of *Hevea brasiliensis* modification by polymerization method

Pham The Manh¹, Nguyen Minh Hung², Nguyen Van Tu³,
Vu Manh Tuong^{1*}, Nguyen Thi Thuan¹, Chu Cong Nghi¹, Nguyen Thanh Trung²

¹Vietnam National University of Forestry - Dongnai Campus

²Vietnam National University of Forestry

³HCMC University of Technology and Education

*Corresponding author: manhtuong0209@gmail.com

<https://doi.org/10.55250/jo.vnuf.13.6.2024.113-120>

TÓM TẮT

Bài báo này trình bày nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian phản ứng đến các tính chất của keo phenol-formaldehyde phân tử lượng thấp (LWPF) và khả năng ứng dụng trong biến tính gỗ cao su. Các chỉ tiêu như độ nhớt, hàm lượng khô, độ tan trong nước và thời gian đóng rắn của keo PF đã được xác định thông qua các thí nghiệm đa yếu tố. Kết quả cho thấy độ nhớt của keo LWPF dao động từ 47-63 m.Pa.s và có xu hướng tăng khi nhiệt độ và thời gian phản ứng tăng. Hàm lượng khô của keo biến động từ 5,13% đến 56,2%, trong khi độ tan trong nước giảm từ 5,6 xuống 3,0 khi điều kiện phản ứng thay đổi. Thời gian đóng rắn của keo LWPF dao động từ 284-342 giây, với mối tương quan mạnh mẽ giữa nhiệt độ, thời gian phản ứng và các tính chất này. Chất lượng gỗ cao su sau khi được xử lý bằng dung dịch keo PF phân tử lượng thấp và sấy ở nhiệt độ cao đã cải thiện rõ rệt. Khối lượng gỗ tăng trung bình 29,5%, trong khi thể tích gỗ tăng 6,3%, độ hút nước khoảng 67,3%, độ trương nở chiều dày khoảng 4,5%. Các kết quả này chỉ ra rằng keo LWPF đã thâm nhập vào các khoảng trống và vách tế bào gỗ, giúp nâng cao khả năng chịu nước và giảm độ trương nở của gỗ. Nghiên cứu cung cấp cơ sở dữ liệu quan trọng cho việc tổng hợp keo PF phân tử lượng thấp và ứng dụng phương pháp ngâm tẩm kết hợp polymer hóa bằng quá trình sấy nhiệt độ cao trong biến tính gỗ cao su.

ABSTRACT

This paper presents a study on the influence of temperature and reaction time on the properties of low molecular weight phenol-formaldehyde (LWPF) resin and its application in the modification of rubberwood (*Hevea brasiliensis*). Technical properties of the LWPF resin such as viscosity, solid content, water solubility, and curing time were determined through multifactorial experiments. The results show that the viscosity of the LWPF resin ranged from 47 to 63 m.Pa.s and tended to increase as temperature and reaction time increased. The solid content of the resin varied from 5.13% to 56.2%, while water solubility decreased from 5.6 to 3.0 as reaction conditions changed. The curing time of the LWPF resin ranged from 284 to 342 seconds, with a strong correlation between temperature, reaction time, and these properties. The quality of rubberwood treated with the LWPF resin solution and subjected to

Thông tin chung:

Ngày nhận bài: 02/10/2024

Ngày phản biện: 08/11/2024

Ngày quyết định đăng: 02/12/2024

Từ khóa:

Biến tính gỗ, độ hút nước, gỗ cao su, keo PF phân tử lượng thấp, polymer hóa, trương nở thể tích.

Keywords:

Hevea brasiliensis, low molecular weight phenol-formaldehyde, polymerization, volumetric swelling, water absorption, wood modification.

high-temperature curing improved significantly. The average wood mass increased by 29.5%, while the wood volume increased by 6.3%, water absorption was about 67.3%, and thickness swelling was approximately 4.5%. These results indicate that the LWPF resin infiltrated the lumens and cell walls of the wood, enhancing its water resistance and reducing its swelling. The study provides valuable data for synthesizing low molecular weight phenol-formaldehyde resin and applying the impregnation method combined with polymerization through high-temperature curing in rubberwood modification.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Tre và gỗ từ rừng trồng đã trở thành nguồn nguyên liệu quan trọng trong xây dựng, sản xuất đồ nội thất và các ứng dụng khác. Tuy nhiên, các loại gỗ này thường gặp hạn chế về độ ổn định kích thước, độ bền cơ học và khả năng kháng sinh vật hại, do tốc độ sinh trưởng nhanh và đặc điểm cấu trúc của chúng. Để khắc phục những hạn chế này, nhiều nghiên cứu đã tập trung vào phương pháp biến tính gỗ thông qua việc ngâm tẩm nhựa nhiệt rắn, trong đó có keo phenol-formaldehyde (PF). Kỹ thuật này đã được chứng minh là cải thiện đáng kể các đặc tính cơ học, khả năng chống sinh vật phá hại và độ ổn định kích thước của gỗ [1-7].

Keo PF thuộc nhóm keo gốc phenolic, được ứng dụng rộng rãi nhờ chi phí thấp, nguyên liệu sẵn có, quy trình tổng hợp đơn giản, và khả năng kết hợp tốt với nhiều vật liệu khác. Sản phẩm từ PF có khả năng chịu nước, chịu nhiệt và chống cháy cao, được sử dụng phổ biến làm chất kết dính và keo trong sản xuất ván gỗ công nghiệp, vật liệu cách nhiệt, sơn và vecni, cũng như các sản phẩm chịu nhiệt và mài mòn [8]. Các đặc tính này giúp PF trở thành lựa chọn ưu việt trong nhiều ngành công nghiệp, đặc biệt là trong xử lý biến tính gỗ làm sản phẩm sử dụng ở điều kiện khắc nghiệt như: nâng cao độ ổn định kích thước [9, 10], nâng cao khả năng chống mối [11], cải thiện khả năng chống mọt [12].

Trên thế giới, việc nghiên cứu và sản xuất keo PF phân tử lượng thấp đã đạt quy mô lớn và thương mại hóa. Tuy nhiên, tại Việt Nam, nghiên cứu hệ thống về các yếu tố công nghệ, như nhiệt độ và thời gian phản ứng, ảnh hưởng đến chất lượng keo PF phân tử lượng thấp còn hạn chế. Đặc biệt, chưa có nhiều nghiên cứu ứng dụng keo LWPF này trong biến tính gỗ rừng trồng như gỗ cao su.

Bài báo này nghiên cứu tác động của nhiệt

độ và thời gian phản ứng đến một số chỉ tiêu kỹ thuật của keo PF phân tử lượng thấp, đồng thời thử nghiệm ứng dụng loại keo này trong xử lý biến tính gỗ cao su. Kết quả nghiên cứu sẽ cung cấp cơ sở khoa học cho việc nâng cao chất lượng gỗ rừng trồng và thúc đẩy ứng dụng hiệu quả keo LWPF trong công nghiệp chế biến gỗ tại Việt Nam.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Vật liệu nghiên cứu

- Nguyên liệu gỗ: Gỗ Cao su (*Hevea brasiliensis*) 26 tuổi, khai thác tại huyện Vĩnh Cửu, tỉnh Đồng Nai.

- Hoá chất: Phenol 98% (P); Dung dịch Formalin 37% (F); Dung dịch NaOH 40%

2.2. Phương pháp nghiên cứu

a. Tạo mẫu gỗ thí nghiệm

- + Tiêu chuẩn lấy mẫu: TCVN 8044:2014
- + Kích thước mẫu: Dọc thớ x Xuyên tâm x Tiếp tuyến = 30mm x 20mm x 20mm
- + Độ ẩm mẫu gỗ trước khi xử lý: 12-15%
- + Số lượng mẫu: 10 mẫu/chế độ xử lý

b. Tổng hợp dung dịch keo PF phân tử lượng thấp (LWPF)

Trong nghiên cứu đã tham khảo phương pháp và quy trình tổng hợp keo PF phân tử lượng thấp, có thể tan trong nước của Nguyễn Minh Ngọc và Vũ Mạnh Tường (2017) [10] để làm cơ sở tiếp cận và thiết kế thông số quy hoạch thực nghiệm. Cơ bản như sau:

- Tỷ lệ mol trong hỗn hợp nguyên liệu đầu vào: F : P : NaOH : H₂O = 1,85 : 1,0 : 0,20 : 8,0

- Các bước tiến hành:

Bước 1: Hóa lỏng Phenol ở nhiệt độ 50-55°C, cân lượng Phenol cần dùng cho vào bình 3 cổ.

Bước 2: Cho lượng dung dịch NaOH theo tính toán pha với nồng độ 40% vào bình ở Bước 1, phản ứng 10 phút, nhiệt độ duy trì 55°C.

Bước 3: Cho 80% lượng Formalin (37%) cần dùng vào bình ba cổ ở Bước 2, tăng nhiệt độ lên 80°C, duy trì trong 60 phút.

Bước 4: Giảm nhiệt độ xuống 60°C, tiếp tục cho lượng Formalin còn lại vào bình ở Bước 3. Tăng nhiệt độ lên nhiệt độ T°C, duy trì trong t phút. T và t là hai tham số sẽ thay đổi theo dữ liệu như bảng 1.

Bước 5: Làm nguội đến 40°C, thu sản phẩm nhựa PF phân tử lượng thấp.

c. Quy hoạch thực nghiệm

Với mục tiêu xác định ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian tổng hợp keo PF phân tử lượng thấp sử dụng làm nguyên liệu xử lý biến tính gỗ và tre bằng phương pháp ngâm tẩm. Trong

nghiên cứu đã áp dụng phương pháp sử dụng phương pháp đáp ứng bề mặt/bề mặt chỉ tiêu (Response Surface Methods – RSM) với cách bố trí phức hợp tâm (central composite design - CCD) để tiến hành thiết kế thí nghiệm quy hoạch thực nghiệm đa yếu tố với mô hình bậc 2. Các yếu tố thay đổi gồm nhiệt độ và thời gian ở giai đoạn trùng ngưng khi tổng hợp keo LWPF như Bảng 1 và sự tác động của biến số thay đổi tới chỉ tiêu chất lượng keo LWPF được thể hiện ở Bảng 2.

Bảng 1. Nhiệt độ và thời gian quy hoạch thực nghiệm tổng hợp keo LWPF

Yếu tố ảnh hưởng	Các mức thí nghiệm					Khoảng biến thiên
	-α	-	0	+	+α	
Nhiệt độ (°C)	68	70	75	80	82	5
Thời gian duy trì (phút)	78	90	120	150	162	30

d. Thử nghiệm sử dụng keo PF phân tử lượng thấp xử lý biến tính gỗ cao su

- Phương pháp xử lý: nghiên cứu đã sử dụng phương pháp ngâm tẩm chân không để đưa dung dịch keo PF phân tử lượng thấp vào gỗ cao su, sau đó sử dụng phương pháp sấy ở nhiệt độ cao để làm cho keo PF đóng rắn trong gỗ.

- Thông số công nghệ xử lý ngâm tẩm:

+ Nồng độ dung dịch LWPF: 20 % (nồng độ dung dịch LWPF để ngâm tẩm vào gỗ được tính bằng hàm lượng chất rắn có trong dung dịch).

+ Áp suất chân không: 650-700 mHg

+ Thời gian duy trì áp suất chân không: 1,5 giờ

+ Nhiệt độ khi tẩm: 23-30 °C

- Thông số công nghệ sấy gỗ sau tẩm: Mẫu sau khi tẩm hoá chất được đưa vào sấy ở nhiệt độ thay đổi theo 3 giai đoạn. Cụ thể:

- Giai đoạn 1: 50-60 °C, thời gian 4 giờ

- Giai đoạn 2: 90-105 °C, thời gian 6 giờ

- Giai đoạn 3: 160 °C, thời gian 2 giờ

- Giai đoạn 4: hạ nhiệt và để mẫu nguội tự nhiên trong tủ sấy.

e. Xác định các chỉ tiêu chất lượng của keo PF phân tử lượng thấp

Trong nghiên cứu đã tiến hành xác định các chỉ tiêu cơ bản của dung dịch keo LWPF theo các quy định trong tiêu chuẩn Trung Quốc mã hiệu GB/T 14074-2017 - Testing methods for wood adhesives and their resins. Các chỉ tiêu

chủ yếu đã được sử dụng làm thông số đầu ra của quy hoạch thực nghiệm gồm: độ pH, hàm lượng khô, độ nhớt, độ tan trong nước, thời gian đóng rắn. Trong đó, nghiên cứu đã sử dụng máy đo độ nhớt NDJ-8S để xác định độ nhớt của dung dịch keo PF phân tử lượng thấp do nghiên cứu tổng hợp.

f. Xác định các chỉ tiêu chất lượng gỗ cao su khi biến tính bằng nhựa PF phân tử lượng thấp

- Độ tăng khối lượng của gỗ (Weight Percent Gain - WPG)

$$WPG (\%) = [(m_1 - m_0)/m_0] \times 100$$

Trong đó: m₀- khối lượng mẫu gỗ khô kiệt; m₁- khối lượng mẫu gỗ khô kiệt sau sấy giai đoạn 3.

- Độ tăng thể tích (Volumm Percent Gain - VPG)

$$VPG (\%) = [(V_1 - V_0)/V_0] \times 100$$

Trong đó: V₀- thể tích mẫu gỗ khô kiệt; V₁- thể tích mẫu gỗ khô kiệt sau khi sấy giai đoạn 3.

- Xác định độ hút nước (Water absorbtion - WA): Trong thí nghiệm, mẫu gỗ cao su chưa xử lý (mẫu đối chứng) và mẫu gỗ cao su xử lý được ngâm nước trong thời gian 8 ngày ở nhiệt độ 25-30°C. Công thức xác định độ hút nước như sau:

$$WA (\%) = [(m_2 - m_1)/m_1] \times 100$$

Trong đó: m₁- khối lượng mẫu gỗ khô kiệt trước khi ngâm nước (g); m₂- khối lượng mẫu gỗ sau khi ngâm nước (g).

- Xác định độ trương nở thể tích (Volummetric Swelling - VS):

$$VS (\%) = [(a_1 \times b_1 - a_0 \times b_0) / a_0 \times b_0] \times 100$$

Trong đó: a_0 và a_1 lần lượt là kích thước chiều xuyên tâm của mẫu trước và sau khi hút nước (mm); b_0 và b_1 lần lượt là kích thước chiều tiếp tuyến của mẫu trước và sau khi hút nước (mm).

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Bảng 2. Kết quả xác định hàm lượng khô của keo LWPF theo các chế độ thí nghiệm

Thí nghiệm	T (°C)	τ (phút)	Hàm lượng khô (%)	Độ nhớt (m.Pa.s)	Độ tan trong nước (lần)	Thời gian đóng rắn (s)
1	75	78	53,0	50	4,5	342
2	80	150	54,9	50	3,2	284
3	82	120	52,1	53	3,0	290
4	68	120	54,1	53	5,2	286
5	80	90	53,5	55	4,2	335
6	75	120	54,2	63	3,5	311
7	75	120	52,5	61	4,0	305
8	70	150	54,7	60	4,5	285
9	75	120	52,6	61	4,7	295
10	75	120	53,0	63	3,5	298
11	70	90	56,2	47	5,6	315
12	75	120	51,3	62	3,9	295
13	75	162	55,3	56	3,1	290

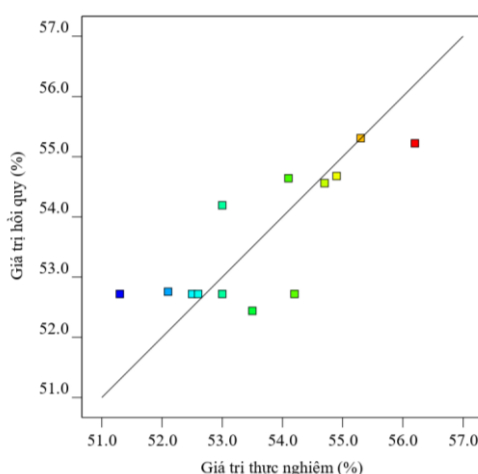
3.1.1. Ảnh hưởng nhiệt độ và thời gian phản ứng ở giai đoạn trùng ngưng đến hàm lượng khô của dung dịch PF phân tử lượng thấp

Từ kết quả Bảng 2 cho thấy hàm lượng khô của keo LWPF dao động trong khoảng 5,13% đến 56,2%, nhưng không tuân theo một quy luật rõ ràng khi nhiệt độ và thời gian phản ứng

3.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian phản ứng ở giai đoạn trùng ngưng đến chất lượng keo PF phân tử lượng thấp

Kết quả xác định mức độ ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian phản ứng ở giai đoạn trùng ngưng đến: hàm lượng khô, độ nhớt, độ tan trong nước, thời gian đóng rắn của keo PF phân tử lượng thấp được trình bày trong Bảng 2.

thay đổi. Kết quả này cũng được thể hiện bởi đồ thị tương quan giữa giá trị thực nghiệm và giá trị hồi quy (Hình 1), hệ số tương quan rất thấp ($R^2 = 0,37$), tức là mức độ phù hợp của mô hình hồi quy của hàm lượng khô với dữ liệu thực nghiệm là không cao.



Hình 1. Đồ thị tương quan giữa giá trị thực nghiệm và giá trị hồi quy của hàm lượng khô

Sự chênh lệch về hàm lượng khô của keo thu được từ các chế độ nhiệt độ và thời gian khác nhau có thể được lý giải bởi mức độ phản ứng giữa các phân tử phenol và formalin. Khi nhiệt

độ và thời gian thay đổi, các phản ứng xảy ra ở mức độ không đồng đều, dẫn đến sự khác biệt trong hàm lượng khô. Điều này cho thấy rằng các yếu tố nhiệt độ và thời gian phản ứng ảnh

hưởng đến cấu trúc và đặc tính của keo LWPF, nhưng mối quan hệ này phức tạp và cần có những nghiên cứu sâu hơn. Việc tối ưu hóa quá trình tổng hợp là rất cần thiết để đạt được chất lượng keo LWPF ổn định, phù hợp với các yêu cầu ứng dụng thực tiễn.

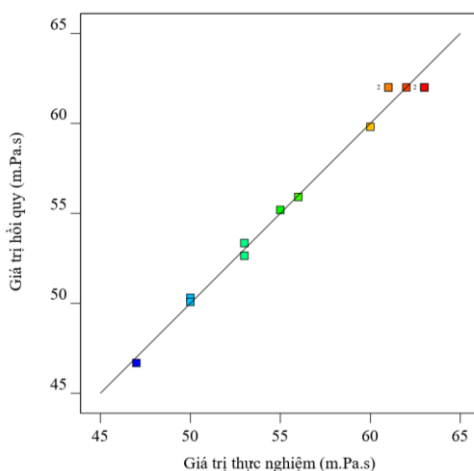
3.1.2. Ảnh hưởng nhiệt độ và thời gian phản ứng ở giai đoạn trùng ngưng đến độ nhớt của dung dịch PF phân tử lượng thấp

Độ nhớt của dung dịch keo PF phân tử lượng thấp là một chỉ tiêu quan trọng, đặc biệt khi sử dụng keo này trong xử lý biến tính gỗ hoặc tre. Độ nhớt thấp không chỉ phản ánh khả năng thẩm thấu tốt của dung dịch vào vật liệu mà còn cho thấy phân tử lượng của LWPF thấp, một yếu tố cần thiết để đảm bảo hiệu quả xử lý. Vì vậy, việc kiểm tra và đánh giá độ nhớt có ý nghĩa thực tiễn cao trong việc kiểm soát chất lượng keo. Kết quả xác định độ nhớt của keo PF phân tử lượng thấp, được tổng hợp với các

thông số công nghệ khác nhau, được trình bày trong Bảng 2.

Từ Bảng 2, có thể thấy độ nhớt của keo PF phân tử lượng thấp dao động trong khoảng 47–63 mPa.s và tăng dần khi nhiệt độ và thời gian phản ứng tăng. Hiện tượng này phù hợp với cơ chế tổng hợp keo LWPF, khi nhiệt độ cao hơn làm gia tăng tốc độ phản ứng giữa các phân tử phenol và formalin. Đồng thời, thời gian phản ứng kéo dài tạo điều kiện để các phân tử kết hợp với nhau thông qua phản ứng trùng ngưng, dẫn đến sự gia tăng phân tử lượng và kéo theo độ nhớt tăng.

Ngoài ra, kết quả phân tích tương quan Hình 2 cho thấy giá trị thực nghiệm và giá trị hồi quy có sự phù hợp cao, với hệ số tương quan đạt $R^2 = 0,97$, thể hiện tính chính xác và đáng tin cậy của mô hình hồi quy trong dự đoán độ nhớt của keo LWPF.



Hình 2. Đồ thị tương quan giữa giá trị thực nghiệm và giá trị hồi quy của độ nhớt keo LWPF

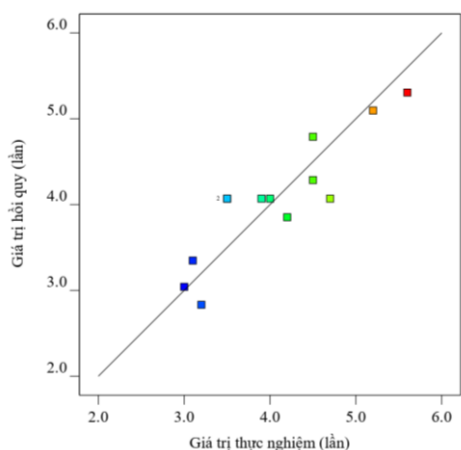
3.1.3. Ảnh hưởng nhiệt độ và thời gian phản ứng ở giai đoạn trùng ngưng đến độ tan trong nước của dung dịch PF phân tử lượng thấp

Cũng tương tự như độ nhớt, độ tan trong nước của keo LWPF cũng là một chỉ tiêu quan trọng. Độ tan trong nước ảnh hưởng trực tiếp đến khả năng pha loãng và điều kiện công nghệ sử dụng keo LWPF trong quá trình xử lý biến tính gỗ. Nếu độ tan trong nước thấp, việc pha loãng keo để ngâm tẩm vào gỗ hoặc tre sẽ gặp nhiều khó khăn, làm giảm hiệu quả xử lý.

Kết quả đo độ tan trong nước của keo PF phân tử lượng thấp với các thông số công nghệ khác nhau được trình bày trong Bảng 2.

Dựa trên số liệu Bảng 2, độ tan trong nước của keo LWPF biến động trong khoảng 3,0–5,6%, và có xu hướng giảm khi thời gian và nhiệt độ phản ứng tăng. Kết quả này phù hợp với kết quả thí nghiệm xác định độ nhớt của keo LWPF ở phần trên, do quá trình tăng nhiệt độ và kéo dài thời gian phản ứng tạo điều kiện cho nhiều phân tử phenol kết hợp với nhau thông qua phản ứng trùng ngưng, làm tăng phân tử lượng của keo và giảm độ tan trong nước.

Mối quan hệ giữa nhiệt độ, thời gian phản ứng và độ tan trong nước được biểu thị rõ rệt qua Hình 3, với hệ số tương quan đạt $R^2 = 0,79$, cho thấy mối liên hệ chặt chẽ giữa các yếu tố này.



Hình 3. Đồ thị tương quan giữa giá trị thực nghiệm và giá trị hồi quy của độ tan trong nước

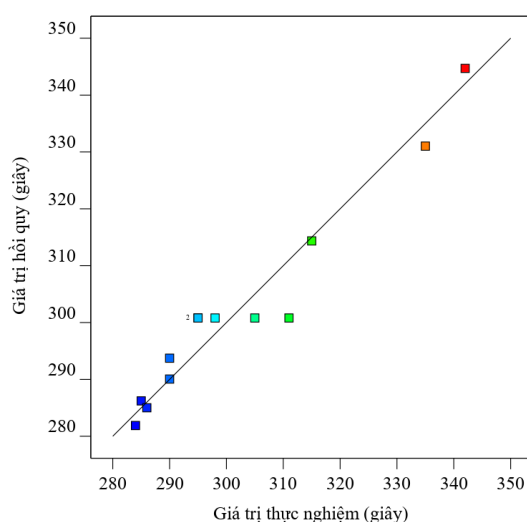
Kết quả phân tích này cho thấy có thể sử dụng mô hình hồi quy dựa trên quy hoạch thực nghiệm để tiến hành các nghiên cứu tối ưu hóa, nhằm xác định nhiệt độ và thời gian phản ứng tối ưu trong giai đoạn trùng ngưng, phục vụ cho việc tổng hợp keo PF phân tử lượng thấp có chất lượng phù hợp với yêu cầu công nghệ.

3.1.4. Ảnh hưởng nhiệt độ và thời gian phản ứng ở giai đoạn trùng ngưng đến thời gian đóng rắn của dung dịch PF phân tử lượng thấp

Thời gian đóng rắn của keo LWPF đóng vai trò quan trọng trong việc thiết lập các thông số công nghệ xử lý gỗ sau quá trình ngâm tẩm. Thời gian này cần đảm bảo keo LWPF đóng rắn hoàn toàn, từ đó đạt hiệu quả biến tính tối ưu cho gỗ. Vì vậy, việc nghiên cứu và xác định thời

gian đóng rắn của keo LWPF là cần thiết, đặc biệt khi xem xét mối tương quan giữa nhiệt độ và thời gian phản ứng. Nghiên cứu này không chỉ giúp cải thiện chất lượng keo mà còn có ý nghĩa thực tiễn lớn trong việc tối ưu hóa quy trình công nghệ xử lý gỗ.

Kết quả xác định thời gian đóng rắn của keo PF phân tử lượng thấp, được trình bày trong Bảng 2, cho thấy thời gian đóng rắn dao động trong khoảng từ 284 đến 342 giây. Quy luật biến động này khá rõ ràng, phản ánh mối tương quan chặt chẽ giữa nhiệt độ và thời gian phản ứng trong quá trình tổng hợp keo với thời gian đóng rắn của keo. Mối quan hệ này được thể hiện rõ hơn qua đồ thị trong hình 4, với hệ số tương quan đạt 0,94.



Hình 4. Đồ thị tương quan giữa giá trị thực nghiệm và giá trị hồi quy của thời gian đóng rắn

Tương tự như độ nhớt và độ tan trong nước, kết quả nghiên cứu về thời gian đóng rắn cũng có ý nghĩa thống kê, mở ra cơ hội ứng dụng

trong việc tối ưu hóa quy trình công nghệ. Các kết quả này có thể được áp dụng để giải quyết bài toán tối ưu nếu thực hiện thêm các thí

nghiệm quy mô lớn hơn, nhằm xác định nhiệt độ và thời gian phù hợp trong việc tổng hợp keo PF phân tử lượng thấp, phục vụ cho việc xử lý biến tính gỗ và tre.

3.2. Kết quả thử nghiệm xử lý gỗ cao su bằng dung dịch keo PF phân tử lượng thấp

Dựa trên kết quả thực nghiệm đa yếu tố và phân tích ở trên, nghiên cứu đã xác định được chế độ phù hợp với các điều kiện độ nhớt thấp, hàm lượng khô cao và độ tan trong nước lớn

để tiến hành tổng hợp keo PF phân tử lượng thấp ở quy mô phòng thí nghiệm. Quy trình tổng hợp được thực hiện theo phương pháp đã trình bày trong mục phương pháp nghiên cứu. Cụ thể, nhiệt độ và thời gian phản ứng trong giai đoạn trùng ngưng được thiết lập như sau:

- Nhiệt độ: 70°C
- Thời gian duy trì: 90 phút

Chỉ tiêu kỹ thuật của keo thu được với thông số công nghệ này được trình bày trong Bảng 3.

Bảng 3. Chỉ tiêu kỹ thuật keo LWPF dùng để xử lý gỗ cao su

TT	Chỉ tiêu đánh giá	Đơn vị tính	Giá trị	Phương pháp đánh giá
1	Màu sắc	-	Nâu đỏ	Mắt thường
2	Độ nhớt	mPa.s	50	GB/T 14074-2017
3	Hàm lượng khô	%	52,5	GB/T 14074-2017
4	Độ hoà tan trong nước	Lần	> 5	GB/T 14074-2017
5	Độ pH	-	10	Giấy pH

Sau khi tiến hành xử lý biến tính gỗ cao su theo công nghệ polymer hóa gỗ, nghiên cứu đã thu được mẫu gỗ cao su biến tính bằng keo PF

phân tử lượng thấp với các chỉ tiêu chất lượng thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4. Tính chất của gỗ cao su biến tính bằng keo PF phân tử lượng thấp

Chỉ tiêu kiểm tra	Đơn vị tính	Giá trị trung bình	Độ lệch chuẩn
Độ tăng khối lượng (WPG)	%	29,5	2,8
Độ tăng thể tích (VPG)	%	6,3	0,7
Độ hút nước sau 8 ngày (WA)	%	67,3	3,2
Độ trương nở thể tích (VS)	%	4,55	0,82

Từ Bảng 4 có thể thấy, sau khi gỗ cao su được xử lý bằng dung dịch keo PF phân tử lượng thấp và sấy ở nhiệt độ cao để keo LWPF đóng rắn trong gỗ, các tính chất của gỗ cao su đã thay đổi đáng kể. Cụ thể, khối lượng gỗ tăng trung bình khoảng 29,5%, đồng thời thể tích gỗ tăng 6,3%. Điều này cho thấy trong quá trình xử lý, các phân tử keo LWPF đã thâm nhập vào các khoảng trống trong gỗ, thậm chí vào cả vách tế bào gỗ, được phản ánh qua mức độ tăng khối lượng và thể tích.

Kết quả nghiên cứu này cũng tương đồng với sự đánh giá của Furuno [1] cũng đã chỉ ra rằng các tính chất của gỗ thay đổi khi keo LWPF thấm vào và liên kết trong vách tế bào gỗ. Kết quả kiểm tra độ hút nước và độ trương nở thể tích của gỗ cao su biến tính trong nghiên cứu này cho thấy các giá trị đều giảm đáng kể. Điều này có thể là do keo LWPF đã thâm nhập sâu vào vách

tế bào gỗ và đóng rắn, làm giảm khả năng hấp thụ nước và hạn chế sự dẫn nở của gỗ.

4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã xác định ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian phản ứng đến chất lượng keo phenol-formaldehyde phân tử lượng thấp. Kết quả cho thấy độ nhớt của keo thay đổi từ 47-63 m.Pa.s, và tăng khi nhiệt độ và thời gian phản ứng cao hơn. Hàm lượng khô của keo dao động từ 5,13% đến 56,2%, với hệ số tương quan $R^2 = 0,37$, cho thấy sự biến động không rõ ràng. Độ tan trong nước giảm từ 5,6 đến 3,0 khi nhiệt độ và thời gian tăng, với hệ số tương quan 0,79. Thời gian đóng rắn của keo PF biến động từ 284-342 giây, có mối tương quan mạnh với nhiệt độ và thời gian phản ứng ($R^2 = 0,94$).

Chất lượng gỗ cao su sau khi xử lý bằng dung dịch keo PF phân tử lượng thấp và sấy ở nhiệt độ cao đã có sự thay đổi rõ rệt. Cụ thể, khối

lượng gỗ biến tính tăng 29,5%, và thể tích gỗ tăng 6,3% so với gỗ cao su không biến tính.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này là kết quả chính của luận văn thạc sĩ với tiêu đề “Nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ đến chất lượng keo phenol formaldehyde (PF) phân tử lượng thấp”. Tác giả xin trân trọng cảm ơn Bộ Khoa học và Công nghệ đã tạo điều kiện hỗ trợ nguồn lực để hoàn thành đề tài luận văn thạc sĩ thông qua việc cấp kinh phí cho đề tài “Nghiên cứu chế tạo vật liệu composit tấm lớn từ nhựa Phenol Formaldehyde (PF) và tre làm nguyên liệu cho đóng tàu cá vỏ gỗ và tấm lót đường”.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1]. T. Furuno, Y. Imamura & H. Kajita (2004). The modification of wood by treatment with low molecular weight phenol-formaldehyde resin: a properties enhancement with neutralized phenolic-resin and resin penetration into wood cell walls. *Wood Science and Technology*. 37(5): 349-361.

[2]. Manabendra Deka & C. N. Saikia (2000). Chemical modification of wood with thermosetting resin: effect on dimensional stability and strength property. *Bioresource Technology*. 73(2): 179-181.

[3]. Lý Tuấn Trường & Vũ Mạnh Tường (2016). Ảnh hưởng của thời gian sấy đến một số tính chất của composit từ gỗ Keo lai và đơn thể phenon focmandêhyt. *Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn*. (11): 108-112.

[4]. Andi Hermawan, Toru Nakahara, Hiroki Sakagami, Noboru Fujimoto & Kiyotaka Uchikura (2013). Performance of Sugi lamina impregnated with low-molecular weight phenolic resin. *Journal of Wood Science*. 59(4): 299-306.

[5]. Stamm AJ & Seborg RM (1943). Resin-treated wood (Impreg). Research paper FPL report 1380. forest products laboratory, USDA Forest Service. 1-9.

[6]. T. Furuno, Y. Imamura & H. Kajita (2003). The modification of wood by treatment with low molecular weight phenol-formaldehyde resin: a properties enhancement with neutralized phenolic-resin and resin penetration into wood cell walls. *Wood Science and Technology*. 37(5): 349-361.

[7]. Hui Wan & Moon G. Kim (2008). Distribution of phenol-formaldehyde resin in impregnated southern pine and effects on stabilization. *Wood Fiber Sci*. 40(2): 181-189.

[8]. P. V. Berdnikova, E. G. Zhizhina & Z. P. Pai (2021). Phenol-Formaldehyde Resins: Properties, Fields of Application, and Methods of Synthesis. *Catalysis in Industry*. 13(2): 119-124.

[9]. Chris P. Gabrielli & Frederick A. Kamke (2010). Phenol-formaldehyde impregnation of densified wood for improved dimensional stability. *Wood Science and Technology*. 44(1): 95-104.

[10]. Nguyễn Minh Ngọc & Vũ Mạnh Tường (2017). Nghiên cứu một số tính chất vật lý của composit từ gỗ Bồ đề (*Styrax tonkiensis*) và nhựa phenol formaldehyde. *Khoa học và Công nghệ Lâm nghiệp, Trường Đại học lâm nghiệp*. (1): 61-68.

[11]. P. Gascon-Garrido, H. Militz, C. Mai & M.-F. Thévenon (2015). Enhanced termite resistance of Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) Solid wood by phenol-formaldehyde treatment. *Wood Research*. 60(6): 873-880.

[12]. V. Biziks, S. Bick & H. Militz (2016). Decay resistance of beech wood and plywood treated with different type of phenol-formaldehyde (PF) resins. In: IRG (ed.) *The International Research Group of Wood Protection*. Stockholm, Sweden.