

# NGHIÊN CỨU ẢNH HƯỞNG CỦA MỘT SỐ YẾU TỐ CÔNG NGHỆ TRONG CÔNG ĐOẠN XỬ LÝ OXY - KIỀM TỐI CHẤT LƯỢNG BỘT GỖ KEO LAI (*Acacia hybrid*)

Phạm Tường Lâm, Cao Quốc An, Nguyễn Tất Thắng

Trường Đại học Lâm nghiệp

<https://doi.org/10.55250/jo.vnuf.2022.7.112-123>

## TÓM TẮT

Bài báo này đã tiến hành nghiên cứu sự ảnh hưởng và tối ưu hóa các thông số công nghệ: nồng độ kiềm, nhiệt độ và thời gian xử lý, trong giai đoạn tách loại Lignin bằng Oxy-kiềm cho bột gỗ Keo lai sử dụng làm nguyên liệu trích suất vật liệu Nanocellulose. Nghiên cứu sử dụng phương pháp quy hoạch thực nghiệm đa yếu tố bằng phần mềm Design-Expert 12.0 với thiết kế mặt mục tiêu kết hợp mô hình lập tâm với 20 thí nghiệm được xây dựng cho 3 yếu tố nhiệt độ, thời gian xử lý, nồng độ kiềm. Nghiên cứu đánh giá tính chất bột gỗ Keo lai thông qua: hệ số Kappa, hàm lượng Lignin, hiệu suất tách loại Lignin. Kết quả cho thấy, nồng độ NaOH, nhiệt độ và thời gian xử lý ảnh hưởng rõ nét đến chất lượng của bột gỗ trong quá trình xử lý Oxy-kiềm. Ở điều kiện tối ưu về nồng độ NaOH (4,17%), nhiệt độ xử lý (111,5°C), thời gian xử lý (100,9 phút) cho thấy trị số Kappa thấp nhất là 11, hàm lượng Lignin thấp nhất là 1,08%, hiệu suất tách loại Lignin đạt mức cao nhất là 68,08%.

**Từ khóa:** Gỗ Keo lai, Oxy-kiềm, tách loại Lignin, trị số Kappa.

## 1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Nanocellulose là một dạng vật liệu có nguồn gốc từ tự nhiên nó có thể được trích xuất từ vách tế bào thực vật (Phanthong Patchiya et al., 2018). Với kích thước đường kính nanomet, Nanocellulose bao gồm các đặc tính ưu việt như độ bền cao, độ cứng tuyệt vời và diện tích bề mặt lớn (Dufresne Alain, 2012, 2013). Ngoài ra, với cấu trúc khá đặc biệt của nó, Nanocellulose chứa rất nhiều nhóm Hydroxyl có thể liên kết để chức năng hóa bề mặt với nhiều dạng bề mặt khác nhau (An Nang Vu et al., 2020). Nanocellulose có thể được sử dụng trong nhiều lĩnh vực chẳng hạn như sản xuất mỹ phẩm, sơn phủ gỗ, keo dán gỗ, bao bì thực phẩm, viên nang thuốc, dệt may, mực in bảo mật... và rất nhiều các ngành công nghiệp phụ trợ khác (Nguyễn Ngọc Tuấn và cộng sự, 2020; Nguyễn Tường Vy và cộng sự, 2021; Nguyễn Vũ Việt Linh và cộng sự; Nguyễn Xuân Thành và cộng sự, 2019). Nanocellulose được trích xuất bằng nhiều phương pháp khác nhau như nghiền cơ học, thủy phân bằng axit đậm đặc, Oxy hóa TEMPO hay Cacboxy hóa... (Rojas Orlando J, 2016; Poletto Matheus et al., 2015).

Trong công nghệ sản xuất bột giấy truyền thống, để tách loại Lignin của bột gỗ thông thường sử dụng phương pháp nấu kéo dài, nhằm đạt được mục đích tách loại tối đa lượng Lignin trong bột (Phạm Thị Nhung, 2019). Tuy nhiên, thời gian nấu dài dẫn đến Cellulose sẽ bị phân

hủy một phần, sự phân hủy này sẽ làm giảm hiệu suất nấu bột và giảm độ bền cơ lý của bột, mặt khác lượng dùng hóa chất trong công đoạn nấu theo đó cũng tăng lên (Nguyễn Văn Đạt, 2011). Để đáp ứng nhu cầu ngày càng cao về chất lượng và hiệu suất bột cũng như yêu cầu về bảo vệ môi trường (giảm thiểu lượng AOX, COD, BOD trong nước thải), đặc biệt là bột gỗ dùng làm nguyên liệu trích xuất Nanocellulose thì càng cần phải được quan tâm hơn cả. Một trong các hướng nghiên cứu để đạt được điều đó là tách loại Lignin bằng Oxy trong môi trường kiềm (quá trình Oxy-kiềm), đây là bước công nghệ rất quan trọng và không thể thiếu trong quy trình sản xuất vật liệu Nanocellulose (Hình 1), nó quyết định đến chất lượng bột gỗ dùng làm nguyên liệu trong các công đoạn tẩy trắng và làm giàu  $\alpha$ -cellulose tiếp theo phục vụ mục đích trích xuất Nanocellulose từ gỗ Keo lai. Thực chất đây là quá trình nấu kéo dài ít gây ảnh hưởng đến chất lượng bột cũng như môi trường do điều kiện ôn hòa hơn và độ chọn lọc cao hơn. Chính vì vậy, quá trình tách loại Lignin bằng phương pháp Oxy-kiềm được nghiên cứu ứng dụng với mục đích tăng hiệu quả tách loại Lignin mà vẫn đảm bảo hiệu suất và chất lượng bột. Nhờ quá trình tách loại Lignin bằng Oxy-kiềm mà có thể nấu bột ở trị số Kappa cao hơn, tiết kiệm chi phí trong quá trình nấu và giảm thiểu lượng dùng hóa chất gây ô nhiễm môi trường. Ngoài ra nhờ quá trình khử Lignin bằng

Oxy-kiềm có thể cho phép thu được bột có trị số Kappa thấp hơn bột ban đầu mà vẫn đảm bảo chỉ tiêu chất lượng bột (Tong Guolin et al., 2000; Chu Qiulu et al., 2017).

Có nhiều phương pháp nhằm tách loại Lignin có trong thực vật như phương pháp sử dụng Clo nguyên tố, phương pháp sử dụng Axit formic, phương pháp kiềm hóa, phương pháp Oxy-kiềm... trong đó có nhiều nghiên cứu đã quan tâm đến vấn đề tách loại Lignin sử dụng vào các mục đích khác nhau. Nguyễn Thị Minh Nguyệt, Nguyễn Cao Cường (2020) đã tiến hành nghiên cứu tách loại Lignin từ phế phụ phẩm nông nghiệp (rom rạ) bằng phương pháp xử lý với Axit Formic, với mức dùng Axit formic là 12,5 ml/g so với nguyên liệu khô tuyệt đối, rom rạ được xử lý ở nhiệt độ sôi của dung dịch khoảng thời gian 75-90 phút thì mức độ tách loại Lignin đạt khoảng 38%, hiệu suất bột giao động khoảng khoảng 48-50% (Nguyễn Thị Minh Nguyệt và cộng sự, 2020). Viện Công nghiệp Giấy và Xenlulô năm 2010 đã tiến hành nghiên cứu tách loại Lignin bằng Oxy-kiềm hai giai đoạn đối với bột Sunfat từ nguyên liệu bạch đàn và keo tai tượng ở Việt Nam, kết quả đã xây

dựng được Quy trình công nghệ tách loại Lignin bằng Oxy-kiềm hai giai đoạn đối với bạch đàn có trị số Kappa 28,5 và bột gỗ keo tai tượng có trị số Kappa 27,3. Quá trình tách loại được từ 50 - 60% lượng Lignin còn trong bột sau khi nấu, hiệu suất nấu bột tăng từ 4-5%, giảm tiêu hao 30-40% mức dùng Dioxyt clo, giảm trên 25% tải trọng AOX trong nước thải (Đào Thị Tố Liên, 2011). Cao Văn Sơn - Viện Công nghiệp Giấy và Xenlulô đã tiến hành nghiên cứu công nghệ tẩy trắng bột giấy sunphát từ nguyên liệu gỗ cứng theo phương pháp ECF rút gọn, kết quả nghiên cứu chỉ rõ chất lượng bột giấy khi ứng dụng các quy trình tẩy mới có chất lượng tương đương và cao hơn so với quy trình tẩy ECF thông thường. Mức dùng Clo hoạt tính giảm 17% -18%, lượng AOX giảm 23% - 29% so với quy trình ECF thông thường (Cao Văn Sơn, 2008). Nguyễn Tất Thắng và cộng sự (2022) đã tiến hành nghiên cứu tạo  $\alpha$ -cellulose hàm lượng cao từ gỗ Keo lai (Acacia hybrid), kết quả cho thấy sau các công đoạn xử lý gỗ Keo lai, hiệu suất bột thu được 90%, hệ số Kappa 0,4, hàm lượng  $\alpha$ -cellulose đạt 95,5% (Nguyễn Tất Thắng và cộng sự, 2022).



Hình 1. Quy trình công nghệ sản xuất vật liệu Nanocellulose từ gỗ Keo lai

Ở nghiên cứu này, với mục đích tạo ra được Nanocellulose chất lượng cao (đường kính sợi < 100 nm, L/D > 50, độ tinh khiết  $\geq 90\%$ ) đảm bảo chất lượng nguyên liệu dùng chế tạo sơn PU- Nanocellulose, do đó yêu cầu về chất lượng và hiệu quả tách loại Lignin trong nguyên liệu bột gỗ đầu vào là rất quan trọng và cần được quan tâm nghiên cứu. Hiện nay ở Việt Nam chưa có công trình chính thức nào nghiên cứu về ảnh hưởng của các yếu tố công nghệ trong công đoạn tách loại Lignin bằng Oxy-kiềm tới chất lượng của bột gỗ Keo lai dùng làm nguyên liệu cho sản xuất Nanocellulose. Do đó, bài viết này chủ yếu tập trung nghiên cứu ảnh hưởng của các yếu tố công nghệ (nồng độ kiềm, nhiệt độ, thời gian) trong công đoạn tách loại Lignin của

bột gỗ Keo lai bằng phương pháp Oxy-kiềm. Mục đích xác định được điều kiện xử lý tối ưu nhằm tách loại hiệu quả Lignin trong bột gỗ Keo lai, từ đó nâng cao chất lượng bột gỗ và hạn chế tối đa lượng dùng hóa chất trong các công đoạn tẩy trắng tiếp theo.

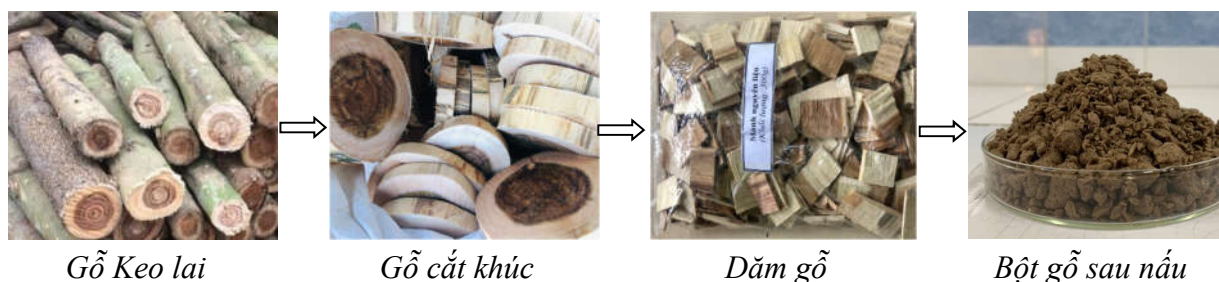
## 2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

### 2.1. Vật liệu nghiên cứu

Gỗ Keo lai: Độ tuổi từ 4-5 tuổi được khai thác tại địa phận xã Lạc Thịnh, huyện Yên Thủy, thành phố Hòa Bình. Gỗ Keo lai được lấy 3 cây đại diện, mỗi cây lấy 3 đoạn (gốc, giữa và ngọn), tổng trọng lượng gỗ đầu vào 10-15 kg. Gỗ tròn Keo lai được cắt khúc, bóc vỏ sau đó được băm thành dăm mảnh, dăm gỗ được sàng tuyển chọn và sử dụng để nấu bột. Dăm mảnh hợp cách

được tiến hành tiên xử lý và nấu bột theo quy trình nấu Sunfat, bột gỗ sau khi nấu được tiến hành tẩy rửa và được sử dụng làm nguyên liệu cho công đoạn tách loại Lignin bằng phương

pháp Oxy-kiềm. Tiến trình chuẩn bị mẫu gỗ và bột gỗ sử dụng cho công đoạn tách loại Lignin bằng phương pháp Oxy-kiềm được thể hiện như ở Hình 2.



**Hình 2. Nguyên liệu tạo bột gỗ Keo lai**

## 2.2. Thiết bị, dụng cụ và hóa chất nghiên cứu

### 2.2.1. Thiết bị, dụng cụ nghiên cứu

- Thiết bị nấu: Nồi nấu thí nghiệm 32 lít, gia nhiệt trực tiếp bằng điện;
- Hệ thống thiết bị buồng kín xử lý Oxy-kiềm

(thể tích 5 lít, gia nhiệt bằng điện, cánh khuấy trực đứng);

- Cân điện tử độ chính xác  $\pm 0,0001$  của Thụy Sĩ;
- Nhiệt kế và các dụng cụ thủy tinh.



*Thiết bị nồi nấu bột gỗ 32 lít*



*Thiết bị Oxy-kiềm 5 lít*

**Hình 3. Thiết bị chính sử dụng trong nghiên cứu**

### 2.2.2. Hóa chất sử dụng

- Hóa chất nấu: NaOH (công nghiệp);
- Hóa chất phân tích:  $\text{KMnO}_4$ ;  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ; HCl;
- Oxy lỏng:  $\text{O}_2$ ;
- Hóa chất tẩy:  $\text{ClO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ,  $\text{MgSO}_4$ .

## 2.3. Phương pháp nghiên cứu

### 2.3.1. Bố trí thí nghiệm

#### a. Chuẩn bị mẫu thử nghiệm

Nguyên liệu đầu vào của công đoạn tách loại Lignin bằng phương pháp Oxy-kiềm là bột gỗ sau khi nấu bằng phương pháp nấu Sunfat, bột gỗ có nồng độ khoảng 10-12%, trị số Kappa bột sau nấu khoảng 23-25. Khối lượng bột tối đa 300 g bột khô tuyệt đối (KTĐ)/mẻ xử lý.

#### b. Bố trí ma trận thử nghiệm

Mô hình thí nghiệm được thiết lập dựa trên phương pháp quy hoạch thực nghiệm với sự ảnh hưởng của các biến số nhiệt độ xử lý (X1), thời gian xử lý (X2), nồng độ NaOH (X3) đến 3 hàm mục tiêu: trị số Kappa (Y1), hàm lượng Lignin (Y2), hiệu suất tách loại Lignin (Y3) được mã hóa (Bảng 1). Tính toán độ tin cậy của số liệu, phân tích ANOVA, tìm phương trình hồi quy bằng phần mềm xử lý quy hoạch thực nghiệm Design-Expert 12.0.

#### + Số thí nghiệm

Số thí nghiệm được thực hiện là:

$$N = 2^k + 2k + 6 \quad (N = 20 \text{ với } k = 3).$$

Trong đó:

k là số biến số độc lập;

2k số thí nghiệm bổ sung tại điểm sao. Khoảng cách từ tâm đến điểm sao  $\alpha = 2^{k/4}$  ( $\alpha = 1,682$  với  $k = 3$ ). Tất cả các nghiên cứu được thực hiện ở 5 mức  $(-\alpha, -1, 0, +1, +\alpha)$ . Như vậy, trong nghiên cứu này 20 thí nghiệm sẽ được

thực hiện với 8 số thí nghiệm của quy hoạch toàn phần, 6 thí nghiệm lặp lại tại tâm để đánh giá sai số và 6 thí nghiệm bổ sung tại điểm sao nằm cách vị trí tâm thực nghiệm một khoảng  $\alpha$  (Bảng 1).

**Bảng 1. Bảng ma trận quy hoạch thực nghiệm**

STT	Dạng Code			Dạng thực		
	Nồng độ NaOH (%)	Nhiệt độ xử lý (°C)	Thời gian xử lý (phút)	Nồng độ NaOH (%)	Nhiệt độ xử lý (°C)	Thời gian xử lý (phút)
				(X1)	(X2)	(X3)
1	-1	1	1	2	130	120
2	0	$-\alpha$	0	4	76,3(-1,682)	100
3	0	0	$\alpha$	4	110	133,63 (1,682)
4	0	0	0	4	110	100
5	0	0	0	4	110	100
6	$-\alpha$	0	0	0,636 (-1,682)	110	100
7	$\alpha$	0	0	7,363 (1,682)	110	100
8	0	0	0	4	110	100
9	0	0	0	4	110	100
10	-1	-1	1	2	90	120
11	-1	-1	-1	2	90	80
12	0	0	0	4	110	100
13	1	-1	-1	6	90	80
14	0	0	$-\alpha$	4	110	66,36 (-1,682)
15	1	1	-1	6	130	80
16	1	1	1	6	130	120
17	-1	1	-1	2	130	80
18	0	0	0	4	110	100
19	0	$\alpha$	0	4	143,63(1,682)	100
20	1	-1	1	6	90	120

**2.3.2. Các bước tiến hành thí nghiệm tách loại Lignin bằng phương pháp Oxy-kiềm**

Bột gỗ sau khi nấu Sunfat được tiến hành trộn với thành phần dịch xử lý gồm (nước, NaOH, MgSO<sub>4</sub>), đảm bảo nồng độ bột sau khi trộn đạt khoảng 10-12%. Thành phần dung dịch xử lý có mức dùng kiềm là 20%, mức dùng MgSO<sub>4</sub> là 0,4%. Bột gỗ có nồng độ 10-12% được đưa từ từ vào buồng xử lý của thiết bị xử lý Oxy-kiềm (thể tích 5 lít, gia nhiệt bằng điện, khuấy trực đứng), tổng lượng bột tối đa 300 g bột KTĐ/m<sup>3</sup>. Bột gỗ ướt được đưa vào khoảng 2/3 thể tích buồng xử lý thì dừng lại, sau đó tiến hành đập nắp (nắp đập đảm bảo kín khí). Bước tiếp theo tiến hành gia nhiệt và bảo ôn thông qua thiết bị gia nhiệt bằng điện của buồng xử lý, đồng thời tăng áp suất Oxy từ từ đến khi áp suất đạt 0,7 MPa thì dừng và duy trì ở mức áp suất

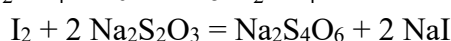
này đến hết quá trình. Trong suốt quá trình xử lý Oxy-kiềm cần liên tục khuấy trộn để đảm bảo bột được xử lý đồng đều, tốc độ cánh khuấy duy trì khoảng 40-50 vòng/phút. Kết thúc công đoạn xử lý, bột gỗ được rửa bằng nước sạch (trên lưới 80 mesh). Bột sau xử lý bằng Oxy-kiềm được đông âm, bảo quản trong túi nylon và được sử dụng để thử nghiệm các tính chất của bột.

**2.3.3. Phương pháp kiểm tra chất lượng bột gỗ**  
**a. Xác định trị số Kappa của bột gỗ**

- Nguyên lý:

Dùng KMnO<sub>4</sub> trong môi trường axit để oxy hóa Lignin, số KMnO<sub>4</sub> dư cho tác dụng với KI, tạo thành I<sub>2</sub>. Dùng Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> để chuẩn lượng I<sub>2</sub> với chất chỉ thị màu là hồ tinh bột. Căn cứ vào lượng Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> này để tính lượng KMnO<sub>4</sub> đã tiêu hao cho phản ứng với Lignin.

Phương trình phản ứng:



- *Cách tiến hành:*

Lấy mẫu bột 1,3-1,5 gam khô tuyệt đối. Khuấy mẫu bột với nước cất ở 20-30<sup>0</sup>C trong cốc 1.000 ml.

Hút 50 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4N, 50 ml KMnO<sub>4</sub> 0,1N vào cốc 200 ml (tổng lượng dịch là 500 ml).

Đổ hỗn hợp 100 ml vào bột đang khuấy, đồng thời bấm đồng hồ. Sau 5 phút đo nhiệt độ. Sau 10 phút cho vào hỗn hợp 10 ml KI 1N.

Chuẩn ngay bằng Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,2N cho đến khi có màu vàng rom. Cho 1-2 giọt tinh bột, chuẩn đến mất màu. Ghi thể tích Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,2N tiêu hao là a ml.

Làm thí nghiệm tương tự với mẫu trắng (không có bột) thể tích là b ml.

- *Tính toán:*

$$K = p \cdot f \cdot k_t / W \quad (1)$$

*Trong đó:*

W: là khối lượng bột khô tuyệt đối, tính theo gam;

k<sub>t</sub>: là hệ số nhiệt độ;

k<sub>t</sub> = 1 + 0,013\*(25 – T); T là nhiệt độ đo;

p = N\*(b – a)/0,1 = 2\*(b – a) vì N = 0,2;

f: là hệ số phụ thuộc vào p.

### **b. Xác định hàm lượng Lignin (D1106 – 96 (2013))**

- *Nguyên lý:*

Bột gỗ được xử lý bằng axit mạnh (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 72%), thành phần cacbohydrat bị thủy phân, để lại cặn không hòa tan được xác định là Lignin.

- *Mẫu thử nghiệm:*

Mẫu thử: 01g bột gỗ qua lưới sàng 40 mesh (425µm), được làm khô hoàn toàn trong không khí.

- *Cách tiến hành:*

+ Cân hai mẫu thử trọng lượng 1 g trong các bình thủy tinh có nắp đậy kín. Sấy bằng tủ sấy trong 2 giờ ở 100-105<sup>0</sup>C, thực hiện cho đến khi khối lượng không đổi. Tính tỷ lệ phần trăm của bột gỗ khô tuyệt đối.

+ Cân hai mẫu thử thêm 1 g bột gỗ bổ sung vào chén chiết để xác định Lignin lặp lại hai lần. Đặt chén chiết có chứa mẫu vào thiết bị chiết Soxhlet. Chiết xuất bằng cồn 95% trong 4 giờ. Sau đó chiết mẫu thử bằng dung dịch Etanol-toluen như mô tả trong phương pháp thử D1107. Loại bỏ càng nhiều dung môi bằng cách hút càng tốt và rửa dùng Etanol để loại bỏ Toluen. Loại bỏ Etanol dư, chuyển vào cốc và thủy phân

bằng 400 ml nước nóng trong nồi cách thủy hơi hoặc nước nóng ở khoảng 100<sup>0</sup>C trong 3 giờ. Lọc, rửa bằng nước nóng và Etanol để dễ lấy mẫu thử ra khỏi chén sau đó để mẫu khô tự nhiên trong không khí.

+ Đựng mẫu vào bình thủy tinh có nút và thêm từ từ 15ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> lạnh (12-15<sup>0</sup>C) (72%), đồng thời khuấy đều và liên tục trong 1 phút. Duy trì khuấy thường xuyên trong 2 giờ, ở nhiệt độ 18-20<sup>0</sup>C. Rửa mẫu vào bình tam giác, pha loãng H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> đến nồng độ 3% bằng cách thêm 560 ml nước cất, đun sôi trong 4 giờ, dưới ống sinh hàn hồi lưu hoặc trong điều kiện thể tích gần như không đổi, duy trì bằng cách thỉnh thoảng bổ sung nước nóng vào bình.

+ Sau khi để lắng chất không tan vào chén lọc đã được sấy khô ở 100-105<sup>0</sup>C và cân trong chén cân có nút thủy tinh. Rửa sạch cặn không còn axit bằng 500ml nước nóng và làm khô chén và đồ trong tủ sấy trong 2 giờ ở 100-105<sup>0</sup>C. Cho chén cân để nguội trong bình hút ẩm, nói lỏng nút chai và cân chất trong chén là Lignin. Lặp lại việc sấy khô và cân cho đến khi trọng lượng không đổi.

- *Tính toán:*

Hàm lượng Lignin được tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của Lignin trong gỗ khô tuyệt đối.

Hàm lượng Lignin L(%) được xác định theo công thức sau:

$$L(\%) = \frac{(m_1 - m) \times 100}{g} (\%) \quad (2)$$

*Trong đó:*

m<sub>1</sub>: khối lượng chén cân và Lignin sau khi sấy khô hoàn toàn;

m: khối lượng chén cân;

g: khối lượng mẫu gỗ khô hoàn toàn.

### **c. Hiệu suất tách loại Lignin**

Hiệu suất tách loại Lignin H (%) được xác định theo công thức:

$$H = (Lig_T / Lig_S) \times 100 (\%) \quad (3)$$

*Trong đó:*

Lig<sub>T</sub>: Hàm lượng Lignin trước xử lý (g);

Lig<sub>S</sub>: Hàm lượng Lignin sau xử lý (g).

## **3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN**

Tách loại Lignin bằng Oxy hay còn gọi là xử

lý Oxy-kiềm, có thể xem là một công đoạn riêng của quá trình sản xuất bột Cellulose bởi nó cũng có đặc điểm chung với chu trình tẩy trắng về sử dụng hóa chất, điều kiện vận hành và tính chất của bột. Về bản chất, xử lý Oxy-kiềm là sự tiếp tục của quá trình nấu, bởi mục tiêu chính của công đoạn này vẫn chỉ là tách loại Lignin. Lượng Lignin của công đoạn này có thể chiếm đến 10% tổng lượng Lignin có trong nguyên liệu ban đầu, trong khi tất cả các công đoạn tẩy trắng còn lại chỉ cần tách loại khoảng 3-5% Lignin. Xử lý Oxy-kiềm dựa trên khả năng oxy hóa Lignin của Oxy trong môi trường kiềm. Trong các chu trình tẩy trắng hiện đại, quá trình này cho phép tách loại tới trên dưới 95% lượng Lignin còn lại trong bột sau nấu. Ưu điểm chính

của công đoạn này là giảm được tải lượng và độc tố nước thải, giảm được 50-80% tiêu hao Clo cho công đoạn tẩy trắng mà vẫn đạt được độ trắng của bột cao. Ngoài ra, còn tái sử dụng gần như hoàn toàn nước thải, giải quyết triệt để các vấn đề ảnh hưởng của các chất nhựa, tới độ trắng của bột.

Nhằm đánh giá ảnh hưởng của một số thông nghệ trong công đoạn xử lý Oxy-kiềm tới hiệu suất tách loại Lignin bột gỗ Keo lai. Nghiên cứu sử dụng phần mềm Design-Expert 12.0 để mô hình hóa thí nghiệm. Bảng 2 trình bày kết quả thử nghiệm. Kết quả phân tích phương sai về trị số Kappa, hàm lượng Lignin, hiệu suất tách loại Lignin được trình bày ở bảng 3.

**Bảng 2. Kết quả thử nghiệm**

STT	Dạng Code			Dạng thực			Trị số Kappa	Hàm lượng Lignin	Hiệu suất tách loại Lignin
	Nồng độ NaOH (%)	Nhiệt độ xử lý (°C)	Thời gian xử lý (phút)	Nồng độ NaOH (%)	Nhiệt độ xử lý (°C)	Thời gian xử lý (phút)			
				(X1)	(X2)	(X3)	(Y1)	(Y2)	(Y3)
1	-1	1	1	2	130	120	13,5	1,32	57
2	0	- $\alpha$	0	4	76,36	100	13,1	1,31	56
3	0	0	$\alpha$	4	110	133,63	13,4	1,30	58
4	0	0	0	4	110	100	10,7	1,08	68
5	0	0	0	4	110	100	10,6	1,05	67
6	- $\alpha$	0	0	0,636	110	100	13,5	1,22	65
7	$\alpha$	0	0	7,363	110	100	12,9	1,21	60
8	0	0	0	4	110	100	11,5	1,07	69
9	0	0	0	4	110	100	11,2	1,09	70
10	-1	-1	1	2	90	120	13,8	1,22	56
11	-1	-1	-1	2	90	80	14,2	1,24	60
12	0	0	0	4	110	100	10,9	1,07	66
13	1	-1	-1	6	90	80	14,3	1,35	60
14	0	0	- $\alpha$	4	110	66,36	13,5	1,22	56
15	1	1	-1	6	130	80	12,4	1,25	56
16	1	1	1	6	130	120	11,5	1,21	58
17	-1	1	-1	2	130	80	13,6	1,30	59
18	0	0	0	4	110	100	11,2	1,10	69
19	0	$\alpha$	0	4	143,63	100	12,9	1,29	60
20	1	-1	1	6	90	120	12,7	1,25	59

**Bảng 3. Kết quả phân tích phương sai**

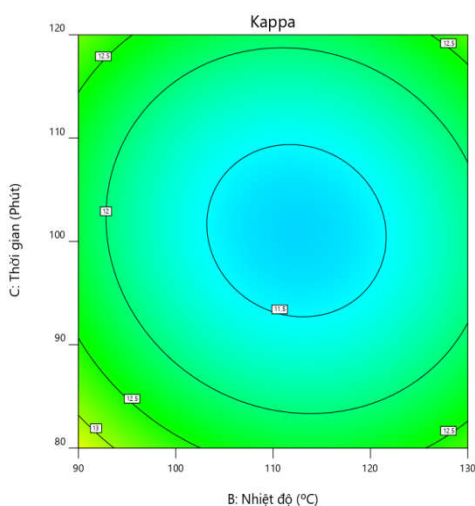
Mô hình	Trị số Kappa	Hàm lượng Lignin	Hiệu suất tách loại Lignin (%)
Model	<b>0,0002</b> (Significant)	<b>&lt;0,0001</b> (Significant)	<b>0,0002</b> (Significant)
Residual (Lack of fit)	<b>0,236</b> (not significant)	<b>0,108</b> (not significant)	<b>0,152</b> (not significant)
R <sup>2</sup>	<b>0,925</b>	<b>0,958</b>	<b>0,923</b>
Độ lệch chuẩn (SD)	<b>0,0657</b>	<b>0,012</b>	<b>0,121</b>

### 3.1. Trị số Kappa

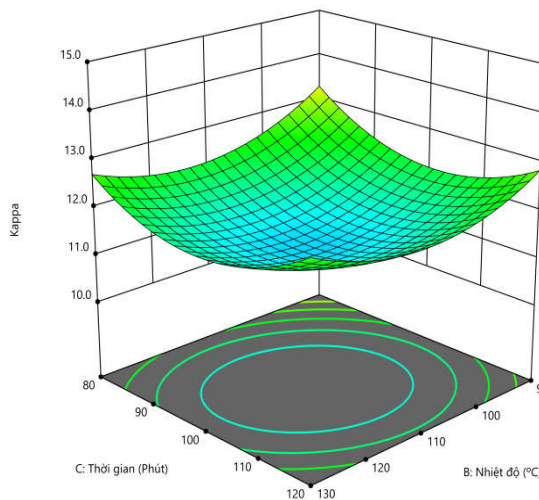
Trị số Kappa là giá trị thể hiện hàm lượng Lignin còn lại và các thành phần có khả năng oxy hóa khác chứa trong bột. Bột gỗ được xử lý tẩy trắng Oxy-kiềm với các thông số công nghệ (nhiệt độ, thời gian, nồng độ NaOH) thay đổi. Mối tương quan giữa nhiệt độ, thời gian xử lý, nồng độ NaOH đến trị số Kappa được thể hiện qua phương pháp xử lý thống kê bề mặt đáp ứng (Hình 4). Từ dữ liệu (Bảng 3) phân tích phương sai cho thấy mô hình thống kê có ý nghĩa và phù hợp với hệ P của mô hình là 0,0002 (yêu cầu của

mô hình < 0,05), độ lệch chuẩn 0,0657 (yêu cầu của mô hình > 0,05), hệ số xác định R<sup>2</sup> (coefficient of determination) của trị số Kappa là 0,925 gần tiến đến giá trị 1, kiểm định F cho sự thiếu phù hợp của mô hình (Lack of fit) > 0,05. Qua đó có thể thấy mối tương quan chặt chẽ giữa các yếu tố nồng độ NaOH, nhiệt độ, thời gian đến trị số Kappa. Các kết quả kiểm định cho thấy sự đúng đắn của mô hình xây dựng được. Từ đó xây dựng được phương trình tương quan mối quan hệ giữa nồng độ NaOH, nhiệt độ, thời gian xử lý đến trị số Kappa như sau:

$$\text{Trị số Kappa (Y1)} = 3,37 - 0,1624X_1 - 0,0245X_2 - 0,0145X_3 - 0,0390X_1X_2 - 0,0351X_1X_3 + 0,0159X_2X_3 + 0,1087X_1^2 + 0,0983X_2^2 + 0,1202X_3^2$$



Biểu đồ tương quan dạng 2D



Biểu đồ tương quan dạng 3D

**Hình 4. Ảnh hưởng của thông số công nghệ đến trị số Kappa**

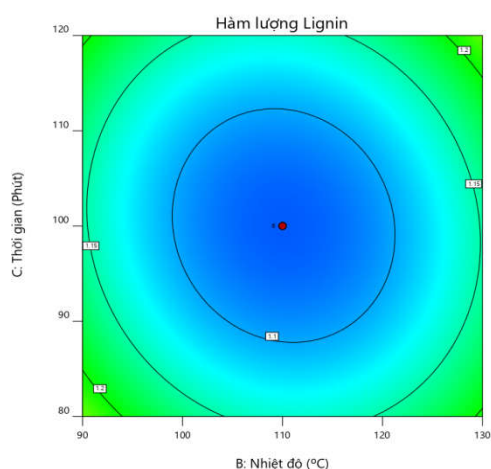
### 3.2. Hàm lượng Lignin

Lignin là một trong ba thành phần chính trong cấu tạo của bột gỗ. Để tạo ra bột gỗ có chất lượng tốt thì hàm lượng Lignin trong bột

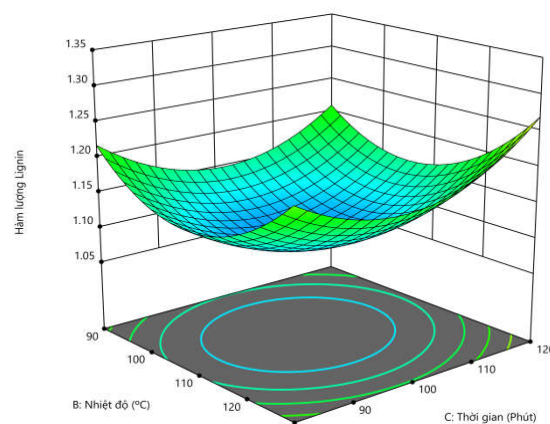
phải thấp. Do cấu trúc của Lignin rất phức tạp nên cần thiết phải có nhiều công đoạn tẩy trắng khác nhau. Có nhiều phương pháp nhằm tách loại Lignin có trong thực vật như phương pháp

sử dụng clo nguyên tố, phương pháp sử dụng Axit formic, phương pháp kiềm hóa, phương pháp Oxy-kiềm. Phương pháp Oxy-kiềm là phương pháp cơ bản loại phần lớn Lignin trong bột. Nghiên cứu đã đánh giá tác động của 3 yếu tố công nghệ: nồng độ NaOH, thời gian xử lý và nhiệt độ xử lý đến hàm lượng Lignin trong bột. Thông qua hình 5 về ảnh hưởng của các thông số công nghệ đến hàm lượng Lignin có thể thấy, với nồng độ NaOH trung bình 4%. Khi nhiệt độ tăng từ 90°C đến 110°C, thời gian xử lý tăng từ 80 - 100 phút thì giá trị hàm lượng Lignin giảm

dần và đạt giá trị thấp nhất với nhiệt độ xử lý 110°C và thời gian xử lý 100 phút. Điều này cho thấy với thông số công nghệ trên, khả năng phản ứng tách loại Lignin được tối ưu do vậy hàm lượng Lignin trong bột là thấp nhất. Khi nhiệt độ xử lý trên 110°C và thời gian xử lý trên 100 phút thì hàm lượng Lignin trong bột cao. Do Lignin có cấu trúc phức tạp, để phân hủy được Lignin cần có nhiệt độ và thời gian thích hợp để phản ứng được xảy ra tốt nhất, nhiệt độ và thời gian xử lý thấp quá hoặc cao quá cũng không tốt cho quá trình phản ứng.



Biểu đồ tương quan dạng 2D



Biểu đồ tương quan dạng 3D

**Hình 5. Ảnh hưởng của thông số công nghệ đến hàm lượng Lignin**

Từ dữ liệu bảng 3 phân tích phương sai cho thấy mô hình thống kê có ý nghĩa và phù hợp với hệ P của mô hình là < 0,0001, độ lệch chuẩn 0,012, hệ số xác định R<sup>2</sup> (coefficient of determination) của trị số Kappa là 0,958 gần tiến đến giá trị 1, kiểm định F cho sự thiếu phù hợp của mô hình (Lack of fit) > 0,05. Qua đó có

thể thấy mối tương quan chặt chẽ giữa các yếu tố nồng độ NaOH, nhiệt độ, thời gian đến trị số hàm lượng Lignin. Các kết quả kiểm định cho thấy sự đúng đắn của mô hình. Từ đó xây dựng được phương trình tương quan mối quan hệ giữa nồng độ NaOH, nhiệt độ, thời gian xử lý đến hàm lượng Lignin như sau:

$$\text{Hàm lượng Lignin (Y2)} = 1,04 - 0,0239X_1 + 0,0079X_2 + 0,0037X_3 - 0,0166X_1X_2 - 0,0077X_1X_3 + 0,0054X_2X_3 + 0,0226X_1^2 + 0,0360X_2^2 + 0,0297X_3^2$$

### 3.3. Hiệu suất tách loại Lignin

Để đánh giá khả năng tách loại Lignin, chỉ số hiệu suất tách loại Lignin được sử dụng để đánh giá. Thông qua hình 6 về ảnh hưởng của các thông số công nghệ đến hiệu suất tách loại Lignin có thể thấy, khi nhiệt độ xử lý thấp hoặc cao hơn 110°C, thời gian xử lý nhỏ hơn hoặc cao

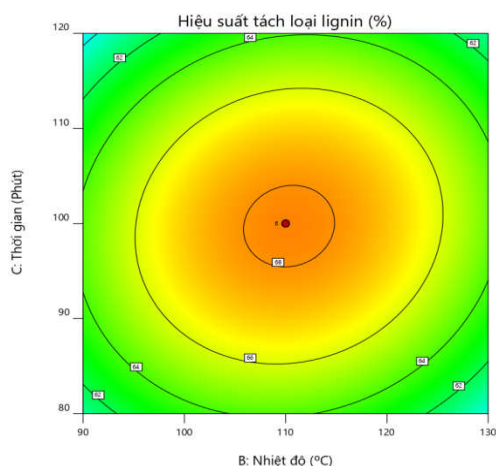
hơn 100 phút thì hiệu suất tách loại Lignin đều có xu hướng giảm. Hiệu suất tách loại Lignin đạt giá trị tốt nhất khi nhiệt độ xử lý là 110°C và thời gian xử lý là 100 phút. Kết quả này phù hợp với kết quả xác định hàm lượng Lignin và hệ số Kappa. Thông qua dữ liệu bảng 3 phân tích phương sai cho thấy mô hình thống kê có ý



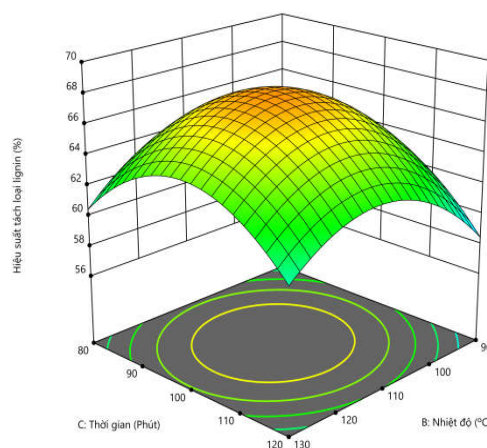
nghĩa và phù hợp với hệ P của mô hình là 0,0002, độ lệch chuẩn 0,121, hệ số xác định  $R^2$  (coefficient of determination) của trị số Kappa là 0,923 gần tiến đến giá trị 1, kiểm định F cho sự thiếu phù hợp của mô hình (Lack of fit) > 0,05. Qua đó có thể thấy mối tương quan chặt chẽ giữa các yếu tố nồng độ NaOH, nhiệt độ,

thời gian đến hiệu suất tách loại Lignin. Các kết quả kiểm định cho thấy sự đúng đắn của mô hình xây dựng được. Từ đó xây dựng được phương trình tương quan mối quan hệ giữa nồng độ NaOH, nhiệt độ, thời gian xử lý đến hiệu suất tách loại Lignin như sau:

$$\text{Hiệu suất tách loại Lignin (Y3)} = 8,24 + 0,0970X_1 + 0,0291X_2 - 0,0364X_3 - 0,0412X_1X_2 + 0,0577X_1X_3 + 0,0411X_2X_3 - 0,1311X_1^2 - 0,2334X_2^2 + 0,2564X_3^2$$



Biểu đồ tương quan dạng 2D



Biểu đồ tương quan dạng 3D

**Hình 6. Ảnh hưởng của thông số công nghệ đến hiệu suất tách loại Lignin**

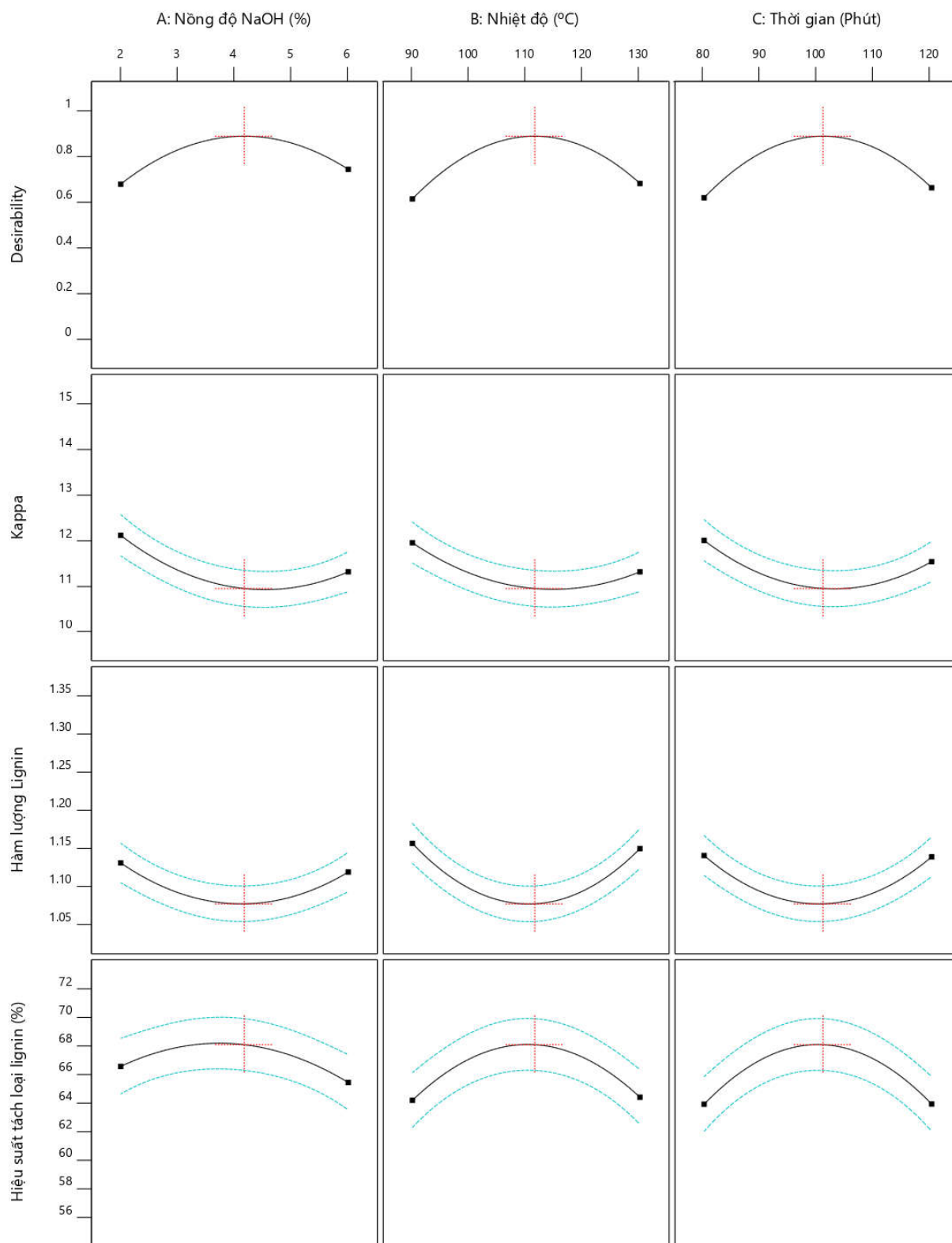
Từ biểu đồ hình 6 có thể thấy, hiệu suất tách loại Lignin đạt giá trị ở mức 68,08%, so sánh về khả năng tách loại Lignin của phương pháp Oxy-kiềm và một số phương pháp tách loại tương tự như: Nguyễn Thị Minh Nguyệt, Nguyễn Cao Cường (2020) sử dụng Axit formic 12,5 ml/g xử lý tách loại Lignin cho rơm rạ, mức độ tách loại Lignin chỉ đạt khoảng 38% (Nguyễn Thị Minh Nguyệt và cộng sự, 2020); Viện Công nghiệp Giấy và Xenlulo đã nghiên cứu tách loại Lignin bằng Oxy-kiềm hai giai đoạn đối với bột Sunfat từ nguyên liệu gỗ bạch đàn và keo tai tượng ở Việt Nam, kết quả tách loại được từ 50-60% lượng Lignin còn trong bột sau khi nấu (Đào Thị Tố Liên, 2011). Qua đó có thể thấy hiệu suất tách loại Lignin bằng phương pháp Oxy-kiềm mà nghiên cứu đã thực hiện có

giá trị tốt hơn so với các nghiên cứu đã công bố nêu trên.

### 3.4. Tối ưu hóa thông số công nghệ

Để xây dựng được các điều kiện xử lý tối ưu trong giai đoạn xử lý Oxy-kiềm: nồng độ NaOH, thời gian và nhiệt độ xử lý. Nghiên cứu đã sử dụng phần mềm Design Expert 12 để thực hiện tối ưu hóa với mục tiêu trị số Kappa và hàm lượng Lignin thấp nhất, hiệu suất tách loại Lignin cao nhất.

Kết quả thông qua biểu đồ hình 7 cho thấy với nồng độ NaOH 4,17%, nhiệt độ xử lý 111,5°C, thời gian xử lý 100,9 phút, trị số Kappa đạt giá trị thấp nhất 11, hàm lượng Lignin 1,08, hiệu suất tách loại Lignin 68,08%.



Hình 7. Tối ưu hóa thông số công nghệ

#### 4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của thông số công nghệ: thời gian xử lý, nhiệt độ xử lý, nồng độ kiềm trong quá trình xử lý

Oxy-kiềm tới chất lượng của bộ gỗ Keo lai: Trị số Kappa; Hiệu suất tách loại Lignin; Hàm lượng Lignin. Kết quả cho thấy:

- Nồng độ kiềm NaOH, nhiệt độ và thời gian

xử lý ảnh hưởng rõ nét đến chất lượng của bột gỗ trong quá trình xử lý Oxy-kiềm.

- Chất lượng bột tốt nhất với các thông số trị số Kappa đạt giá trị thấp nhất 11, hàm lượng Lignin 1,08, hiệu suất tách loại Lignin 68,08% khi nồng độ NaOH 4,17%, nhiệt độ xử lý 111,5°C, thời gian xử lý 100,9 phút.

- Nghiên cứu đã xây dựng được các thông số công nghệ tối ưu trong quá trình xử lý Oxy-kiềm, giúp hiệu suất quá trình tách loại Lignin bột gỗ Keo lai đạt giá trị cao nhất, đây là một trong những nguyên liệu quan trọng cho quá trình sử dụng làm nguyên liệu chế tạo vật liệu Nanocellulose.

### **Lời cảm ơn**

Nghiên cứu được hỗ trợ kinh phí từ Đề tài nghiên cứu khoa học và phát triển công nghệ cấp Bộ “Nghiên cứu công nghệ sản xuất vật liệu Nanocellulose từ gỗ Keo lai để nâng cao chất lượng sơn phủ đáp ứng được các yêu cầu cho đồ gỗ xuất khẩu”.

### **TÀI LIỆU THAM KHẢO**

1. An Nang Vu, Nguyen Van Nhi, Nhan Thuc Chi Ha, Le Van Hieu (2020). Isolation of cellulose nanocrystals from rice husk using the formic/peroxyformic acid process, *Journal Science Technology Development Journal-Natural Sciences*. 4, 430-40.

2. Cao Văn Sơn (2008). "Nghiên cứu công nghệ tẩy trắng bột giấy sunphát từ nguyên liệu gỗ cứng theo phương pháp ECF rút gọn.", *Viện Công nghiệp Giấy và Xenlulô*.

3. Chu Qiulu, Chandra Richard P, Kim Chang-Soo, Saddler Jack N (2017). Alkali-oxygen impregnation prior to steam pretreating poplar wood chips enhances selective lignin modification and removal while maximizing carbohydrate recovery, cellulose accessibility, and enzymatic hydrolysis, *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 5, 4011-17.

4. Đào Thị Tố Liên (2011). "Tách loại lignin bằng oxy-kiềm hai giai đoạn đối với bột sunphát từ nguyên liệu bạch đàn và keo tai tượng ở Việt Nam", *Viện Công nghiệp Giấy và Xenlulô*.

5. Dufresne Alain (2012). Nanocellulose: potential reinforcement in composites, *Natural polymers*. 2, 1-32.

6. Dufresne Alain (2013). Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial, *Materials today*. 16, 220-27.

7. Nguyễn Ngọc Tuấn, Lâm Thị Đan Chi, và Nguyễn Văn Thịnh (2020). Nghiên cứu khả năng dung nạp trên da lành và ảnh hưởng của Gel Nano cellulose khi dùng lâu dài trên động vật thực nghiệm, *Tạp chí Y học Thăm hỏi và Bông*. 1, 22-30.

8. Nguyễn Tất Thắng, Cao Quốc An, Phạm Tường Lâm, Hoàng Nhân Thắng, và Lê Văn Quyền (2022). Nghiên cứu tạo  $\alpha$ -cellulose hàm lượng cao từ gỗ keo lai (acacia hybrid), *Tạp chí Khoa học và Công nghệ Lâm nghiệp*. 4, 123-132.

DOI: <https://doi.org/10.55250/jo.vnuf.2022.4.123-132>

9. Nguyễn Thị Minh Nguyệt, và Nguyễn Cao Cường (2020). Tách loại lignin từ phế phụ phẩm nông nghiệp (Rom rạ) bằng phương pháp xử lý với axits Formic, *Tạp chí Khoa học và Công nghệ Lâm nghiệp*. 2, 112-118.

10. Nguyễn Tường Vy, Phạm Thị Khôi Nguyên, và Hà Quốc Lâm (2021). Chế tạo và đặc điểm của màng nanocomposite polyvinyl alcohol/graphen e oxi de và sợi nano cellulose, *Tạp chí Phát triển Khoa học & Công nghệ - Khoa học tự nhiên*. 5, 1350-1364.

11. Nguyễn Văn Đạt (2011). Đánh giá hiện trạng môi trường ngành công nghiệp giấy ở Việt Nam và đề xuất giải pháp khắc phục ô nhiễm, *Đại học Dân lập Hải Phòng*.

12. Nguyễn Vũ Việt Linh, Đoàn Văn Huy, Đặng Trương Nhân, và Trần Thanh Tâm (2022). Đánh giá tiềm năng về sự phát triển và khả năng ứng dụng sợi cellulose tự nhiên của Việt Nam theo hướng kinh tế tuần hoàn. *Tạp chí Khí tượng Thủy Văn*. 4, 332 - 340

13. Nguyễn Xuân Thành, Trần Thị Lan Dung, Phạm Thùy Dung, và Nguyễn Hải Đăng (2019). Chế tạo màng bọc thực phẩm đa năng thay thế túi nilon từ vật liệu 3d-nano-cellulose và berberin, *Tạp chí Khoa học và Công nghệ - Đại học Thái Nguyên*. 197, 45-51.

14. Phạm Thị Nhung (2019). Nghiên cứu các giải pháp sản xuất sạch hơn áp dụng trong sản xuất giấy, *Đại học Dân lập Hải Phòng*.

15. Phanthong Patchiya, Reubroycharoen Prasert, Hao Xiaogang, Xu Guangwen, Abudula Abuliti, Guan Guoqing (2018). Nanocellulose: Extraction and application, *Carbon Resources Conversion*. 1, 32-43.

16. Poletto Matheus, Ornaghi Jr Heitor (2015). *Cellulose: Fundamental Aspects and Current Trends (BoD-Books on Demand)*.

17. Rojas Orlando J. (2016). *Cellulose chemistry and properties: fibers, nanocelluloses and advanced materials* (Springer).

18. Tong Guolin, Yokoyama Tomoya, Matsumoto Yuji, vMeshitsuka Gyosuke (2000). Analysis of progress of oxidation reaction during oxygen-alkali treatment of lignin I: method and its application to lignin oxidation, *Journal of wood science*. 46, 32-39.

---

---

**RESEARCH ON THE EFFECT OF SOME TECHNOLOGY FACTORS IN  
OXYGEN - ALKALINE TREATMENT ON QUALITY OF ACACIA  
HYBRID WOOD POWDER**

**Pham Tuong Lam, Cao Quoc An, Nguyen Tat Thang**

*Vietnam National University of Forestry*

**SUMMARY**

This paper has studied the influence and optimization of technological parameters: alkali concentration, treatment temperature, and treatment time, in the stage of Lignin removal by Oxy-alkali for hybrid acacia wood pulp used input materials for the production of Nanocellulose materials. Research using the multi-factor experimental planning method by Design-Expert 12.0 software with target surface design combined with a center iteration model with 20 experiments built for three factors: alkali concentration, temperature, and processing time. The study evaluated the properties of acacia wood pulp through: the Kappa coefficient, Lignin content, and Lignin removal efficiency. The results showed that the alkali concentration, temperature, and treatment time clearly affected wood pulp quality during the Oxy-alkali treatment. At optimal conditions of alkali concentration (4.17%), treatment temperature (111.5 °C), treatment time (100.9 minutes) showed the lowest Kappa value of 11, and low Lignin content is 1.08%, Lignin removal efficiency reaches the highest level is 68.08%.

**Keywords: Acacia wood, Oxy-Alkali, Lignin separation, Kappa value.**

**Ngày nhận bài** : 25/8/2022

**Ngày phản biện** : 04/10/2022

**Ngày quyết định đăng** : 20/10/2022