

BỘ GIÁO DỤC
VÀ ĐÀO TẠO

VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC
VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM

HỌC VIỆN KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ



Nguyễn Minh Anh

**NGHIÊN CỨU BIẾN TÍNH NHỰA POLYETHER SULFONE (PES)
ĐỊNH HƯỚNG ỨNG DỤNG LÀM VẬT LIỆU CÁCH ĐIỆN**

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

Hà Nội - 2026

BỘ GIÁO DỤC
VÀ ĐÀO TẠO

VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC
VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM

HỌC VIỆN KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ



Nguyễn Minh Anh

**NGHIÊN CỨU BIẾN TÍNH NHỰA POLYETHER SULFONE (PES)
ĐỊNH HƯỚNG ỨNG DỤNG LÀM VẬT LIỆU CÁCH ĐIỆN**

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

Ngành: Hóa hữu cơ

Mã số: 8440114

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC

Người hướng dẫn 1

A blue ink signature of TS. Phạm Thu Trang.

TS. Phạm Thu Trang

Người hướng dẫn 2

A blue ink signature of TS. Trịnh Đức Công.

TS. Trịnh Đức Công

Hà Nội - 2026

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan rằng luận văn này là công trình nghiên cứu do chính tôi thực hiện dưới sự hướng dẫn khoa học của TS. Phạm Thu Trang và TS. Trịnh Đức Công, cùng với sự hỗ trợ của tập thể cán bộ nghiên cứu tại Viện Nghiên cứu và Phát triển Vật liệu mới và Phòng Công nghệ Vật liệu Polymer – Viện Hóa học – Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam. Chính vì vậy các số liệu, kết quả nghiên cứu và nội dung trình bày trong luận văn đảm bảo trung thực, khách quan nhất. Đồng thời, kết quả này chưa từng được công bố trong bất kỳ công trình khoa học nào khác.

Tôi xin hoàn toàn chịu trách nhiệm về lời cam đoan này.

Tác giả



Nguyễn Minh Anh

LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên, tôi xin bày tỏ lòng kính trọng và biết ơn sâu sắc tới TS. Phạm Thu Trang và TS. Trịnh Đức Công, những người đã tận tâm định hướng nghiên cứu, trực tiếp hướng dẫn, chỉ bảo tận tình và luôn đồng hành cùng tôi trong suốt quá trình thực hiện đề tài cũng như hoàn thiện luận văn này. Những ý kiến chuyên môn quý báu và sự động viên của thầy cô là nguồn động lực lớn giúp tôi vượt qua những khó khăn trong quá trình nghiên cứu.

Tôi xin chân thành cảm ơn Ban lãnh đạo Học viện Khoa học và Công nghệ, quý thầy cô Khoa Hóa học cùng Phòng Đào tạo đã giảng dạy, hỗ trợ, tạo mọi điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt thời gian học tập, thực hiện luận văn và hoàn thành mọi thủ tục cần thiết.

Tôi cũng xin gửi lời cảm ơn tới Ban Lãnh đạo Viện Nghiên cứu và Phát triển Vật liệu mới, cùng toàn thể cán bộ Phòng Công nghệ Vật liệu Polymer – Viện Hóa học – Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam đã hỗ trợ tôi trong quá trình làm thực nghiệm, cung cấp điều kiện nghiên cứu và chia sẻ nhiều kinh nghiệm quý giá.

Và cuối cùng tôi xin cảm ơn gia đình, người thân và bạn bè đã luôn ở bên cạnh, động viên, khích lệ và dành cho tôi sự hỗ trợ to lớn cả về tinh thần lẫn vật chất trong suốt thời gian học tập và nghiên cứu.

Sự giúp đỡ quý báu của tất cả mọi người là nguồn động lực để tôi hoàn thành luận văn này. Tôi xin chân thành cảm ơn!

Hà Nội, ngày 16 tháng 06 năm 2026

Tác giả



Nguyễn Minh Anh

MỤC LỤC

LỜI CAM ĐOAN	i
LỜI CẢM ƠN.....	ii
MỤC LỤC	iii
DANH MỤC KÝ HIỆU, CHỮ VIẾT TẮT	vi
DANH MỤC CÁC BẢNG	vii
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	viii
MỞ ĐẦU.....	1
CHƯƠNG I: TỔNG QUAN NGHIÊN CỨU	2
1.1. Tổng quan về nhựa polyether sulfone (PES).....	2
1.1.1. Tính chất vật lý và hóa học.....	2
1.1.2. Thị trường nhựa PES	4
1.1.3. Ứng dụng của nhựa PES và nhựa PES gia cường:	5
1.1.4. Ưu, nhược điểm của nhựa PES.....	6
1.2. Phụ gia biến tính nhựa PES	7
1.2.1. Sợi thủy tinh.....	7
1.2.2. Sợi dứa dại	10
1.2.3. Các phương pháp biến tính sợi	11
1.3. Tình hình nghiên cứu về composite PES gia cường phụ gia sợi thủy tinh, sợi lá dứa	17
1.3.1. Tình hình nghiên cứu composite PES gia cường sợi thủy tinh	17
1.3.2. Tình hình nghiên cứu composite PES gia cường sợi dứa dại.....	19
1.3.3. Tình hình nghiên cứu trong nước	19
CHƯƠNG 2: ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU	22
2.1. Hoá chất và thiết bị.....	22

2.1.1. Hoá chất.....	22
2.1.2. Dụng cụ và thiết bị	22
2.2. Phương pháp tiến hành.....	23
2.2.1. Nghiên cứu biến tính sợi thủy tinh bằng tác nhân silan	23
2.2.2. Nghiên cứu biến tính sợi đura đại bằng tác nhân silan.....	23
2.2.3. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi thủy tinh silan hóa	24
2.2.4. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi đura đại silan hóa	24
2.3. Các phương pháp phân tích, đánh giá	25
2.3.1. Tính chất cơ lý.....	25
2.3.2. Hình thái học bề mặt (SEM).....	26
2.3.3. Góc tiếp xúc.....	26
2.3.4. Phổ hồng ngoại FT-IR.....	26
2.3.5. Phân tích nhiệt trọng lượng (TGA)	27
2.3.6. Độ bền cách điện.....	27
CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	28
3.1. Nghiên cứu biến tính sợi thủy tinh bằng tác nhân silan	28
3.1.1. Hình thái học bề mặt của sợi thủy tinh.....	28
3.1.2. Phổ hồng ngoại (FTIR) của sợi thủy tinh.....	29
3.1.3. Góc tiếp xúc của sợi thủy tinh.....	31
3.2. Nghiên cứu biến tính sợi đura đại bằng tác nhân silan.....	32
3.2.1. Tính chất cơ học của sợi đura đại	32
3.2.2. Hình thái học bề mặt của sợi đura đại	34
3.2.3. Phổ hồng ngoại (FTIR) của sợi đura đại	35
3.2.4. Góc tiếp xúc của sợi đura đại	37

3.3. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi thủy tinh silan hóa	38
3.3.1. Tính chất cơ lý của composite PES/sợi thủy tinh.....	38
3.3.2. Hình thái học bề mặt gãy của composite PES/sợi thủy tinh	39
3.3.3. Phổ hồng ngoại (FTIR) của composite PES/sợi thủy tinh	41
3.3.4. Phân tích nhiệt trọng lượng của composite PES/sợi thủy tinh	42
3.3.5. Độ bền cách điện của composite PES/sợi thủy tinh	44
3.4. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi đũa đại silan hóa	44
3.4.1. Tính chất cơ lý của composite PES/sợi đũa đại	44
3.4.2. Hình thái học bề mặt gãy của composite PES/sợi đũa đại.....	45
3.4.3. Phổ hồng ngoại (FTIR) của composite PES/sợi đũa đại.....	47
3.4.4. Phân tích nhiệt trọng lượng của composite PES/sợi đũa đại	48
3.4.5. Độ bền cách điện của composite PES/sợi đũa đại	49
KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ	51
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	53

DANH MỤC KÝ HIỆU, CHỮ VIẾT TẮT

Chữ viết tắt	Tiếng Anh	Tiếng Việt
APTES	3-Aminopropyltriethoxysilane	
APS	γ -Aminopropyl trimethoxysilane	
FTIR	Fourier Transform Infrared	Phổ hồng ngoại
GF	Glass Fiber	Sợi thủy tinh
GFS		Sợi thủy tinh biến tính silane
GPS	γ -Glycidoxypropyltrimethoxysilane	
IFSS	Interfacial Shear Strength	Độ bền bám dính
PES	Polyether sulfone	
PTMS	Propyl trimethoxysilane	
SD		Sợi dứa dại
SDS		Sợi dứa dại biến tính silane
SEM	Scanning Electron Microscopy	Kính hiển vi điện tử quét
STT		Số thứ tự
TGA	Thermogravimetric Analysis	Phân tích nhiệt trọng lượng
TLTK		Tài liệu tham khảo

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1 Một số tính chất vật lý của nhựa PES.....	3
Bảng 1.2. Thông số của một số composit thương mại trên cơ sở nhựa PES	4
Bảng 1.3. Tính chất các loại sợi thủy tinh.....	9
Bảng 2.1. Đơn phối liệu chế tạo composite PES/ sợi thủy tinh	24
Bảng 2.2. Định lượng các mẫu nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi dứa đại silane hóa.....	25
Bảng 3.1. Tính chất cơ lý của các mẫu composite PES/sợi thủy tinh.....	38
Bảng 3.2. Tính chất cơ lý của các mẫu nhựa PES gia cường sợi dứa đại silane hóa	45

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Cấu trúc phân tử của nhựa polysulfone (PSU).....	2
Hình 1.2. Cấu trúc phân tử của nhựa polyether sulfone (PES).....	2
Hình 1.3. Cấu trúc phân tử của nhựa polyphenylene sulfone (PPSU).....	2
Hình 1.4. Dự báo tốc độ tăng trưởng thị trường nhựa polysulfone giai đoạn 2024-2033.....	5
Hình 1.5. Hình ảnh sợi thủy tinh.....	8
Hình 1.6. Hình ảnh cây dừa dại và sợi lá dừa.....	11
Hình 1.7. Phản ứng silane hóa và pha trung gian polymer/siloxane/sợi thủy tinh ...	14
Hình 1.8. Cơ chế tương tác sợi tự nhiên và silane.....	16
Hình 2.1. Mẫu vật liệu đo tính chất cơ lý.....	25
Hình 3.1. Ảnh SEM của GF chưa biến tính và GF biến tính với 1, 3, 5, 7% APTES (GFS1, GFS3, GFS5, GFS7).....	28
Hình 3.2. Phản ứng ngưng tụ giữa các nhóm silanol của APTES và với nhóm hydroxyl của sợi thủy tinh [38].....	29
Hình 3.3. Phổ FTIR của sợi thủy tinh trước và sau biến tính.....	30
Hình 3.4. Góc tiếp xúc của sợi thủy tinh và sợi thủy tinh biến tính silane.....	31
Hình 3.5. Độ bền kéo đứt của sợi dừa dại trước và sau khi biến tính APTES.....	32
Hình 3.6. Độ giãn dài khi đứt của sợi dừa dại trước và sau khi biến tính APTES ...	33
Hình 3.7. Hình thái học bề mặt của sợi dừa dại trước và sau khi xử lý bằng APTES với các hàm lượng 3, 5, 7, 9% (SDS3, SDS5, SDS7, SDS9).....	34
Hình 3.8. Sơ đồ phản ứng giữa silane APTES và sợi dừa dại [31].....	35
Hình 3.9. Phổ FTIR của các mẫu sợi dừa dại và sợi dừa dại biến tính.....	36
Hình 3.10. Góc tiếp xúc của sợi dừa dại trước và sau biến tính silane.....	37
Hình 3.11. Ảnh SEM bề mặt gãy của composite PES/sợi thủy tinh.....	40
Hình 3.12. Sơ đồ tương tác giữa sợi thủy tinh chưa biến tính và sợi thủy tinh biến tính bằng silane APTES với nền nhựa PES [38].....	41
Hình 3.13. Phổ hồng ngoại của composite PES/sợi thủy tinh.....	42
Hình 3.14. Giảm đồ TGA của các mẫu PES/sợi thủy tinh.....	43
Hình 3.15. Độ bền cách điện của composite PES/sợi thủy tinh.....	44
Hình 3.16. Ảnh SEM bề mặt gãy của các mẫu PES biến tính sợi dừa dại.....	46
Hình 3.17. Phổ hồng ngoại của các mẫu composite PES/sợi dừa dại.....	47
Hình 3.18. Giảm đồ nhiệt TGA của các mẫu composite PES/sợi dừa dại.....	48
Hình 3.19. Độ bền cách điện của các mẫu composite PES/sợi dừa dại.....	49

MỞ ĐẦU

Trong bối cảnh phát triển mạnh mẽ của các ngành công nghiệp điện – điện tử, nhu cầu về các vật liệu polymer kỹ thuật có khả năng chịu nhiệt cao, ổn định cơ học và đặc biệt là có tính cách điện tốt ngày càng trở nên cấp thiết. Polyether sulfone (PES) là một trong những loại nhựa kỹ thuật cao nổi bật với các ưu điểm như độ bền cơ học cao, khả năng chịu nhiệt tốt, kháng hóa chất và tính ổn định kích thước ở nhiệt độ cao. Tuy nhiên, nhựa PES nguyên sinh vẫn tồn tại một số hạn chế như khả năng chống nứt ứng suất kém [1] và độ bền cơ học chưa đáp ứng được các yêu cầu khắt khe trong một số ứng dụng kỹ thuật cao.

Trong những năm gần đây, việc gia cường nhựa PES bằng các loại sợi như sợi thủy tinh và sợi tự nhiên $^{\circ}\text{C}$ $^{\circ}\text{Cn}$ đã được nhiều nhà khoa học quan tâm nhằm cải thiện tính chất cơ học, nhiệt và điện của vật liệu. Sợi thủy tinh có ưu điểm về độ bền cao và khả năng cách điện tốt, trong khi sợi đura đại là nguồn nguyên liệu tự nhiên dồi dào, thân thiện môi trường và có tiềm năng ứng dụng trong vật liệu composite. Tuy nhiên, sự khác biệt về tính chất bề mặt giữa sợi và nền polymer thường dẫn đến khả năng tương hợp kém, làm hạn chế hiệu quả gia cường.

Do đó, việc sử dụng các tác nhân ghép nối như silane để biến tính bề mặt sợi nhằm tăng cường tương tác liên pha giữa sợi và nền PES là hướng nghiên cứu có ý nghĩa khoa học và thực tiễn. Xuất phát từ những vấn đề trên luận văn: ***“Nghiên cứu biến tính nhựa polyether sulfone (PES) định hướng ứng dụng làm vật liệu cách điện”*** được thực hiện với mục tiêu khảo sát, đánh giá ảnh hưởng của các phương pháp biến tính đến cấu trúc, tính chất của nhựa PES.

Mục đích nghiên cứu

- Biến tính được nhựa PES với các phụ gia gia cường (sợi thủy tinh, sợi đura đại).
- Nghiên cứu được các tính chất của nhựa PES biến tính.

Nội dung nghiên cứu

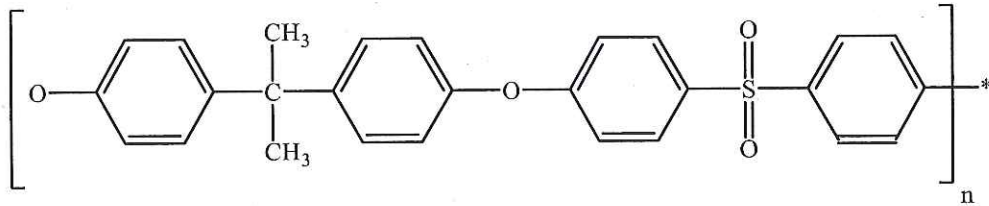
- Nội dung 1 : Nghiên cứu biến tính sợi thủy tinh bằng tác nhân silan
- Nội dung 2 : Nghiên cứu biến tính sợi đura đại bằng tác nhân silan
- Nội dung 3 : Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi thủy tinh silan hóa
- Nội dung 4 : Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi đura đại silan hóa
- Nội dung 5 : Đánh giá tính chất điện của nhựa PES biến tính

CHƯƠNG I: TỔNG QUAN NGHIÊN CỨU

1.1. Tổng quan về nhựa polyether sulfone (PES)

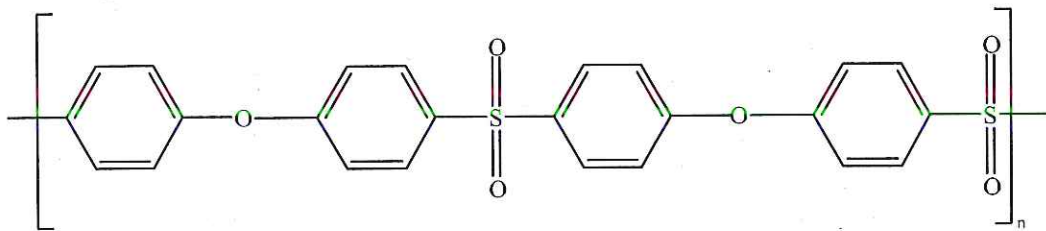
Nhựa polysulfone được phát triển vào những năm 1960, là một loại nhựa kỹ thuật nhiệt dẻo chịu nhiệt độ cao và có thể được sử dụng ở nhiệt độ cao trong một thời gian dài. Nhựa polysulfone có ba loại chính:

Polysulfone (PSU): Nhựa nhiệt dẻo có màu hổ phách trong suốt, khả năng chịu nhiệt cao, kháng hóa chất tốt và độ bền cơ học cao.



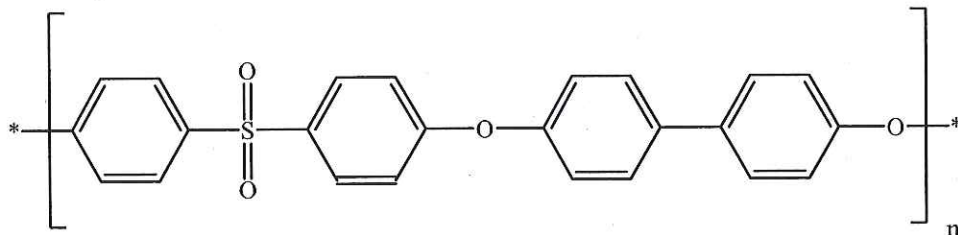
Hình 1.1. Cấu trúc phân tử của nhựa polysulfone (PSU)

Polyether sulfone (PES): Nhựa nhiệt dẻo có độ trong suốt thấp hơn so với PSU, nhưng có khả năng chịu nhiệt cao hơn và kháng hóa chất tốt hơn.



Hình 1.2. Cấu trúc phân tử của nhựa polyether sulfone (PES)

Polyphenylene sulfone (PPSU): Nhựa nhiệt dẻo có độ bền, khả năng chịu nhiệt và kháng hóa chất cao nhất trong họ polysulfone, nhưng giá thành cao.



Hình 1.3. Cấu trúc phân tử của nhựa polyphenylene sulfone (PPSU)

1.1.1. Tính chất vật lý và hóa học

Đặc trưng tính chất nhựa PES: Polyether sulfone (có tên khoa học 4,4'-sulfonyldiphenol, poly (oxy-1,4- phenylenesulfonyl-1,4-phenylene, poly(oxy-p-phenylsulfonyl-p-phenylene) là một loại nhựa kỹ thuật bao gồm nhiều nhóm phenyl, ether (-O-) và nhóm sulfone (-SO₂-).

Các tính chất của PES chịu ảnh hưởng bởi cấu trúc hóa học của chúng. Các

hợp chất polysulfone thơm thường có độ ổn định hóa học cao chống lại sự thủy phân vì chúng chứa các vòng thơm liên kết thông qua cầu ether và nhóm sulfone nên tương đối trơ về mặt hóa học. Nhóm sulfone có độ phân cực mạnh, tạo hiệu ứng hút electron khỏi hệ vòng thơm, từ đó làm tăng mật độ liên kết π và hạn chế chuyển động xoay tự do quanh trục C-S. Cấu trúc này tạo nên sự kết hợp giữa độ cứng cao, nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g) cao, ổn định nhiệt và khả năng gia công tốt [1]. Trạng thái số oxy hóa của nguyên tử lưu huỳnh cao và yếu tố cộng hưởng thông qua vòng thơm và nhóm sulfone làm tăng khả năng chống oxy hóa cho nhựa PES, giúp cho PES hoạt động ổn định ở nhiệt độ 150–190 °C trong thời gian dài mà không bị suy giảm tính chất [1]. Mặt khác, liên kết ether tạo độ linh động cho chuỗi polymer giúp cải thiện đặc tính lưu biến ở trạng thái nóng chảy. Nhờ đó, PES có thể được gia công ở nhiệt độ cao bằng các phương pháp ép phun (335 °C) hoặc ép đùn (280–320 °C) mà không xảy ra hiện tượng gel hóa hay phân hủy nghiêm trọng [2]. Cấu trúc tuyến tính, không phân nhánh với các đơn vị vòng thơm liên kết theo hướng para (tức các nhóm thế nằm ở vị trí đối xứng 1,4 trên vòng benzene) giúp tối ưu hóa khả năng dòng chảy của polymer, đồng thời nâng cao độ bền cơ học và duy trì sự đồng nhất cũng như độ trong của sản phẩm sau gia công.

Tính chất vật lý của PES được trình bày trong bảng sau [3]:

Bảng 1.1 Một số tính chất vật lý của nhựa PES

STT	Tính chất	Đơn vị	Giá trị
1	Tỷ trọng		1,37
2	Độ truyền sáng	%	70
3	Độ hấp thụ hơi nước	%	2
4	Nhiệt độ thủy tinh hóa	°C	220
5	HDT (1,8 MPa hoặc 264 psi)	°C	195 - 210
6	Nhiệt độ nóng chảy	°C	215
7	Độ bền kéo đứt	MPa	75 - 85
8	Độ giãn dài khi đứt	%	30-90
9	Modul uốn	GPa	2,9
10	Độ bền va đập ở 23 °C	kJ/m ²	60 - 85
11	Nhiệt độ gia công	°C	345 - 385

Bảng 1.2. Thông số của một số composit thương mại trên cơ sở nhựa PES

STT	Tính chất	Đơn vị	Ultrason E1010 (BASF)	Ultrason E2010 (BASF)	Ultrason E3010 (BASF)	RTP 1400 (RTP Co.)	RTP 1401 (RTP Co.)
1	Tỷ trọng		1,37	1,38	1,37	1,37	1,44
2	Modul Young ở 23 °C	MPa	2650	2650		2689	4137
3	Độ bền va đập Izod ở - 30 °C	kJ/m ²	7	7,5	8		
4	Độ bền va đập Izod ở 23 °C	kJ/m ²	6,5	7	8		
5	Độ bền va đập Charpy ở 30 °C	kJ/m ²	7	7,5			
6	Độ bền va đập Charpy ở 23 °C	kJ/m ²	6,5	7			
7	HDT	°C	203	205	207		
8	Hằng số điện môi (100 Hz)		3,9	3,9			
9	Hằng số điện môi (1 MHz)		3,8	3,8		3,5	
10	Hệ số tản nhiệt (100 Hz)		17	17	17		
11	Hệ số tản nhiệt (1 MHz)		140	140	140		
12	Độ bền điện môi	KV/mm	37	37			
13	Đặc tính cháy	UL-94	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0
14	Độ bền kéo đứt	MPa				83	97
15	Độ giãn dài khi đứt	%				30	3,5,0

1.1.2. Thị trường nhựa PES

Thị trường nhựa poly(ether sulfone) (PES) đang có xu hướng tăng trưởng ổn

định và được dự báo sẽ mở rộng đáng kể trong thập kỷ tới nhờ vào nhu cầu ngày càng cao trong các ngành công nghiệp kỹ thuật cao. Theo công bố của Market Research Intellect, thị trường nhựa PES đạt 1,2 tỷ đô la Mỹ vào năm 2024 và có thể tăng lên 2,0 tỷ đô la Mỹ vào năm 2033, với tốc độ tăng trưởng kép hàng năm (CAGR) là 7,5% từ năm 2026–2033. Sự tăng trưởng này chủ yếu được thúc đẩy bởi các ứng dụng đòi hỏi hiệu suất cao như điện – điện tử, công nghiệp ô tô, thiết bị y tế, hàng không và đặc biệt là công nghệ màng lọc. [4]



Hình 1.4. Dự báo tốc độ tăng trưởng thị trường nhựa polysulfone giai đoạn 2024-2033

Về mặt địa lý, khu vực châu Á – Thái Bình Dương đóng vai trò trung tâm trong cả sản xuất và tiêu thụ PES, với sự dẫn đầu của các quốc gia như Trung Quốc, Nhật Bản và Hàn Quốc. Bắc Mỹ và châu Âu cũng là những thị trường lớn, chủ yếu tập trung vào các ứng dụng có yêu cầu kỹ thuật khắt khe như vật liệu cách điện, linh kiện hàng không và thiết bị y tế. Trong khi đó, các sản phẩm PES đang được phát triển theo hướng đa dạng hóa: từ PES thuần dạng nhựa kỹ thuật cho đến các loại gia cường bằng sợi thủy tinh hoặc nano silica nhằm nâng cao độ bền, khả năng chịu nhiệt và chống biến dạng. Các nhà sản xuất lớn hiện nay bao gồm BASF (Đức), Sumitomo (Nhật Bản), Solvay (Bỉ) và Louyang Tongrun (Trung Quốc) [4].

Với đặc tính nổi bật về độ bền nhiệt, khả năng chịu hóa chất và độ ổn định cơ học, cùng với xu hướng thay thế vật liệu kim loại và nhựa nhiệt rắn trong nhiều lĩnh vực, PES được dự báo sẽ tiếp tục là một trong những vật liệu nền chiến lược trong ngành vật liệu polymer hiệu suất cao trong giai đoạn tới.

1.1.3. Ứng dụng của nhựa PES và nhựa PES gia cường:

Nhựa PES được ứng dụng rất rộng rãi và đa dạng bao gồm các lĩnh vực như ô tô, hàng không vũ trụ, điện tử, y tế, công nghiệp và các lĩnh vực khác nhờ các đặc tính nổi bật của nó.

Ngành công nghiệp vận tải, bao gồm cả ô tô và hàng không vũ trụ, là một trong

những ngành tiêu thụ chính nhựa PES. Điều này là do các đặc tính ưu việt của vật liệu như trọng lượng nhẹ, độ bền và khả năng chống chịu các điều kiện môi trường khắc nghiệt. Khi ngành công nghiệp vận tải phát triển cùng với những tiến bộ trong xe điện và máy bay tiết kiệm nhiên liệu, nhu cầu về nhựa PES dự kiến sẽ tăng vọt, hỗ trợ ngành này chuyển dịch sang các giải pháp bền vững và sáng tạo. [5]

Ngành y tế, nhựa PES mang lại nhiều triển vọng ứng dụng nhờ tính tương thích sinh học và khả năng chịu tiệt trùng bằng hơi nước nhiều lần. Vật liệu này được sử dụng ngày càng nhiều trong các khay tiệt trùng y tế tái sử dụng, màng lọc dùng trong thiết bị lọc máu và nhiều linh kiện thiết bị y tế quan trọng khác. Cùng với xu hướng mở rộng hệ thống y tế toàn cầu, thúc đẩy bởi tiến bộ công nghệ và tăng cường đầu tư y tế, vai trò của PES trong lĩnh vực chăm sóc sức khỏe dự kiến sẽ tiếp tục phát triển, góp phần mở rộng thị trường vật liệu này. [5]

Ngành điện, nhựa PES và nhựa PES gia cường có các đặc tính tốt về hằng số điện môi và hệ số tiêu tán điện môi. Những đặc tính tuyệt vời này của nhựa PES này được duy trì trong một phạm vi nhiệt độ rộng từ nhiệt độ thấp đến gần nhiệt độ thủy tinh hóa (T_g). Hệ số tiêu tán điện môi của PES ổn định ở giá trị thấp 0,002 trong một nhiệt độ từ 20 đến 225 °C. Hơn nữa, ở tần số thấp ở mức khoảng 0,003 đến 0,004 ở 105 Hz hằng số điện môi của PES gần như không đổi cho đến vùng lân cận T_g . Vì vậy, PES có những đặc tính điện tốt ở nhiệt độ cao phạm vi và khả năng chịu nhiệt phù hợp nhất cho các ứng dụng điện. [5]

Trong lĩnh vực điện, điện tử, do nhiệt độ sử dụng của PES lên tới 180 °C và khả năng chống cháy tốt (đạt V-0 theo tiêu chuẩn UL-94) nên PES đã được sử dụng nhiều trong các thiết bị, bộ phận điện như: cuộn dây, bảng mạch in có cấu trúc không gian hai chiều và ba chiều, ổ cắm chiếu sáng, cầu chì, các bộ phận công tắc, đế đui đèn, vỏ pin, ắc quy, khuôn mỏng tụ điện và các thiết bị điện khác yêu cầu độ ổn định về nhiệt và kích thước.

1.1.4. Ưu, nhược điểm của nhựa PES

➤ Ưu điểm

+ Tính chất cơ học cao: Nhựa PES là polymer kỹ thuật có độ bền, độ cứng và khả năng chịu va đập tốt, vượt trội so với nhiều loại nhựa thông thường. Đặc biệt, các tính chất cơ học như mô đun kéo và khả năng chống rão được duy trì tốt ngay cả ở nhiệt độ cao. Trong thực tế, để tăng thêm độ bền và độ cứng PES thường được gia cường bằng sợi thủy tinh[7].

+ PES ít tạo khói nhất trong số các loại nhựa [6].

+ Khả năng chống va đập tốt: PES có độ bền va đập cao, tương đương với nhựa polycarbonate (PC).

+ Tính chất điện tốt dù ngay ở nhiệt độ cao.

+ Chịu nhiệt tốt [6]: PES có khả năng chịu nhiệt cao hơn PSU, với nhiệt độ thủy tinh hóa (T_g) là 225°C , nhiệt độ biến dạng nhiệt (HDT) là 203°C và nhiệt độ UL là 180°C . Vật liệu có độ ổn định kích thước và chống rão tốt ở nhiệt độ cao. Theo tài liệu kỹ thuật của hãng Sumitomo Chemical polyethersulfone (PES) có khả năng chịu nhiệt dài hạn, các đặc tính điện và đặc tính cơ học giảm một nửa giá trị ban đầu sau 100.000 giờ ở nhiệt độ 180°C .

+ Cách nhiệt tốt: PES có khả năng cách nhiệt tốt, duy trì tính ổn định ở nhiệt độ lên tới khoảng 200°C .

+ Hạt nhựa trong suốt.

+ Chống cháy tốt [6].

+ Khả năng kháng hóa chất tốt: Chịu được xăng, dầu động cơ, dầu bôi trơn, freon và chất tẩy rửa. PES có khả năng kháng dung môi rất tốt trong nhóm nhựa vô định hình, nhưng dễ bị hòa tan trong dung môi phân cực như cloroform và acetone.

+ Khả năng xử lý, gia công dễ vì độ ổn định nhiệt cao [2].

+ PES có nhiệt độ sử dụng rộng -100°C đến $+200^\circ\text{C}$ nên được ứng dụng sản xuất các thiết bị điện.

+ Chống thủy phân: PES có khả năng chịu nước nóng và hơi nước tốt ($150-160^\circ\text{C}$) và ngay cả ở nhiệt độ cao vẫn không bị ăn mòn bởi axit và bazơ.

Nhờ những ưu điểm trên PES được ứng dụng trong các ngành công nghiệp điện/ điện tử (bản mạch, đế đèn công suất cao, ổ cắm chiếu sáng, cầu chì [2] ...), hàng không vũ trụ, giao thông (đèn sương mù trên oto, ...), y tế (tấm chắn mặt an toàn, thiết bị y tế, màng lọc máu...), các bộ phận bảo vệ máy/ chi tiết máy, các vật liệu lọc, màng lọc, các vật liệu sinh học [6].

Tuy nhiên, nhựa PES có nhược điểm là chịu thời tiết và khả năng chống nứt ứng suất kém [1], nên để ứng dụng được trong công nghiệp đòi hỏi yêu cầu cao về tính chất cơ học, nhựa PES cần được gia cường để đáp ứng yêu cầu cho các ứng dụng kỹ thuật cao này. Hiện nay đã có nhiều nghiên cứu đã tập trung vào việc gia cường vật liệu bằng các loại sợi (sợi thủy tinh, sợi lá dừa đại, ...) hoặc chất độn nhằm nâng cao độ bền cơ học và độ ổn định nhiệt của polymer.

1.2. Phụ gia biến tính nhựa PES

1.2.1. Sợi thủy tinh

Sợi thủy tinh là loại sợi vô cơ được sản xuất từ các hợp chất như silica (SiO_2), aluminium oxide (Al_2O_3), calcium oxide (CaO) và một số thành phần khác ở nhiệt độ cao. Nhờ có các đặc tính ưu việt như độ bền cơ học cao, kháng ăn mòn, chịu nhiệt tốt và giá thành hợp lý, sợi thủy tinh đã trở thành một vật liệu gia cường phổ biến trong

các hệ composit nền polymer.

Sợi thủy tinh được phát minh bởi René Ferchault de Réaumur vào đầu thế kỷ XVII, tuy nhiên việc sản xuất quy mô lớn chỉ bắt đầu từ cuối thế kỷ XVIII. Trong một thời gian dài, hạn chế về công nghệ khiến việc kéo và dệt các sợi thủy tinh mảnh như sợi dệt chưa khả thi, do đó vật liệu này chưa được ứng dụng rộng rãi. Đến năm 1935, khi công nghệ kéo sợi thủy tinh thành dạng sợi liên tục (yarn) được phát triển bởi các công ty công nghiệp, sợi thủy tinh mới thực sự được chú ý như một vật liệu composite. Năm 1942, vật liệu composite gia cường sợi thủy tinh lần đầu tiên được ứng dụng trong ngành hàng không, đánh dấu bước ngoặt quan trọng trong quá trình phát triển. Từ sau thập niên 1950–1960, cùng với sự tiến bộ của công nghệ sản xuất, sợi thủy tinh nhanh chóng trở thành vật liệu quan trọng trong nhiều lĩnh vực như xây dựng, dệt may, ô tô, hàng không và cả quốc phòng [8].



Hình 1.5. Hình ảnh sợi thủy tinh

Sợi thủy tinh được chia thành nhiều loại như E-glass (thủy tinh cách điện), S-glass (thủy tinh cơ cấu), C-glass (thủy tinh kháng hóa chất), AR-glass (thủy tinh chống kiềm), D-glass (thủy tinh điện môi), ... trong đó sợi E-glass là loại được sử dụng phổ biến nhất trong công nghiệp nhờ khả năng cách điện tốt và tính chất cơ học ổn định. Tùy thuộc vào hình dạng và kích thước, sợi thủy tinh có thể được sử dụng ở dạng sợi liên tục, sợi ngắn, hoặc dạng mat, woven roving, ... Trong công nghệ vật liệu polymer composit, sợi thủy tinh ngắn được dùng phổ biến nhờ khả năng dễ pha trộn, tạo hình linh hoạt và cải thiện đáng kể tính chất cơ học của vật liệu nền như độ bền kéo, độ bền va đập và độ cứng. Tuy nhiên, một trong những hạn chế lớn nhất của sợi thủy tinh là khả năng tương tác yếu với nền polymer do sự khác biệt về bản chất hóa học. Bề mặt sợi thủy tinh có nhiều nhóm hydroxyl ($-OH$) phân cực, trong khi hầu hết polymer nhiệt dẻo hoặc nhiệt rắn đều có bản chất kỵ nước, dẫn đến tương hợp kém tại vùng giao diện và làm giảm hiệu quả gia cường [8].

➤ **Tính chất của sợi thủy tinh:**

Bảng 1.3. Tính chất các loại sợi thủy tinh

Loại sợi	Đặc tính
Sợi thủy tinh A	Là loại thủy tinh kiềm – vôi hoặc soda – vôi. Đặc trưng của loại này là tính kiềm cao, dễ vỡ.
Sợi thủy tinh C	Kháng hóa chất tốt, đặc biệt trong môi trường axit và kiềm, thường dùng cho các ứng dụng chống ăn mòn.
Sợi thủy tinh D	Hằng số điện môi thấp phù hợp cho các ứng dụng điện - điện tử và cáp quang.
Sợi thủy tinh E	Phổ biến nhất, tính chất cơ học và điện tốt, được sử dụng rộng rãi trong vật liệu composite (GFRP)
Sợi thủy tinh M	Mô đun đàn hồi cao, dùng cho các ứng dụng yêu cầu độ cứng lớn.
Sợi thủy tinh S	Sợi hiệu suất cao với hàm lượng SiO ₂ lớn, có độ bền cơ học và khả năng chịu nhiệt vượt trội.

+ **Tính chất nhiệt:** Sợi thủy tinh là vật liệu vô định hình, không cháy và có khả năng chịu nhiệt tốt (T_g khoảng 600°C). Tuy nhiên, độ bền kéo giảm khi nhiệt độ tăng và giảm mạnh khi xử lý lâu ở nhiệt độ cao.

+ **Độ bền tương đối cao:** Vật liệu giòn, bền kéo cao (có thể >1000 MPa) khi bề mặt càng bị xước độ bền càng giảm. Do độ ẩm dễ bị hấp thu qua các vết nứt trên bề mặt điều này sẽ làm giảm độ bền của sản phẩm đi rất nhiều [9].

+ **Kích thước ổn định:** Sợi có hệ số giãn nở nhiệt nhỏ nên ít bị co giãn khi tiếp xúc với nhiệt.

+ **Sợi thủy tinh có khả năng kết hợp tốt với các vật liệu nền, đặc biệt là polymer, để tạo thành vật liệu composite có tính chất vượt trội.** Sợi thủy tinh thường được sử dụng làm pha gia cường cho nhựa (GFRP) hoặc cho vật liệu vô cơ như xi măng, giúp nâng cao độ bền cơ học và độ ổn định của vật liệu [10].

+ **Khả năng chống cháy:** Vật liệu không bắt lửa và cũng không dẫn lửa (hệ thống điện ô tô, nguồn cung cấp điện).

+ **Tính kháng hóa chất:** Sợi thủy tinh có khả năng chống ăn mòn tốt với hầu hết các môi trường, trừ axit HF.

+ **Tính chất điện:** Sợi thủy tinh có tính cách điện rất tốt (điện trở suất cao khoảng 10^{11} – 10^{18} Ω·cm, hệ số dẫn nhiệt thấp), được sử dụng rộng rãi trong vật liệu cách điện [8].

➤ Ứng dụng của sợi thủy tinh [12-13]:

Sợi thủy tinh được ứng dụng rộng rãi trong nhiều lĩnh vực nhờ tính chất cơ học, cách nhiệt, cách điện và kháng hóa chất tốt:

+ Trong đời sống: Sợi thủy tinh được sử dụng làm vật liệu gia cường cho nhựa để sản xuất các sản phẩm gia dụng như bàn ghế, đồ trang trí. Ngoài ra, nó còn được dùng trong sàn nhựa nhằm tăng độ bền và khả năng chống thấm nước. Vật liệu này cũng được ứng dụng làm tấm cách âm, cách nhiệt trong nhà ở và văn phòng, cũng như trong các sản phẩm bao bì, tấm lọc và lớp phủ chống ăn mòn.

+ Trong công nghiệp: Sợi thủy tinh được dùng làm lưới băng tải chống trượt trong công nghiệp thực phẩm và đồ uống. Nhờ khả năng kháng hóa chất, vật liệu này còn được sử dụng trong môi trường axit, kiềm. Ngoài ra, sợi thủy tinh được dùng để gia cường các chi tiết trong ô tô, tàu thuyền, máy bay và các thiết bị công nghiệp. Đặc biệt, nó còn được ứng dụng trong cáp quang và hệ thống điện nhờ khả năng cách điện và truyền tín hiệu tốt.

+ Trong xây dựng: được sử dụng để sản xuất gioăng cách nhiệt, gia cường bê tông, xử lý các vết nứt và làm vật liệu phủ chống cháy. Ngoài ra, nó còn được dùng trong các cấu kiện như tấm lọc, vách ngăn và cửa sổ sợi thủy tinh.

+ Các ứng dụng khác: Sử dụng trong tháp làm mát, thiết bị y tế (chất bó bột, ống nội soi), bể cá, các tấm lọc, dụng cụ thể thao và nhiều sản phẩm kỹ thuật khác.

1.2.2. Sợi dừa dại

Sợi cây dừa dại (*Pandanus odorifer* hay *Pandanus odoratissimus*) là loại sợi lignocellulose tự nhiên được lấy từ lá cây *Pandanus odorifer* - một loài thực vật có hoa trong họ Dừa dại tại Việt Nam chúng mọc thành bụi, ở đồng bằng, ven biển, vùng nước mặn, đất cát.

Sợi dừa dại thuộc nhóm sợi tự nhiên lignocellulose với thành phần chủ yếu gồm cellulose, hemicellulose và lignin, trong đó cellulose chiếm tỷ lệ cao nhất quyết định độ bền cơ học của sợi. Sợi thường được sử dụng truyền thống trong dệt chiếu, làm dây thừng, thủ công mỹ nghệ. Gần đây chúng được nghiên cứu ứng dụng làm chất gia cường composite để thay thế một phần nhựa nguyên sinh nhằm cải thiện đặc tính cơ học. Sợi lá dừa có khối lượng riêng thấp, giúp giảm trọng lượng vật liệu và tăng độ cứng nếu được xử lý phù hợp. Đồng thời, sợi lá dừa có nguồn gốc tự nhiên, thân thiện môi trường và giá thành thấp. Tuy nhiên, nhược điểm lớn của nó là tính ưa nước, dễ hút ẩm, làm giảm độ ổn định cơ học và khó tương thích với các nền nhựa kỵ nước như PES.



Hình 1.6. Hình ảnh cây dứa dại và sợi lá dứa

1.2.3. Các phương pháp biến tính sợi

Trong vật liệu composite polymer, tính chất của vật liệu không chỉ phụ thuộc vào bản thân polymer nền và sợi gia cường mà còn phụ thuộc mạnh vào tương tác tại vùng liên pha giữa sợi và polymer. Vùng liên pha này đóng vai trò quan trọng trong việc truyền ứng suất từ polymer nền sang sợi gia cường, từ đó quyết định đến các tính chất cơ học, nhiệt và độ bền của vật liệu composite.

Tuy nhiên, trong nhiều hệ composite polymer, đặc biệt là các hệ polymer nhiệt dẻo gia cường sợi vô cơ hoặc sợi tự nhiên, sự tương hợp giữa sợi và polymer nền thường không cao. Nguyên nhân chủ yếu là do sự khác biệt về bản chất hóa học và năng lượng bề mặt của hai pha vật liệu. Ví dụ, bề mặt của sợi thủy tinh có tính phân cực cao do chứa nhiều nhóm hydroxyl (-OH), trong khi nhiều polymer nhiệt dẻo lại có tính kỵ nước. Tương tự, các sợi tự nhiên có thành phần lignocellulose thường chứa nhiều nhóm hydroxyl nên có tính ưa hút ẩm mạnh nên làm trương nở sợi, dẫn đến tương thích kém với nền nhựa. Sự tương hợp kém này làm giảm độ bám dính liên pha, gây ra hiện tượng tách pha, nứt vỡ mẫu composite và làm giảm tính cơ học. Chính vì vậy, cần tách các tạp chất và làm giảm nhóm OH- có trong sợi để làm giảm tính hút ẩm cũng như tăng tính tương thích với nền nhựa

Để cải thiện sự tương tác giữa sợi và polymer nền, nhiều phương pháp biến tính bề mặt sợi đã được nghiên cứu và áp dụng. Các phương pháp phổ biến bao gồm xử lý kiềm, xử lý plasma, sử dụng các tác nhân ghép nối (coupling agents) và phủ lớp trung gian trên bề mặt sợi.

Do đó, việc biến tính bề mặt sợi gia cường nhằm cải thiện sự tương hợp giữa sợi và polymer nền là một hướng nghiên cứu quan trọng. Các phương pháp biến tính thường được sử dụng bao gồm biến đổi vật lý (xử lý corona - oxy hoá bề mặt dẫn đến thay đổi năng lượng bề mặt sợi, plasma - thay đổi bề mặt vật liệu) và hoá học (Kiềm hoá, silane hoá, benzoyl hoá, acetyl hoá, xử lý bằng peroxide

1.2.3.1. Phương pháp biến đổi vật lý

Phương pháp biến tính vật lý sử dụng năng lượng từ plasma, ozone, UV hoặc điện corona để kích hoạt bề mặt sợi thủy tinh mà không làm thay đổi cấu trúc hóa học sâu bên trong. Những kỹ thuật này tạo ra các nhóm chức phân cực ($-OH$, $-COOH$, $-C=O$) trên bề mặt sợi, từ đó tăng năng lượng bề mặt và cải thiện độ ướt với nền polymer [14-15].

➤ *Phương pháp plasma:*

Quá trình plasma lạnh (nhiệt độ thấp), có thể được tạo ra dưới áp suất khí quyển với sự có mặt của heli, được thực hiện bằng cách sử dụng các hạt như electron, ion, gốc tự do và các phân tử kích thích được tạo ra bởi sự phóng điện. Plasma có thể biến đổi bề mặt sợi mà không ảnh hưởng đến các tính chất chung, tùy thuộc vào công suất xử lý và thời gian [16].

Plasma cung cấp năng lượng để cắt đứt các liên kết hóa học yếu và tạo ra các nhóm phân cực trên bề mặt. Phương pháp này thân thiện môi trường, không dùng hóa chất, dễ kiểm soát nhiệt độ.

➤ *Phương pháp corona:*

Là một trong những dạng phóng điện công suất tương đối thấp xảy ra ở hoặc gần áp suất khí quyển. Ngoài ra, chúng có thể làm thay đổi năng lượng bề mặt của sợi tự nhiên gốc cellulose, làm giảm độ nhớt nóng chảy của hỗn hợp polymer và sợi tự nhiên. Xử lý corona có thể làm thay đổi thành phần bề mặt và các tính chất bề mặt của vật liệu composite thu được. Độ phân cực của các sợi tự nhiên như sợi đay đã được tăng lên nhờ xử lý corona và sự gia tăng độ phân cực này có thể là do sự gia tăng số lượng nhóm carboxyl ($-COOH$) và hydroxyl ($-OH$) trên bề mặt sợi. Sự tăng các nhóm carboxyl và hydroxyl dẫn đến sự gia tăng độ bám dính của sợi tự nhiên/polymer tại bề mặt pha. Tuy nhiên, tương tự như xử lý plasma, xử lý quá mức có thể làm giảm các tính chất của vật liệu composite, dẫn đến giảm các tính chất cơ học và năng lượng gãy của từng sợi tự nhiên [16].

➤ *Chiếu xạ UV hoặc xử lý ozone:*

Tạo ra phản ứng oxy hóa trên bề mặt, hình thành các nhóm ưa nước giúp tăng cường tính bám dính với nhựa nền.

Ưu điểm của các phương pháp này là an toàn, không cần dung môi, xử lý nhanh. Tuy nhiên, hiệu quả biến tính thường hạn chế về thời gian (có thể mất dần sau vài ngày nếu không được xử lý tiếp theo), các phương pháp vật lý thường yêu cầu thiết bị phức tạp và chi phí xử lý cao nên chưa được áp dụng rộng rãi trong sản xuất công nghiệp.

1.2.3.2. Phương pháp hóa học

Biến tính hóa học là phương pháp phổ biến nhằm thay đổi cấu trúc hóa học và hình thái bề mặt của sợi. Các phương pháp biến tính như xử lý kiềm (NaOH), silan hóa, acetyl hóa, ... được sử dụng phổ biến để loại bỏ lớp sáp, lignin, tạo nhóm chức hoạt động giúp sợi liên kết tốt hơn với nền polymer, từ đó nâng cao tính chất cơ lý và độ bền môi trường của vật liệu composite.

- Phương pháp kiềm hoá: Sử dụng NaOH để loại bỏ các tạp chất sáp, dầu, lignin, gắn liên kết H và tạo ra bề mặt thô ráp hơn. Việc bổ sung NaOH sẽ làm cho quá trình ion hoá nhóm OH bằng hydroxyl thành nhóm alkoxide.
- Phương pháp acetyl hoá: Sử dụng anhydride acetic để giảm tính hút ẩm và cải thiện độ bám dính của sợi vào nền polymer. Bản chất là ion CH_3COO^- phản ứng với các nhóm OH của sợi để tạo liên kết ester.
- Phương pháp silane hoá: Silane hóa là phương pháp biến tính bề mặt sợi dựa trên việc sử dụng các hợp chất organosilane làm tác nhân ghép nối (coupling agent) nhằm tạo liên kết hóa học giữa bề mặt sợi và nền polymer.

Trong số các phương pháp xử lý sợi, silan hóa được lựa chọn vì mang lại hiệu quả cao và độ ổn định bền vững. Cấu trúc phân tử silan gồm hai đầu chức năng: một đầu có khả năng liên kết cộng hóa trị với nhóm hydroxyl (-OH) trên bề mặt cellulose sợi, và đầu còn lại có thể tương thích hoặc phản ứng với nền polymer. Nhờ đó, silan hóa giúp tăng độ bám dính pha giao diện, nâng cao độ bền cơ học, và giảm tính hút ẩm của sợi. Đặc biệt, phương pháp này phù hợp với các loại nhựa kỹ thuật có nhiệt độ làm việc cao như poly(ether sulfone) (PES), trong khi các phương pháp như kiềm hóa hay acetyl hóa thường kém hiệu quả hơn về mặt ổn định hóa học và độ bền lâu dài. Vì vậy, silan hóa là lựa chọn hợp lý để nâng cao hiệu quả gia cường và độ bền môi trường của composite PES/sợi.

* Biến tính hóa học bằng chất liên kết silane (Silane coupling agents)

Silane là một trong những tác nhân ghép nối (coupling agents) rất triển vọng và linh hoạt, thường được sử dụng để xử lý bề mặt sợi nhằm cải thiện sự tương tác hóa học giữa sợi và nền polymer. Phân tử silane thường có cấu trúc chứa hai nhóm chức khác nhau, có khả năng phản ứng với hai pha vật liệu, từ đó tạo thành cầu nối giữa sợi và nền polymer. Cấu trúc chung của một phân tử silan: $\text{R}_2 - (\text{CH}_2)_n - \text{Si}(\text{OR}')_3$

- Nhóm alkoxy (-OR), có khả năng thủy phân thành silanol (-SiOH) để tạo liên kết cộng hóa trị với bề mặt hydroxyl của sợi thủy tinh.
- Nhóm chức hữu cơ (-R') tương thích hoặc phản ứng được với polymer nền (NH_2 , epoxy, vinyl, methacrylate...)
- Mạch hydrocarbon trung gian.

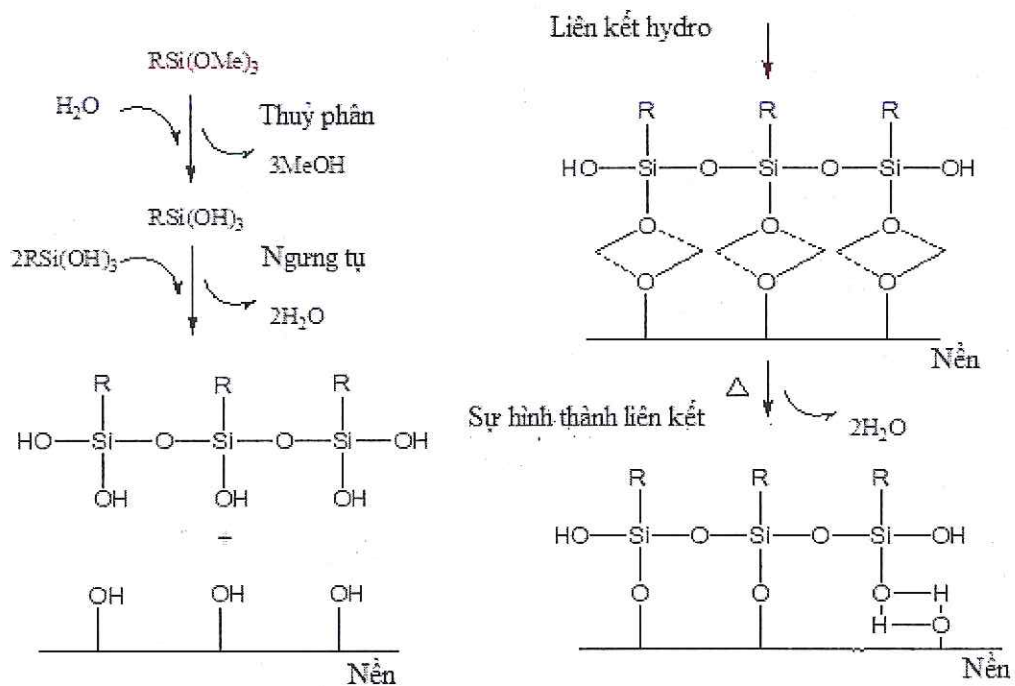
Các loại silane thường được sử dụng bao gồm:

- Aminosilane ($\text{NH}_2\text{Si}(\text{OR})_3$): dùng với nhựa epoxy, polyamide.
- Epoxysilane (epoxy- $\text{Si}(\text{OR})_3$): dùng với polyester, epoxy.
- Vinylsilane ($\text{CHCH}_2\text{Si}(\text{OR})_3$): dùng với nhựa vinylester, polyethylene.

➤ Sợi thủy tinh

Phản ứng thủy phân silane trong dung dịch thường được xúc tiến bằng môi trường axit hoặc kiềm nhẹ, sau đó được phun hoặc ngâm lên sợi thủy tinh. Phương pháp này giúp cải thiện đáng kể lực bám dính giữa pha gia cường và pha nền, từ đó tăng cường các tính chất cơ học và độ bền lâu dài của vật liệu composite [17].

Nhược điểm của sợi thủy tinh chưa được xử lý là chúng có độ bám dính bề mặt thấp giữa sợi và nhiệt dẻo. Để khắc phục điều này, bề mặt của sợi thủy tinh E thường được biến tính bằng các tác nhân liên kết silane. Việc lựa chọn loại silane là một trong những yếu tố cải thiện sự bám dính giữa nhựa nền và sợi thủy tinh, cũng như tăng cường tính chất cơ học của vật liệu tổng hợp [18].



Hình 1.7. Phản ứng silane hóa và pha trung gian polymer/siloxane/sợi thủy tinh

Cơ chế như sau : một đầu của phân tử silan sẽ phản ứng với bề mặt sợi thủy tinh, một đầu kia tương tác với nền polymer. Sự tương tác giữa silan và sợi thủy tinh thường được mô tả như phản ứng ngưng tụ của silanol bề mặt [19]. Đầu tiên, tác nhân silan thủy phân thành các hợp chất silanol (Si-OH) không bền. sau đó các nhóm silanol và các nhóm hydroxyl trên bề mặt sợi thủy tinh kết hợp lại với nhau tạo thành

các liên kết cộng hóa trị Si-O-Si và loại bỏ các phân tử nước. Mạng lưới liên kết siloxane (Si-O-Si)_n được liên kết cộng hóa trị với bề mặt sợi thủy tinh. Sau đó, đầu còn lại của phân tử silan mang nhóm chức như amino, epoxy hoặc methacrylate có khả năng tương tác hóa học hoặc tương thích với nền nhựa. Khi phối trộn vào hệ nhựa, các nhóm này hình thành liên kết cộng hóa trị hoặc liên kết phụ trợ với nền polymer, tạo nên pha trung gian bền chặt giữa sợi và nhựa [20-21]. Sự hình thành lớp giao diện bền này giúp truyền ứng suất hiệu quả, từ đó nâng cao toàn diện độ bền kéo, mô đun, khả năng chống va đập và ổn định hình học của composite.

Reilly và Thomason L [22] nghiên cứu ảnh hưởng của tác nhân ghép silane đến tính chất của sợi thủy tinh và composite nền epoxy. Kết quả cho thấy lớp phủ silane giúp cải thiện đáng kể độ bền kéo của sợi đồng thời nâng cao độ bám dính liên pha sợi-nhựa. Đặc biệt, hệ silane APS/GPS (50/50) và silane APS có kết quả tốt nhất. Độ bền bám dính (IFSS) tăng rõ rệt khi sử dụng các silane có nhóm chức tương thích với epoxy.

Nhiều nghiên cứu đã chứng minh hiệu quả rõ rệt của việc biến tính sợi thủy tinh bằng các tác nhân silane trong việc cải thiện tính chất giao diện và cơ học của composite. Feresenbet và cộng sự cho thấy việc sử dụng silane APS và PTMS tạo lớp phủ silane đa lớp trên bề mặt sợi, làm thay đổi tính chất ưa nước và tăng cường khả năng tương tác hóa học giữa sợi và nhựa epoxy. Nhờ đó, độ bám dính liên pha tăng đáng kể, với độ bền bám dính tăng khoảng 25–35% so với sợi không biến tính [23].

Tương tự, Galal Sherif cũng ghi nhận sự thay đổi rõ rệt về thành phần hóa học và cấu trúc bề mặt sợi sau khi xử lý silane. Kết quả FTIR và XPS xác nhận sự hình thành liên kết Si–O–Si (polysiloxane) và sự xuất hiện của các nhóm chức amin (–NH₂, –NH₃⁺), chứng minh biến tính sợi thủy tinh bằng silane thành công. Nhờ đó, độ bền bám dính giữa sợi và nền polysulfone được cải thiện, dẫn đến độ bền cơ học của composite tăng khoảng 1,5 lần, đồng thời nâng cao độ bền nhiệt. Tỷ lệ sợi/polymer tối ưu khoảng 70/30 khối lượng [24].

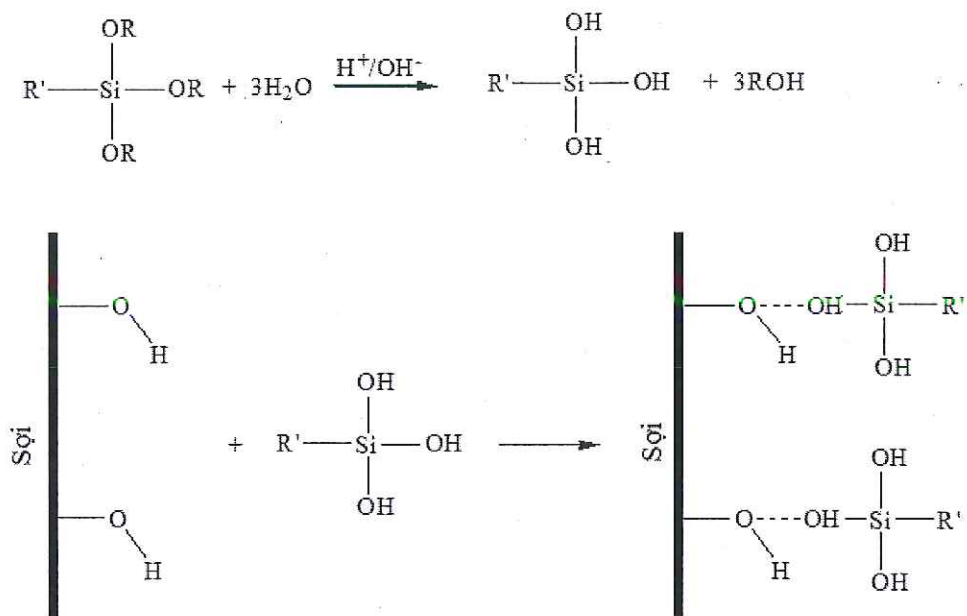
Dinghua Yu đã tạo tác nhân silane mới có cầu nối glycine (GBSilane) và ứng dụng biến tính sợi thủy tinh cho composite PA6. Kết quả cho thấy tại nồng độ tối ưu 1,5%, độ bền kéo tăng 67% và độ bền va đập tăng 96,5% cao hơn sử dụng silane APTES. Mô phỏng DFT cho thấy GBSilane tạo liên kết hydro mạnh hơn với polymer ($\approx 58,20$ kJ/mol) gần gấp đôi so với APTES từ đó nâng cao hiệu quả truyền ứng suất và độ bám dính [25].

Yize Li đã chỉ ra rằng biến tính silane (KH550) giúp cải thiện đáng kể độ bền của composite trong điều kiện môi trường ẩm. Kết quả mô phỏng cho thấy lượng nước tích tụ tại giao diện giảm khoảng 33%, đồng thời ứng suất trung bình tăng 31% (khô)

và 44% (âm) chứng tỏ khả năng kháng ẩm và chịu tải mỏi của vật liệu được nâng cao rõ rệt [26].

➤ Sợi tự nhiên

Cơ chế phản ứng silane hóa giữa sợi tự nhiên như sợi đura đại tương tự sợi thủy tinh. Bước đầu tiên là quá trình thủy phân tác nhân silane. Trong giai đoạn này, các nhóm alkoxy (-OR) của silane bị thủy phân để tạo thành các nhóm silanol (Si-OH) có tính hoạt động cao. Sau đó, dung dịch silane đã thủy phân được trộn với sợi tự nhiên. Các nhóm silanol có khả năng liên kết với các nhóm hydroxyl (-OH) trên bề mặt sợi thông qua liên kết hydro. Đồng thời, phần nhóm hữu cơ của phân tử silane có thể tương tác với các nhóm chức của nền polymer, tạo thành cầu nối siloxane (Si-O-Si) giữa sợi và polymer [27].



Hình 1.8. Cơ chế tương tác sợi tự nhiên và silane

Mohammad Asim và các cộng sự đã nghiên cứu biến tính sợi PALF và sợi kenaf bằng kiềm, silan và hỗn hợp kiềm-silan. Nghiên cứu hình thái học bằng SEM cho thấy sợi được xử lý bằng silan có ít tạp chất hơn, lignin và hemicellulose được loại bỏ nhiều hơn so với các phương pháp xử lý hóa học khác. Sợi PALF và sợi kenaf được xử lý bằng silan thể hiện độ bền kéo tốt nhất. Sợi biến tính có đường kính nhỏ hơn so với sợi nguyên bản và có ít lỗ rỗng hơn trên giao diện, tạo ra liên kết giao diện chắc chắn mang lại các tính chất cơ học tốt hơn. Phương pháp xử lý hỗn hợp kiềm-silan cho độ bền ứng suất cao nhất [28].

Jandas [29] nghiên cứu đánh giá ảnh hưởng của các phương pháp xử lý bề mặt sợi lên tính chất cơ học của vật liệu composite sinh học polylactic acid (PLA) được gia cường bằng sợi chuối (BF). Kết quả thực nghiệm cho thấy sự gia tăng mô đun

kéo và độ bền kéo khi xử lý bề mặt sợi BF bằng các silan khác nhau (APS và Si69) và NaOH. Cụ thể, độ bền kéo tăng khoảng 136% và độ bền va đập tăng khoảng 49% đối với vật liệu composite sinh học sử dụng sợi BF được xử lý bằng Si69 so với vật liệu composite sinh học sử dụng sợi BF không được xử lý. Độ bền uốn tăng khoảng 160%. Việc biến đổi bề mặt của BF cho thấy sự gia tăng độ bám dính giữa sợi và chất nền.

Trong nghiên cứu của Kutlay Sever [30] vật liệu composite sợi đay/polyester đã được chế tạo. Để cải thiện độ bám dính giữa sợi đay và polyester, vải đay đã được xử lý bằng kiềm và γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (γ -MPS). Tác giả đã nghiên cứu ảnh hưởng của nồng độ silane (0,1%, 0,3% và 0,5%) đến các tính chất kéo, tính chất uốn và độ bền cắt. Khi sợi đay được xử lý với nồng độ silane 0,1% và 0,3%, các tính chất kéo của vật liệu composite đã tăng lên. Tuy nhiên, khi sử dụng 0,5% γ -MPS các tính chất kéo của vật liệu composite đay/polyester lại giảm xuống. Vật liệu composite đay/polyester được xử lý bằng 0,3% silane cho thấy tăng độ bền kéo và mô đun khoảng 12% và 7%.

Haydar U. Zaman [31] đã nghiên cứu biến tính sợi lá dứa bằng silane và NaOH giúp cải thiện rõ rệt tính chất cơ học và độ bám dính. Đường kính sợi giảm từ 75,5 μm xuống 41,2 μm sau xử lý silane, cho thấy cấu trúc sợi được làm sạch và tách bó hiệu quả. Độ bền kéo tăng mạnh từ 293,5 MPa lên 625,8 MPa, trong khi mô đun tăng từ 5230,8 MPa lên 10189,8 MPa. Độ bền bám dính (IFSS) tăng từ 1,65 MPa lên 2,42 MPa (~47%) chứng tỏ khả năng phân tán sợi/nhựa được cải thiện đáng kể. Trong các phương pháp, xử lý silane cho hiệu quả tốt nhất.

A. Valadez-Gonzalez [32] đã biến tính sợi Henequen bằng NaOH và acrylic acid (AA) giúp cải thiện rõ rệt tính chất cơ học và khả năng phân tán sợi/nhựa. Độ bền kéo của sợi tăng từ 96,24 MPa (chưa xử lý) lên 156,88 MPa (NaOH) và 229,01 MPa (AA), trong khi mô đun tăng từ 6,42 GPa lên 8,09 GPa. Đối với composite, mô đun động tăng từ khoảng 1800 MPa (nhựa nền) lên 2750-2900 MPa khi gia cường sợi đã xử lý. Đồng thời, khả năng hút ẩm giảm mạnh với hàm lượng nước giảm từ 12,18% (chưa xử lý) xuống 8,08% sau xử lý NaOH cho thấy độ bền bám dính được cải thiện đáng kể.

1.3. Tình hình nghiên cứu về composite PES gia cường phụ gia sợi thủy tinh, sợi lá dứa

1.3.1. Tình hình nghiên cứu composite PES gia cường sợi thủy tinh

Shao Lingda và cộng sự đã nghiên cứu chế tạo vật liệu tổng hợp polyphenylene sulfide (PPS) được gia cường bằng sợi thủy tinh đã được điều chế bằng cách trộn vải sợi thủy tinh với polyphenylene sulfide thông qua quá trình ép nóng. Trong đó,

sợi thủy tinh đã được biến tính với chất liên kết silan KH560 để biến đổi bề mặt của sợi thủy tinh. Kết quả cho thấy khi phần khối lượng chất liên kết silan KH560 là 2% thì sợi thủy tinh và ma trận polyphenylene sulfide đạt được sự liên kết tốt nhất [33].

Ze-Kun Zhao và cộng sự đã nghiên cứu tính chất cơ học và khả năng ma sát của vật liệu tổng hợp polyethersulfone với sợi thủy tinh ngắn (SGF) và sợi carbon (SCF) theo phương pháp ép đùn và ép phun với hàm lượng phụ gia gia cường 5, 10, 20 và 30%. Kết quả nghiên cứu cho thấy, độ bền kéo và uốn của composite SCF/PES tăng đều theo hàm lượng SCF, đạt hiệu quả gia cường vượt trội. Trong khi với SGF/PES, độ bền chỉ tăng đáng kể ở mức hàm lượng thấp $\leq 10\%$ sau đó tăng nhẹ. Điều này cho thấy SCF có khả năng cải thiện tính chất cơ học của PES hiệu quả hơn SGF. Modul Young và modul uốn của cả vật liệu tổng hợp SGF/PES và SCF/PES đều tăng khi tăng hàm lượng sợi và đạt được mức cao nhất với SGF 30%. Khả năng chống mài mòn, hệ số ma sát của composite được cải thiện đáng kể nhờ sự kết hợp của SGF, SCF [34].

Gomez và cộng sự đã nghiên cứu sử dụng sợi thủy tinh E làm phụ gia gia cường cho polysulfone, trong đó sợi thủy tinh được biến tính với $TiCl_4$ để tạo thành nhóm clorua, sau đó phản ứng với nhóm OH của polysulfone. Điều này làm tăng độ bền liên kết bề mặt so với vật liệu được chế tạo từ sợi không biến tính. Kết quả nghiên cứu cho thấy, việc biến tính bề mặt sợi đã cải thiện độ bền kéo và độ mỏi của vật liệu composite bằng sợi thủy tinh [35].

Sen- sen Du và cộng sự đã nghiên cứu độ bền kéo và độ bền uốn của vật liệu tổng hợp PES được gia cường bằng sợi thủy tinh ngắn (SGF) phủ graphene oxide (GO) theo phương pháp trộn nóng chảy và ép phun. GO được sử dụng làm chất cải thiện khả năng bám dính bề mặt giữa SGF và nhựa PES. Kết quả vật liệu composite chế tạo đã cải thiện tối đa 10,2% độ bền kéo, 25,4% mô đun Young, 9,4% độ bền uốn và 15,9% mô đun uốn [36].

Yuan-Qing Li và cộng sự đã nghiên cứu chế tạo vật liệu tổng hợp PES gia cường sợi thủy tinh ngắn (SGF), sợi carbon ngắn (SCF) để tăng cường tính chất cơ học của nhựa PES theo phương pháp trộn nóng chảy và ép phun. Kết quả cho thấy các đặc tính kéo, uốn cũng như khả năng chống mài mòn đều tăng khi bổ sung SCF và SGF. Độ bền kéo, độ bền uốn và mô đun của vật liệu composite tăng khi tăng khối lượng SCF trong chất độn. Độ bền kéo, độ bền uốn và độ mài mòn, điện trở của vật liệu composite SCF/SGF/PES lại tăng tỷ lệ thuận với với hàm lượng chất độn [37].

LM Munirathnamma [38] đã nghiên cứu chế tạo vật liệu composite PES gia cường sợi thủy tinh (SGF). PES và SGF được trộn nóng chảy với hàm lượng SGF thay đổi 10, 20, 30 và 40% Kết quả cho thấy, có độ bám dính tốt giữa sợi SGF và nền

nhựa PES. Hỗn hợp SGFR-PES với 40% trọng lượng SGF có thể được sử dụng để thay thế hợp kim kim loại cho các ứng dụng chỉnh hình [38].

1.3.2. Tình hình nghiên cứu composite PES gia cường sợi dừa đại

Hiện nay, các công trình nghiên cứu về việc gia cường nhựa PES cũng như các loại nhựa polymer khác bằng sợi dừa đại (*Pandanus odorifer*) vẫn còn hạn chế. Hairul Abral và các cộng sự đã thấy composite nhựa Unsaturated polyester resin (UPR) gia cường bằng sợi dừa đại đã xử lý cho thấy cơ tính vượt trội so với mẫu chưa xử lý: độ bền kéo tăng từ 14 MPa lên 16,3 MPa (khi xử lý bằng 7,5% NaOH), mô đun kéo tăng từ 1,4 GPa lên 2,6 GPa (khi xử lý bằng 10% NaOH), và độ bền uốn tăng từ 79,3 MPa lên 139,3 MPa (khi xử lý bằng 5% NaOH). Độ biến dạng khi gãy đạt giá trị cao nhất 3,8% ở 7,5% NaOH. Quan sát SEM khẳng định rằng xử lý kiềm giúp bề mặt sợi nhám hơn, tạo độ bám dính tốt với nhựa, giảm hiện tượng trượt sợi và cải thiện truyền ứng suất. Tuy nhiên, khi nồng độ kiềm quá cao (>10%), cấu trúc cellulose bị hư hại dẫn đến giảm cơ tính composite [39].

1.3.3. Tình hình nghiên cứu trong nước

Ở Việt Nam, hướng biến tính các loại nhựa nhiệt dẻo bằng các tác nhân ghép silane và sợi biến tính silane nhằm cải thiện tương tác pha trong vật liệu composite đã được một số nhóm nghiên cứu quan tâm. GS. TS. Thái Hoàng, Nguyễn Vũ Giang và Nguyễn Thúy Chinh đã nghiên cứu vật liệu composit trên cơ sở polypropylen/tro bay, trong đó tro bay được biến tính bằng vinyl trimetoxo silane (VTMS) trước khi phối trộn nóng chảy với nền PP. Kết quả cho thấy tro bay biến tính silane phân tán tốt hơn, tăng khả năng bám dính với nền polyme, đồng thời cải thiện độ bền kéo và độ giãn dài của vật liệu so với hệ sử dụng tro bay chưa biến tính [40]. Trên hệ polyetylen, cùng nhóm tác giả cũng khảo sát vật liệu composit HDPE/LLDPE/tro bay biến tính VTMS, xác định điều kiện phối trộn nóng chảy phù hợp và chỉ ra rằng biến tính silan giúp tăng tương tác, độ bám dính giữa pha vô cơ và nền PE, đồng thời góp phần cải thiện độ ổn định nhiệt của vật liệu [41].

Lê Thị Mỹ Hạnh đã thực hiện luận án về vật liệu nanocomposit trên cơ sở polyetylen và nanoclay biến tính silane, trong đó khảo sát clay biến tính bằng APS và VTMS, đồng thời đánh giá ảnh hưởng của các hệ clay-APS/PE-g-AM và clay-VTMS/DCP đến cơ tính, tính chất nhiệt, tính chất điện, khả năng chống cháy và tính thấm của vật liệu [42]. Đối với hệ PVC, các nghiên cứu trong nước cũng cho thấy hiệu quả của việc sử dụng chất độn vô cơ biến tính silane. Nhóm GS.TS. Thái Hoàng và cộng sự đã nghiên cứu vật liệu polyvinylclorua/tro bay biến tính bằng các hợp chất silane như VTES và GPTES nhằm cải thiện tính chất cơ học, hình thái cấu trúc và khả năng chống cháy của vật liệu [43]. Gần đây, nhóm Mai Đức Huỳnh và

cộng sự tiếp tục phát triển vật liệu nanocompozit PVC/nano- Al_2O_3 biến tính bằng 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate, cho thấy sự cải thiện rõ rệt về tính chất điện và độ bền nhiệt của vật liệu bọc cáp PVC [44].

Đối với sợi gia cường đã xử lý silane, Nguyễn Huy Tùng và cộng sự đã sử dụng vải thủy tinh xử lý silane trong chế tạo vật liệu composit dạng prepreg, qua đó cho thấy vai trò của xử lý bề mặt sợi trong việc nâng cao khả năng gia cường và tính chất cơ học của hệ composit [45]. Các nghiên cứu trong nước cho thấy, việc sử dụng tác nhân ghép silan để biến tính nhựa nhiệt dẻo (PP, PE, PVC) giúp hạn chế kết tụ, tăng độ bám dính pha, qua đó nâng cao một số tính chất cơ, nhiệt và điện của vật liệu. Tuy nhiên, trong phạm vi tài liệu trong nước mà luận văn tiếp cận, chưa ghi nhận công trình công bố trực tiếp về composite nền PES gia cường bằng sợi thủy tinh và sợi đũa đại xử lý silan.

Các nhà nghiên cứu trong nước chủ yếu tập trung nghiên cứu phát triển ứng dụng vật liệu PES sản xuất màng lọc. Trần Thị Dung đã nghiên cứu chế tạo thành công màng lọc hiệu năng cao trên nền PES bằng phương pháp trùng hợp ghép bề mặt quang hóa dưới bức xạ tử ngoại, sử dụng các monome như acid maleic (MA), acid acrylic (AA) và poly(ethylene glycol) (PEG). Kết quả cho thấy, các màng PES sau biến tính có độ lưu giữ, năng suất lọc và khả năng chống tắc tăng rõ rệt so với màng ban đầu. Đặc biệt, PEG trùng hợp ghép biến tính bề mặt màng TFC-PA cho hiệu quả tốt hơn các dẫn xuất PEG khác [46].

Vũ Đức Trung cũng đã nghiên cứu biến tính bề mặt màng Polyethersulfone (PES) bằng các phương pháp trùng hợp ghép quang hóa dưới bức xạ tử ngoại và trùng hợp ghép khơi mào oxy hóa khử, với 2 tác nhân sử dụng cho quá trình trùng hợp ghép là Poly(ethylene glycol) methacrylate (PEGMA) và N-vinyl-2-pyrrolidinone (NVP). Ảnh hưởng của các điều kiện biến tính bề mặt đến đặc tính của màng được khảo sát và đánh giá, với đối tượng lọc tách là protein trong dung dịch [47].

Hiện nay, chưa có nghiên cứu nào chế tạo và sử dụng vật liệu composit PES dạng hạt gia cường với phụ gia (dạng sợi và sợi tự nhiên, ...) để chế tạo các sản phẩm nhựa công nghệ cao hay sản phẩm nhựa dân dụng nói chung và ngành điện nói riêng.

Việc nghiên cứu gia cường nhựa polyether sulfone (PES) có ý nghĩa đặc biệt quan trọng trong bối cảnh nhu cầu về vật liệu cách điện hiệu suất cao trên thế giới và tại Việt Nam đang gia tăng mạnh mẽ. Theo các báo cáo thị trường quốc tế, quy mô ngành vật liệu cách điện – điện tử toàn cầu năm 2024 đạt khoảng 11,9 tỷ USD và dự báo tăng trưởng lên 22,5 tỷ USD vào năm 2034, tương ứng tốc độ tăng trưởng kép 6,6%/năm [48]. Sự phát triển của các hệ thống điện công nghiệp, lưới điện thông minh, thiết bị điện tử dân dụng và đặc biệt là xu thế chuyển đổi sang vận hành trong

điều kiện nhiệt độ cao và môi trường khắc nghiệt đã đặt ra yêu cầu cấp thiết đối với các loại vật liệu không chỉ bền cơ học mà còn phải duy trì ổn định tính chất điện và nhiệt trong thời gian dài. PES nguyên sinh vốn là polymer kỹ thuật cao với nhiều tính năng vượt trội, tuy nhiên để đáp ứng các yêu cầu ứng dụng ngày càng khắt khe, việc gia cường bằng các loại sợi thích hợp như sợi thủy tinh và sợi lá dừa là giải pháp cần thiết nhằm nâng cao hiệu suất tổng thể của vật liệu.

Hiện nay tại Việt Nam 70–80% nhu cầu phụ gia và vật liệu nhựa kỹ thuật cao cũng phải nhập khẩu, cho thấy khoảng trống lớn về năng lực sản xuất trong nước. Việc phát triển thành công vật liệu composite PES gia cường trong nước sẽ góp phần quan trọng vào mục tiêu tự chủ công nghệ, giảm chi phí sản xuất, cải thiện năng lực nội địa hóa thiết bị và thúc đẩy ngành công nghiệp vật liệu quốc gia. Hơn nữa, sự kết hợp giữa PES và các loại sợi gia cường không chỉ mang lại sự cải thiện đáng kể về độ bền, mô đun, ổn định kích thước và khả năng chịu nhiệt mà còn mở ra khả năng tối ưu hóa theo ứng dụng cụ thể, chẳng hạn như vỏ thiết bị cách điện, đế đui đèn, vỏ cầu dao hoặc các linh kiện điện công suất lớn cách điện.

Một lý do quan trọng khác là khoảng trống nghiên cứu trong nước hiện còn rất lớn. Trong khi các quốc gia phát triển đã có nhiều công trình và dữ liệu chuyên sâu về composite PES gia cường sợi thủy tinh hoặc sợi carbon, tại Việt Nam mới chỉ có các nghiên cứu tập trung vào vật liệu màng lọc PES mà chưa có công bố nào về composite PES dạng hạt ứng dụng trong công nghiệp điện. Do đó, triển khai nghiên cứu này không chỉ có giá trị công nghệ và khoa học mà còn giúp định hướng phát triển vật liệu mới có tính ứng dụng cao, phù hợp với điều kiện thực tiễn của Việt Nam.

CHƯƠNG 2: ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Hoá chất và thiết bị

2.1.1. Hoá chất

- Hạt nhựa polyether sulfone (PES) A-301 NT, $d = 1,37 \text{ g/cm}^3$, MFI (380°C/2,16 kg) = 30g/10phút (Đức).
- Sợi thủy tinh ngắn (GF) CS9 chiều dài 9 mm (Trung Quốc).
- Sợi dứa dại (SD) được tách từ lá dứa dại thu hái từ Phú Thọ.
- 3-Aminopropyltriethoxysilane, độ tinh khiết $\geq 98\%$ (Trung Quốc).
- Epoxy Resin E44 nhiệt độ sôi $\geq 150 \text{ }^\circ\text{C}$, điểm chớp cháy $\geq 150 \text{ }^\circ\text{C}$, độ nhớt 2000-5000 mPa.s/25 °C (Trung Quốc).
- NaOH dạng vảy trắng, độ tinh khiết $\geq 99\%$ (Trung Quốc).
- H₂O₂ dạng lỏng, độ tinh khiết $\geq 50\%$, $d = 1,198 \text{ g/ml}$ (Hàn Quốc)
- Na₂SiO₃.5H₂O tinh thể màu trắng, độ tinh khiết $\geq 99\%$, pH: 12,6-12,8 (Trung Quốc).
- Irganox 1010 (AO 1010) dạng bột màu trắng, độ tinh khiết $\geq 99\%$ (Trung Quốc)
- Zinc stearate (ZnSt₂) dạng bột, màu trắng, độ tinh khiết $\geq 99\%$, điểm nóng chảy 117-120 °C, độ mịn $\leq 1\%$, hàm lượng Zn 10,5% \pm 0,5% (Singapore)
- Cồn công nghiệp, độ cồn $\geq 70^\circ$ (Việt Nam)
- Nước cất 2 lần (Việt Nam).

2.1.2. Dụng cụ và thiết bị

- Thiết bị trộn kín Brabender Plastograph®EC (Đức) (Viện Hóa học).
- Máy ép thủy lực BP-8170-C (Trung Quốc) (Công ty TNHH Công nghệ và Dịch vụ Thương mại Lạc Trung).
- Thiết bị đo cơ lý đa năng Zwick Tensiler 2.5 (Đức) (Viện Khoa học Vật liệu – Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam)
- Thiết bị thử nghiệm cơ lý vật liệu đa năng AGX-50kNVD (Nhật Bản) (Viện Khoa học Vật liệu – Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam)
- Kính hiển vi điện tử quét: Hitachi S-4800 (Nhật Bản) (Viện Khoa học Vật liệu – Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam); JSM-IT800 (Nhật Bản) (Trường Đại học Khoa học và Công nghệ Hà Nội – USTH).
- Thiết bị phân tích nhiệt trọng lượng Labsys TG/DSC1600 (Setaram, Pháp) (Đại học Khoa học Tự nhiên).
- Cân phân tích GS-223, độ chính xác 0,001g (SHINKO, Nhật Bản).
- Tủ sấy 101-1A (Trung Quốc).

- Máy khuấy từ có gia nhiệt.
- Thiết bị đo độ bền cách điện Hioki 3159 (Nhật Bản) (Viện Nghiên cứu và Phát triển Vật liệu mới).
- Các dụng cụ phòng thí nghiệm: buret, pipet, cốc thủy tinh (100ml, 250ml), cốc đong, giấy lọc, ống đong, bình tam giác...

2.2. Phương pháp tiến hành

2.2.1. Nghiên cứu biến tính sợi thủy tinh bằng tác nhân silane

Sợi thủy tinh được ngâm trong dung dịch NaOH 2M (tỷ lệ khối lượng sợi thủy tinh/ thể tích dung dịch NaOH là 1/40) trong 24h ở nhiệt độ thường để loại bỏ chất bẩn, dầu mỡ. Sợi thủy tinh được rửa lại bằng nước cất đến khi loại bỏ hết NaOH. Sau đó sợi được sấy khô ở 80°C đến khối lượng không đổi.

* Biến tính sợi thủy tinh bằng APTES [38]

APTES (hàm lượng 1, 3, 5, 7 % so với khối lượng sợi thủy tinh) được cho vào cốc thủy tinh chứa 70g dung dịch ethanol/nước (tỷ lệ khối lượng ethanol/nước là 80/20). Khuấy dung dịch trên trong 30 phút ở nhiệt độ phòng để phân tán silane. Điều chỉnh pH về 3,5 - 4 bằng acid acetic.

10 g sợi thủy tinh được cho vào dung dịch silane trên, khuấy nhẹ trong 60 phút ở nhiệt độ phòng. Ký hiệu các mẫu lần lượt là GFS1, GFS3, GFS5, GFS7. Sản phẩm được lọc rửa bằng ethanol nhiều lần để loại bỏ silane còn dư. Mẫu được sấy khô ở 90°C đến khối lượng không đổi.

2.2.2. Nghiên cứu biến tính sợi dứa dại bằng tác nhân silane

Sợi dứa dại được ngâm trong dung dịch NaCl 3% với tỷ lệ khối lượng sợi/dung dịch = 1/200 trong 48 giờ ở nhiệt độ phòng để loại bỏ tạp chất. Sợi dứa dại được rửa lại bằng nước cất nhiều lần để loại bỏ màu và mùi sinh ra trong quá trình ngâm. Sau khi tách sợi được ngâm trong dung dịch gồm NaOH, H₂O₂ và nước với tỷ lệ khối lượng NaOH/H₂O₂/H₂O = 1/2,5/50; tỷ lệ nước/sợi khoảng 20/1, bảo đảm sợi ngập hoàn toàn trong dung dịch. NaOH có tác dụng tẩy sáp và các chất không phải cellulose, H₂O₂ có tác dụng tẩy trắng sợi. Sau 5-10 phút, thêm Na₂SiO₃ với tỷ lệ khối lượng NaOH/ Na₂SiO₃ = 1/1 để ổn định dung dịch rồi tiếp tục ngâm trong khoảng 1 giờ. Sau đó, sợi được rửa nhiều lần trong dung dịch nước sạch đến khi pH trung tính thì vớt sợi ra phơi khô.

* Biến tính sợi dứa dại bằng APTES [49]

APTES (hàm lượng 3, 5, 7, 9 % so với khối lượng sợi dứa) được cho vào cốc thủy tinh chứa 200g dung dịch ethanol/nước (tỷ lệ khối lượng ethanol/nước là 80/20). Hòa tan APTES trong dung dịch ethanol-nước và khuấy trong khoảng 10 phút để silane phân tán hoàn toàn trong dung dịch. Điều chỉnh pH của dung dịch về 3,5 - 4

bằng dung dịch acid acetic, đồng thời khuấy đều trong khoảng 5 phút để thúc đẩy quá trình thủy phân silane.

Cho 10g sợi đũa vào dung dịch silane đã chuẩn bị và ngâm trong 3 giờ ở nhiệt độ phòng, chú ý để sợi được ngập hoàn toàn trong dung dịch. Ký hiệu các mẫu lần lượt là SDS3, SDS5, SDS7, SDS9. Sau khi xử lý, sợi được rửa bằng nước cất cho đến khi pH đạt khoảng 7 nhằm loại bỏ lượng silane dư trên bề mặt. Mẫu được sấy khô ở 70°C đến khối lượng không đổi.

2.2.3. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi thủy tinh silane hóa

Hạt nhựa PES, sợi thủy tinh ngắn (ban đầu và đã biến tính) được sấy khô ở 80°C trong 8 giờ nhằm loại bỏ ẩm. Nhựa PES, sợi thủy tinh, epoxy E44, AO1010, ZnSt₂ được trộn trong thiết bị trộn kín Brabender ở nhiệt độ 310 °C, tốc độ trộn 50 vòng/phút trong thời gian 7 phút, sợi thủy tinh được phân tán vào nhựa nền. Sản phẩm được ép thành tấm bằng máy ép thủy lực BP-8170-C ở 300 °C, lực ép 1000 psi trong thời gian 5 phút. Mẫu sau khi chế tạo được để ổn định trong 24h ở nhiệt độ phòng, sau đó được đánh giá tính chất cơ lý (độ bền kéo đứt, độ giãn dài khi đứt), tính chất hóa lý (phổ hồng ngoại, hình thái học bề mặt...), tính chất điện.

Bảng 2.1. Đơn phối liệu chế tạo composite PES/sợi thủy tinh

STT	Mẫu	Hàm lượng (%)				
		Sợi thủy tinh	PES	Epoxy	AO1010	ZnSt ₂
1	PES-GF	15	78,5	5	0,5	1
2	PES-GFS1	15	78,5	5	0,5	1
3	PES-GFS3	15	78,5	5	0,5	1
4	PES-GFS5	15	78,5	5	0,5	1
5	PES-GFS7	15	78,5	5	0,5	1

2.2.4. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi đũa đại silane hóa

Hạt nhựa PES được sấy ở 80 °C, sợi đũa đại (ban đầu và đã biến tính) được sấy ở 70 °C trong 8 giờ trước khi phối trộn nhằm loại bỏ ẩm. Do sợi đũa kém bền nhiệt, epoxy E44 được bổ sung để giảm nhiệt độ gia công, hạn chế sự phân hủy của sợi đũa đại.

Nhựa PES, sợi đũa đại, epoxy E44, AO1010, ZnSt₂ được trộn trong thiết bị trộn kín khí Brabender ở nhiệt độ 220 °C, tốc độ trục vít 50 vòng/phút trong thời gian 7 phút. Sản phẩm được ép thành tấm bằng máy ép thủy lực BP-8170-C ở 210 °C, lực ép 1000 psi trong thời gian 5 phút. Mẫu sau khi chế tạo được để ổn định trong 24h ở

nhệt độ phòng, sau đó được đánh giá các tính chất cơ lý (độ bền kéo đứt, độ giãn dài khi đứt), tính chất hóa lý (Phổ hồng ngoại, hình thái học bề mặt...), tính chất điện.

Bảng 2.2. Đơn phối liệu chế tạo composite PES/sợi dứa dại

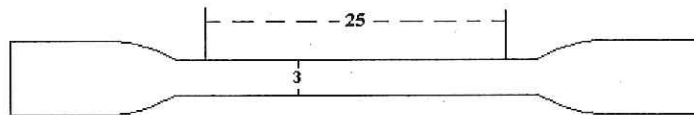
STT	Mẫu	Hàm lượng (%)				
		Sợi dứa dại	PES	Epoxy	AO1010	ZnSt ₂
1	PES-SD	10	78,5	10	0,5	1
2	PES-SDS3	10	78,5	10	0,5	1
3	PES-SDS5	10	78,5	10	0,5	1
4	PES-SDS7	10	78,5	10	0,5	1
5	PES-SDS9	10	78,5	10	0,5	1

2.3. Các phương pháp phân tích, đánh giá

2.3.1. Tính chất cơ lý

2.3.1.1. Độ bền kéo đứt và độ giãn dài khi đứt

Tính chất cơ lý của mẫu được đo trên thiết bị đo cơ lý đa năng Zwick Tensiler 2.5 (Đức) theo tiêu chuẩn ASTM D638, tốc độ kéo 50mm/phút. Mẫu được cắt thành hình mác chèo (kích thước: 25 x 110 mm). Tất cả các mẫu thử nghiệm được điều hòa ở 25°C trong 24 giờ trước khi thử nghiệm. Mỗi phép đo được thực hiện 5 lần, kết quả là giá trị trung bình.



Hình 2.1. Mẫu vật liệu đo tính chất cơ lý

Độ bền kéo đứt được xác định theo công thức:

$$\sigma_k = \frac{F}{S}$$

Trong đó: σ_k : Độ bền kéo (Pa).

F: Lực kéo khi đứt (N).

S: Tiết diện ngang ban đầu của mẫu (m²).

Độ giãn dài khi đứt là phần trăm giãn dài của vật liệu khi chịu tác dụng của lực kéo, nó biểu thị tính dẻo của vật liệu. Độ giãn dài khi đứt của vật liệu được xác định theo công thức:

$$\varepsilon = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \cdot 100\%$$

Trong đó: ε : Độ giãn dài khi đứt của mẫu (%).

l_0 : Chiều dài vùng eo theo tiêu chuẩn của mẫu trước khi kéo (cm).

l_1 : Chiều dài của mẫu tại thời điểm mẫu đứt (cm).

2.3.1.2. Độ bền uốn

Độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D790 trên thiết bị thử nghiệm cơ lý vật liệu đa năng AGX-50kNVD (Nhật Bản).

- Kích thước của mẫu vật liệu cần đo (Dài x Rộng x Dày) : 127 x 12.7 x 3.2 mm.

Độ bền uốn được tính theo công thức :

$$\sigma = \frac{3FL}{2bd^2}$$

Trong đó : F: Lực tác dụng tại điểm gãy (N)

L: chiều dài nhịp đỡ (mm)

b: độ rộng của mẫu (mm)

d: độ dày của mẫu (mm)

2.3.2. Hình thái học bề mặt (SEM)

Hình thái học bề mặt của sợi thủy tinh và sợi đũa đại, hình thái học bề mặt gãy của composite PES được quan sát bằng cách chụp ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM). Mẫu được cắt với kích thước thích hợp, gắn trên giá đỡ. Đối với composite, mẫu được ngâm trong nito lỏng, sau đó được bẻ gãy. Bề mặt mẫu sợi thủy tinh và sợi đũa đại, bề mặt gãy của mẫu composite được phủ một lớp bạch kim mỏng trước khi quan sát để tăng độ tương phản.

2.3.3. Góc tiếp xúc

Góc tiếp xúc là chỉ số thể hiện mức độ ưa nước/kỵ nước của bề mặt vật liệu, là góc θ giữa tiếp tuyến của mặt phân cách khí - lỏng và đường ranh giới rắn - lỏng tại giao điểm của 3 pha khí, lỏng, rắn. Phép đo được thực hiện trên thiết bị Thiết bị OCA50, Dataphysics - Đúc tại Viện Khoa học Vật liệu.

Cân khoảng 100–200 mg mẫu vật liệu. Cho vào khuôn thép không gỉ có đường kính khoảng 10–13 mm. Nén mẫu bằng máy ép thủy lực ở áp suất 8 MPa trong 30–60 giây để tạo thành viên nén có bề mặt phẳng. Làm sạch bề mặt mẫu: Dùng khí nén loại bỏ bụi lạ có trên bề mặt mẫu. Đưa lên máy đo để đo.

2.3.4. Phổ hồng ngoại FT-IR

Phổ hồng ngoại của các mẫu được ghi trong khoảng số sóng từ 400 cm^{-1} đến 4000 cm^{-1} trên máy quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR) Nicolet iS10, Thermo Scientific – Mỹ (Viện Khoa học vật liệu) theo phương pháp truyền qua, độ phân giải 8 cm^{-1} , số lần quét 32 lần ở điều kiện chuẩn. Số liệu được thu thập và xử lý bằng phần mềm OMNIC 5a.

2.3.5. Phân tích nhiệt trọng lượng (TGA)

Phân tích nhiệt trọng lượng được đo trên thiết bị Labsys TG/DSC1600, TMA của Setaram, Pháp (Đại học Khoa học Tự nhiên). Mẫu được đựng trong chén platin, gia nhiệt với tốc độ 10°C/phút trong môi trường không khí từ nhiệt độ phòng đến 850°C.

2.3.6. Độ bền cách điện

Phương pháp này được sử dụng để đánh giá khả năng chịu điện áp cao của vật liệu cách điện trước khi xảy ra hiện tượng đánh thủng điện môi. Độ bền cách điện được đo theo tiêu chuẩn ASTM D149, sử dụng điện áp xoay chiều AC tần số 50 Hz trên thiết bị kiểm tra độ bền cách điện Hioki 3159 (Viện Nghiên cứu và Phát triển Vật liệu mới).

Trong phép thử, mẫu vật liệu được đặt giữa hai điện cực kim loại và điện áp xoay chiều (AC) được tăng dần cho đến khi xảy ra hiện tượng đánh thủng điện môi. Điện áp tại thời điểm xảy ra đánh thủng được ghi nhận là điện áp đánh thủng (breakdown voltage). Từ giá trị này, độ bền cách điện (dielectric strength) của vật liệu được tính theo công thức:

$$E = \frac{U}{d}$$

Trong đó: E - Độ bền cách điện (kV/mm)

U - Điện áp đánh thủng (kV)

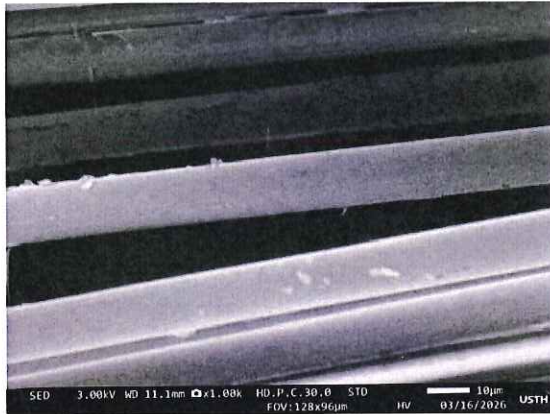
d - Chiều dày mẫu thử (mm)

CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

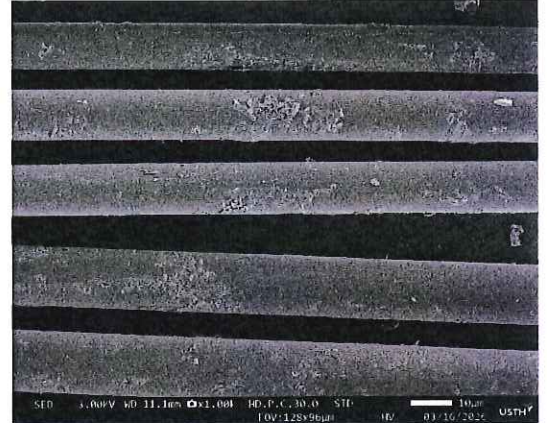
3.1. Nghiên cứu biến tính sợi thủy tinh bằng tác nhân silane

3.1.1. Hình thái học bề mặt của sợi thủy tinh

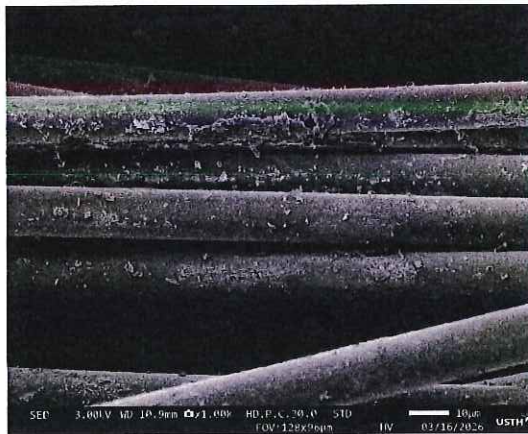
Hình thái học của sợi thủy tinh trước và sau biến tính bằng các hàm lượng silane khác nhau được thể hiện trên hình 3.1.



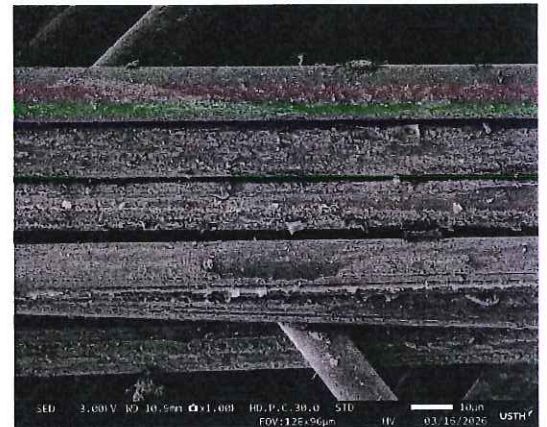
GF



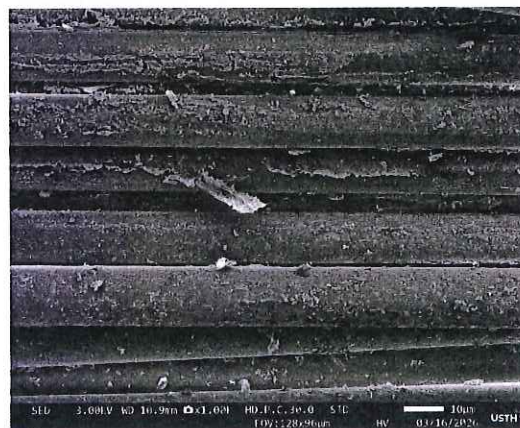
GFS1



GFS3

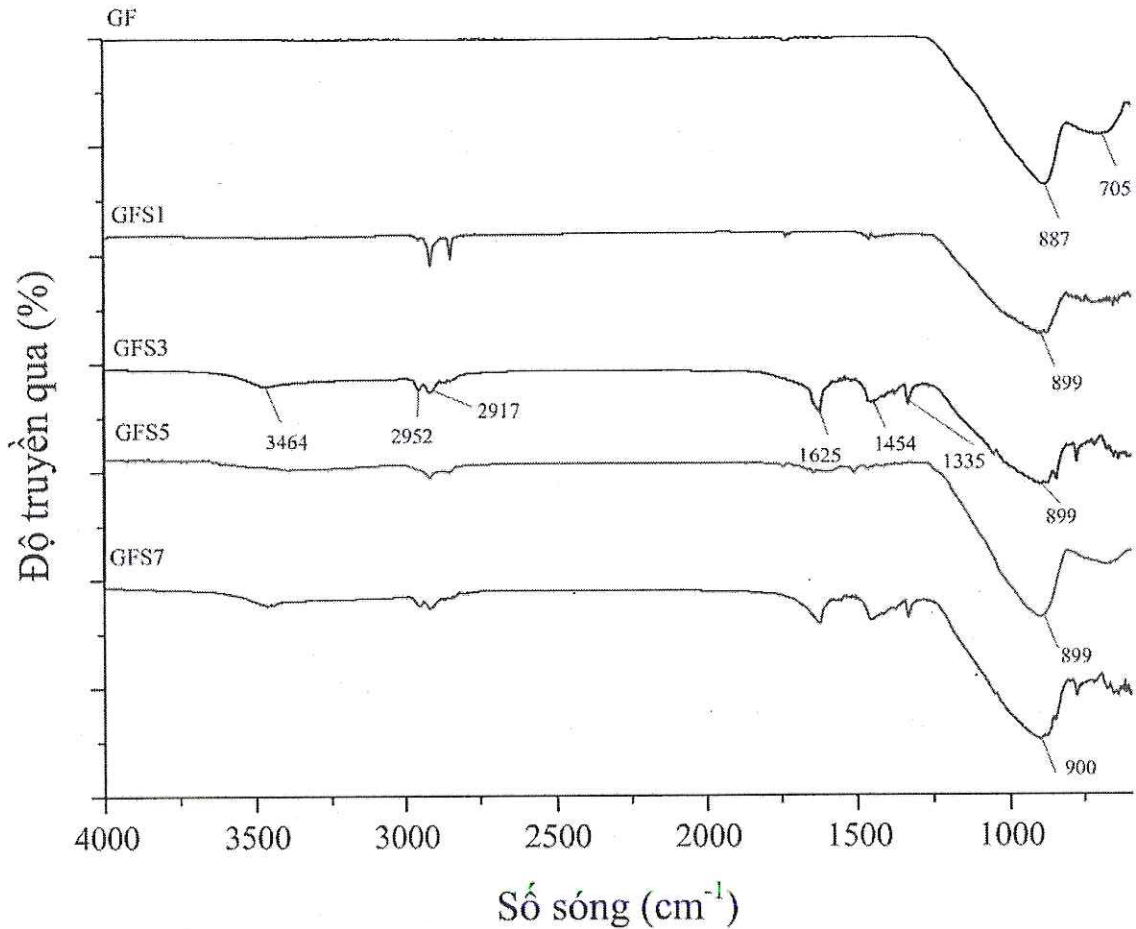


GFS5



GFS7

Hình 3.1. Ảnh SEM của GF chưa biến tính và GF biến tính với 1, 3, 5, 7% APTES (GFS1, GFS3, GFS5, GFS7)



Hình 3.3. Phổ FTIR của sợi thủy tinh trước và sau biến tính

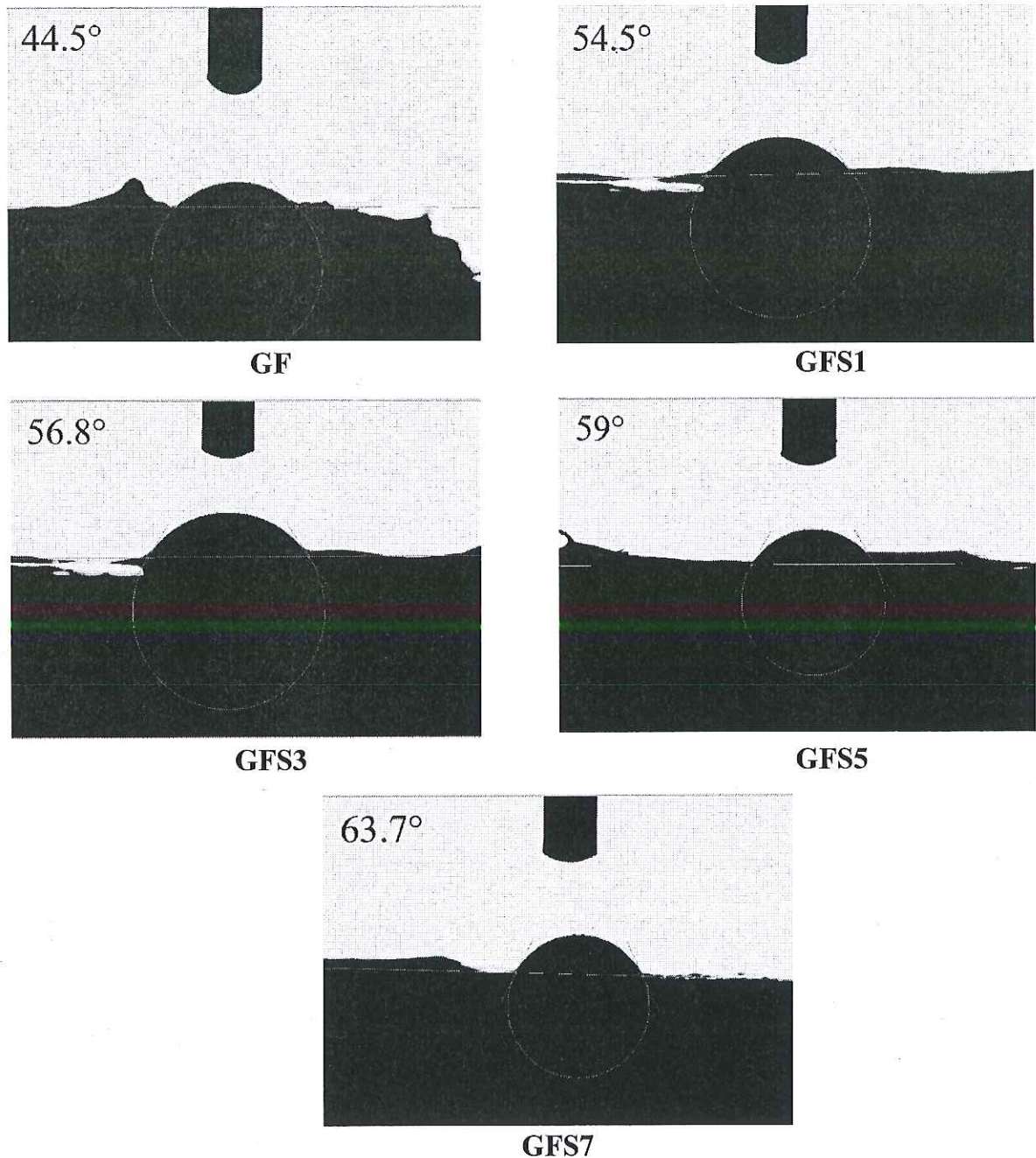
Phổ FTIR của sợi thủy tinh ban đầu thể hiện các pic đặc trưng của cấu trúc silicat của sợi thủy tinh. Pic ở 887 cm^{-1} đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết Si–O–Si [50] và pic ở 705 cm^{-1} đặc trưng cho dao động uốn của liên kết Si–OH [51]. Phổ không xuất hiện các pic của nhóm hữu cơ cho thấy bề mặt sợi trơ, chưa có lớp phủ silane.

Khi biến tính với APTES, phổ IR của các mẫu GFS xuất hiện các pic mới tại 3464 cm^{-1} đặc trưng dao động hóa trị của N–H [52] hoặc nhóm –OH tự do trên bề mặt sợi, pic tại $2952\text{--}2917\text{ cm}^{-1}$ đặc trưng cho dao động hóa trị của C–H trong nhóm CH_3 , CH_2 thuộc mạch propyl của silane, pic tại 1625 cm^{-1} thể hiện dao động uốn của liên kết N–H trong nhóm amine bậc 1 [53], pic ở 1454 cm^{-1} và 1335 cm^{-1} đặc trưng cho dao động biến dạng đối xứng và không đối xứng của C–H [54]. Sự xuất hiện của các pic này chứng minh sợi thủy tinh đã được biến tính silane thành công.

Khi tăng nồng độ APTES, cường độ các pic đặc trưng cho silane (C–H và N–H) và pic liên kết Si–O–Si, Si–O tăng do lượng tác nhân bám lên bề mặt sợi tăng dần, hình thành thêm mạng lưới siloxane từ quá trình ngưng tụ [55]. Ngoài ra có thể thấy sự dịch chuyển pic đặc trưng cho Si–O–Si dịch chuyển về số sóng lớn hơn.

3.1.3. Góc tiếp xúc của sợi thủy tinh

Góc tiếp xúc là góc tạo ra giữa bề mặt giọt chất lỏng và bề mặt vật liệu cho biết khả năng thấm ướt của vật liệu. Góc tiếp xúc của sợi thủy tinh trước và sau khi biến tính được thể hiện trên hình 3.4.



Hình 3.4. Góc tiếp xúc của sợi thủy tinh và sợi thủy tinh biến tính silane

Góc tiếp xúc là một chỉ số quan trọng thể hiện khả năng thấm ướt và tính chất bề mặt của vật liệu, phản ánh sự tương tác giữa giọt chất lỏng và bề mặt rắn. Góc tiếp xúc thấp biểu thị bề mặt ưa nước (hydrophilic), trong khi góc tiếp xúc cao cho thấy bề mặt kỵ nước (hydrophobic). Kết quả cho thấy ở sợi thủy tinh chưa biến tính góc tiếp xúc thấp nhất do bề mặt giàu nhóm hydroxyl ($-OH$) có tính ưa nước [56]. Góc

tiếp xúc của sợi thủy tinh tăng dần khi tăng hàm lượng silane chứng tỏ bề mặt sợi chuyển từ trạng thái ưa nước sang kỵ nước rõ rệt. Nguyên nhân của hiện tượng này là do trong quá trình silan hóa, các nhóm alkoxy của APTES bị thủy phân tạo thành nhóm silanol (Si–OH), sau đó xảy ra phản ứng ngưng tụ với các nhóm hydroxyl (–OH) có sẵn trên bề mặt sợi thủy tinh, hình thành liên kết Si–O–Si bền vững. Quá trình này tạo ra một lớp phủ organosilane trên bề mặt sợi, trong đó các chuỗi hữu cơ (–CH₂–) mang tính kỵ nước hướng ra ngoài, làm giảm năng lượng bề mặt và hạn chế tương tác với nước [57].

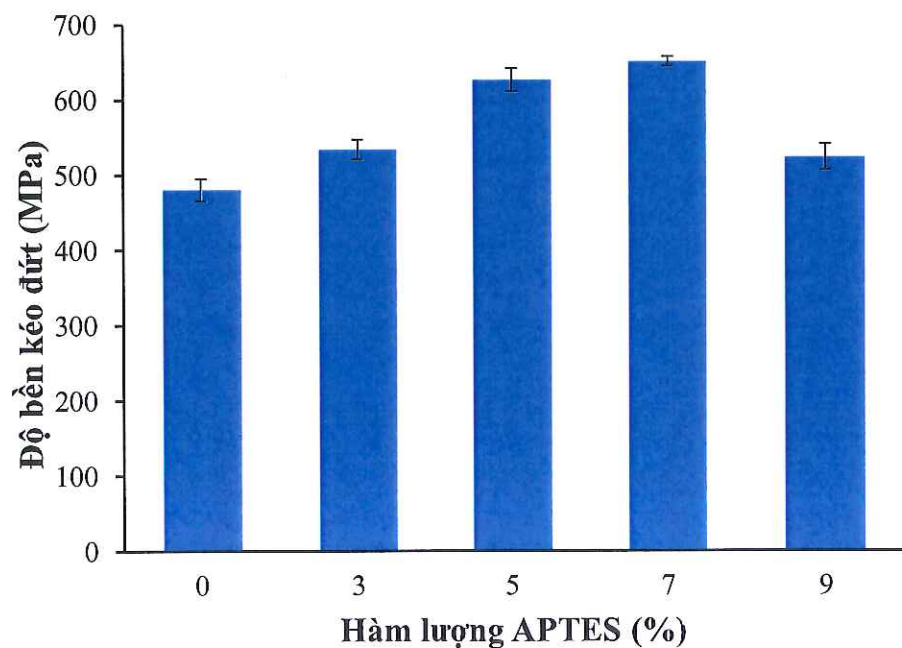
**Kết luận mục 3.1*

Kết quả nghiên cứu cho thấy thấy sợi thủy tinh đã được biến tính silane APTES thành công và làm thay đổi rõ rệt đặc tính bề mặt của sợi. Phổ FTIR xuất hiện các nhóm chức hữu cơ (C–H, N–H) và sự tăng cường dao động Si–O–Si chứng tỏ silane đã liên kết hóa học với bề mặt sợi thông qua phản ứng tạo liên kết siloxane (–Si–O–Si–). Ảnh SEM cho thấy sự tăng dần lớp phủ silane trên bề mặt sợi khi tăng hàm lượng silane. Đồng thời, góc tiếp xúc tăng từ 44,5° lên 63,7° cho thấy bề mặt sợi trở nên kém ưa nước hơn do sự hiện diện của các nhóm hữu cơ. Kết quả cho thấy hàm lượng APTES tối ưu để biến tính silane là 5%.

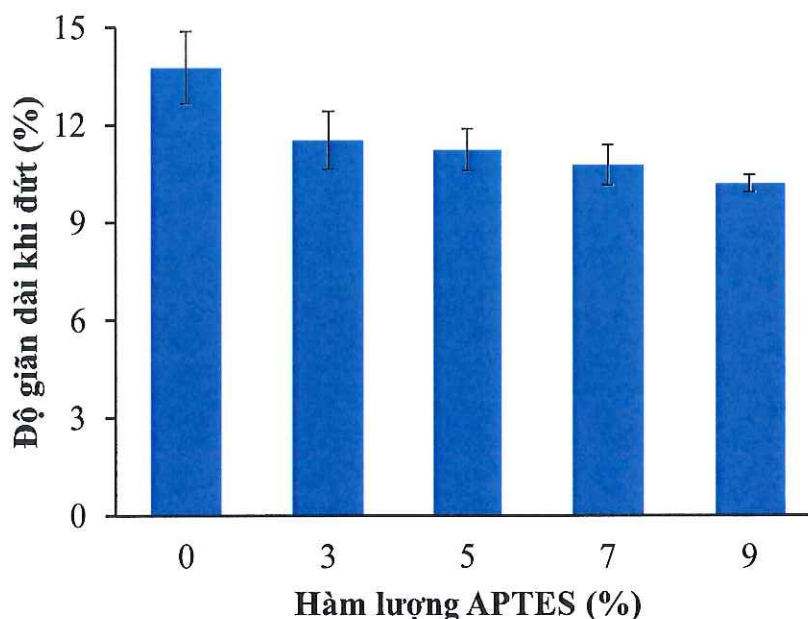
3.2. Nghiên cứu biến tính sợi dựa đại bằng tác nhân silane

3.2.1. Tính chất cơ học của sợi dựa đại

Tính chất cơ học của sợi dựa đại trước và sau xử lý APTES được thể hiện trên hình 3.5 và 3.6.



Hình 3.5. Độ bền kéo đứt của sợi dựa đại trước và sau khi biến tính APTES



Hình 3.6. Độ giãn dài khi đứt của sợi dứa đại trước và sau khi biến tính APTES

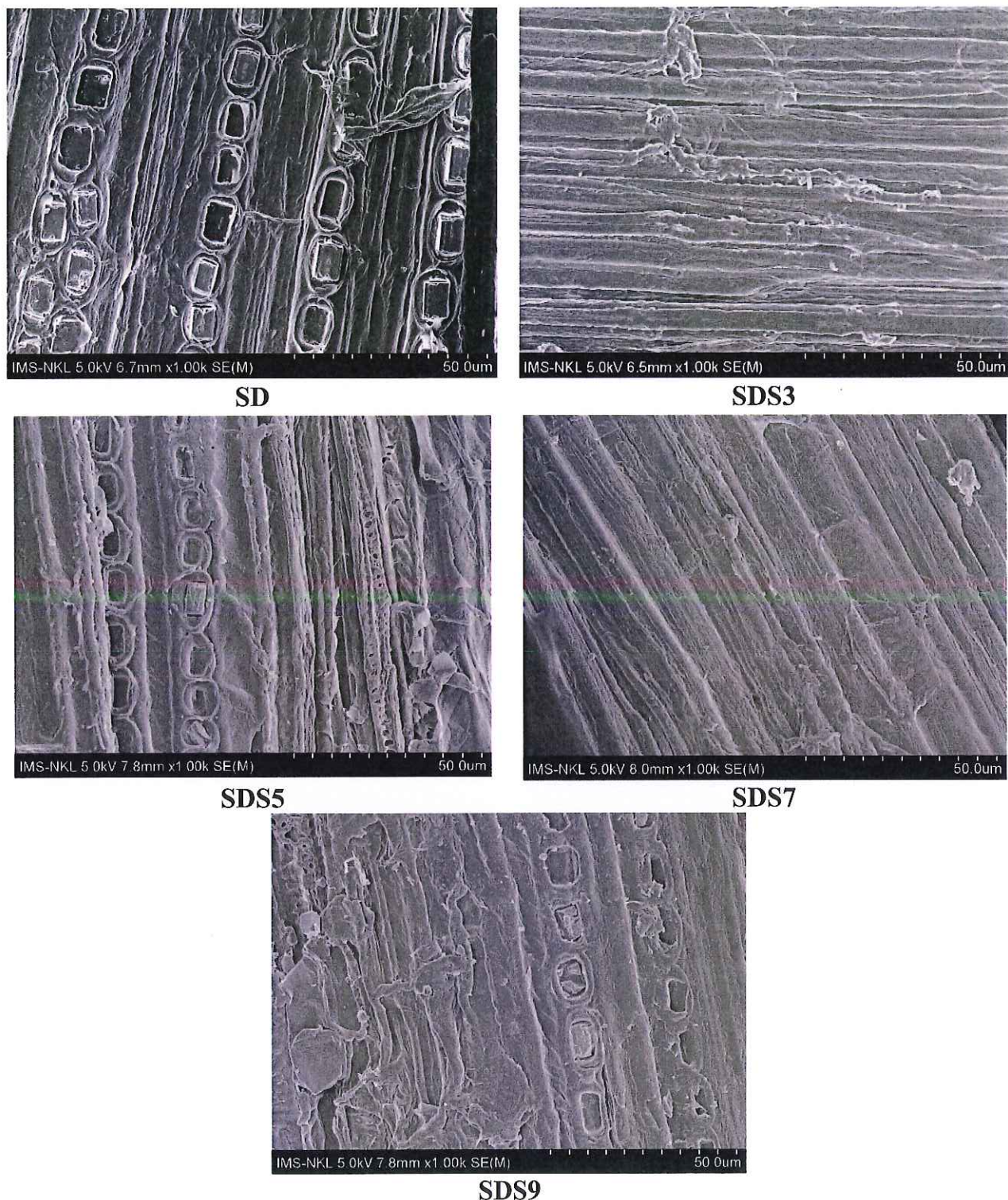
Kết quả cho thấy sợi dứa đại ban đầu có độ bền kéo đứt 480,47 MPa và độ dẫn dài khi đứt 13,33%. Độ bền kéo đứt của các mẫu sợi dứa đại biến tính silan đều cao hơn sợi dứa đại ban đầu. Khi tăng hàm lượng APTES từ 0% lên 7%, độ bền kéo đứt tăng dần và đạt giá trị cực đại 650,46 MPa tại 7%. Sự gia tăng độ bền kéo đứt khi tăng hàm lượng APTES 3-7% là do APTES sau thủy phân tạo nhóm silanol (Si-OH) có thể phản ứng với nhóm hydroxyl của cellulose, hình thành liên kết Si-O-C bền vững giữa bề mặt sợi dứa đại và tác nhân silan. Điều này giúp cải thiện đáng kể khả năng truyền ứng suất dọc theo sợi dẫn đến độ bền kéo cao hơn. Farooq Rauf và cộng sự cũng thấy rằng độ bền kéo đứt của sợi lanh được cải thiện khi được biến tính với silan [58]. Ngoài ra, xử lý APTES còn góp phần làm sạch bề mặt, loại bỏ các thành phần vô định hình, từ đó giảm khuyết tật và tăng độ đồng nhất cấu trúc [59].

Tuy nhiên, khi hàm lượng APTES tăng lên 9% độ bền kéo giảm mạnh xuống 523,16 MPa, cho thấy sự suy giảm rõ rệt về khả năng chịu lực. Nguyên nhân có thể do lượng silane dư thừa dẫn đến phản ứng tự ngưng tụ tạo liên kết Si-O-Si, không tham gia hiệu quả vào liên kết với cellulose. Các cấu trúc này đóng vai trò như các điểm yếu trong vật liệu.

Ngược lại độ dẫn dài khi đứt của các mẫu sợi dứa đại biến tính silan đều nhỏ hơn độ dẫn dài khi đứt của sợi dứa đại ban đầu. Điều này là do khi xử lý silan, các liên kết cộng hóa trị mạnh và mạng lưới liên kết ngang 3D được hình thành giữa các nhóm phản ứng hóa học và các nhóm hydroxyl của chuỗi cellulose. Cấu trúc mạng lưới này liên kết các chất hóa học với nhau cũng như với các sợi, do đó hạn chế độ giãn dài của sợi [60].

3.2.2. Hình thái học bề mặt của sợi dứa dại

Hình thái học bề mặt của sợi dứa dại trước và sau khi xử lý bằng APTES các hàm lượng khác nhau được thể hiện trên hình 3.7.

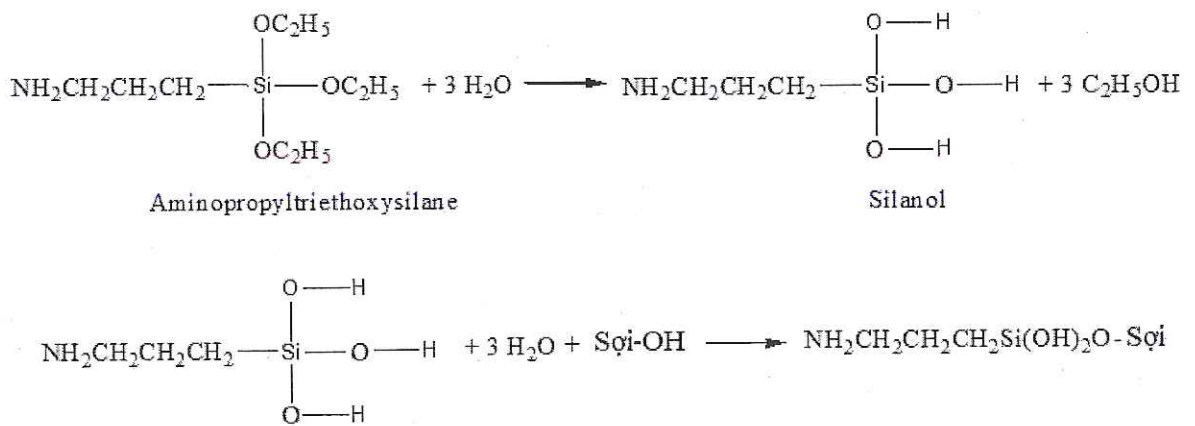


Hình 3.7. Hình thái học bề mặt của sợi dứa dại trước và sau khi xử lý bằng APTES với các hàm lượng 3, 5, 7, 9% (SDS3, SDS5, SDS7, SDS9)

Bề mặt sợi dứa dại ban đầu có độ nhám tương đối lớn do còn tồn tại các lớp tạp chất tự nhiên như lignin, hemicellulose, sáp bám trên bề mặt sợi [31]. Sau khi xử

lý bằng silane, bề mặt sợi trở nên nhẵn hơn rõ rệt. Puglia và cộng sự [61] báo cáo rằng sợi được xử lý bằng silane có bề mặt mịn hơn nhờ loại bỏ một phần lignin và hemicellulose khỏi bề mặt. Mohammad Asim và các cộng sự [28] cũng cho rằng sợi kenaf và sợi dứa sau khi xử lý silane cho bề mặt sạch hơn, loại bỏ được tạp chất. Việc loại bỏ các thành phần này giúp bề mặt sợi lộ rõ cấu trúc cellulose, tăng số lượng vị trí hoạt hóa cho phản ứng với tác nhân ghép nối, đồng thời cải thiện đáng kể độ bám dính liên pha giữa sợi và nền polymer [62].

Mẫu SDS5 và SDS7 xuất hiện lớp phủ silane mỏng đồng đều, cho thấy tác nhân silane đã hình thành lớp màng liên tục trên toàn bộ bề mặt sợi. Quá trình thủy phân APTES tạo các nhóm silanol (Si-OH). Các nhóm silanol này phản ứng với các nhóm hydroxyl có trên bề mặt sợi dứa đại hình thành liên kết cộng hóa trị bền vững với thành tế bào sợi và được hấp phụ hóa học lên bề mặt sợi. Ngoài ra, các nhóm silanol còn có khả năng tạo liên kết siloxane (Si-O-Si) bền vững làm tăng độ nhám bề mặt và cải thiện khả năng bám dính với nền polymer [31].

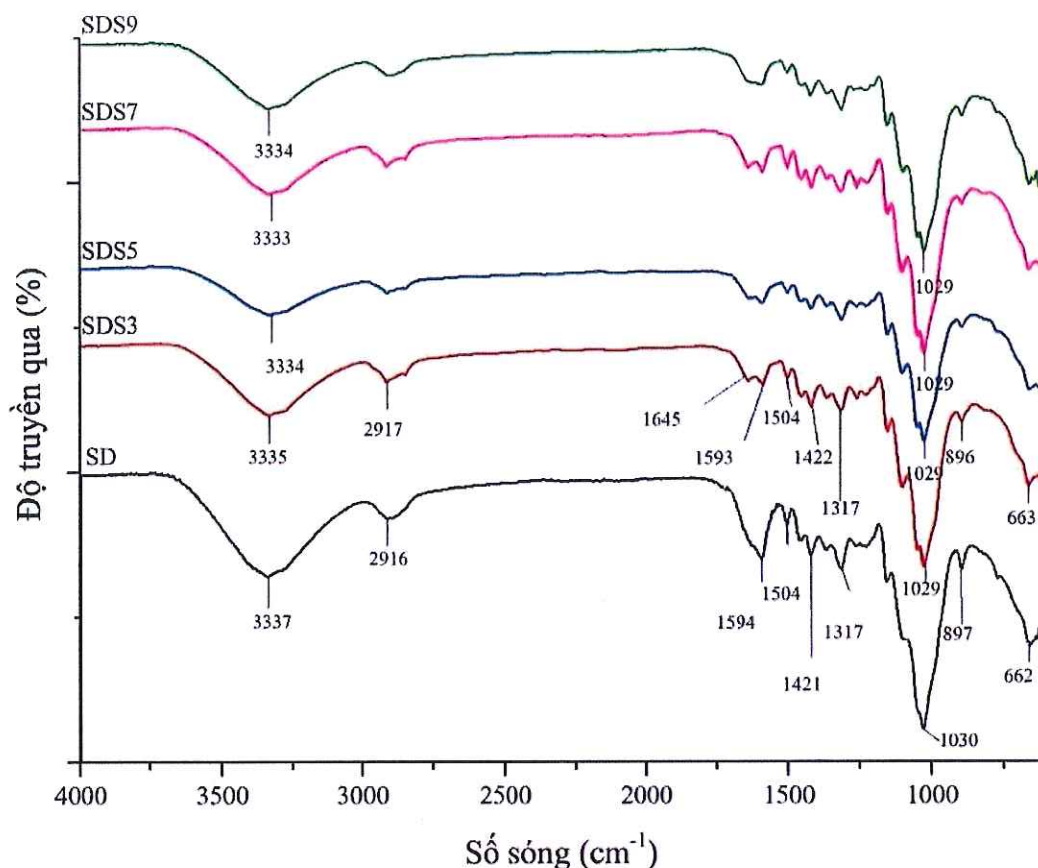


Hình 3.8. Sơ đồ phản ứng giữa silane APTES và sợi dứa đại [31]

Tuy nhiên khi tiếp tục tăng nồng độ silane, mẫu SDS9 xuất hiện hiện tượng kết tụ và lớp phủ quá dày làm giảm tính đồng đều có thể làm giảm khả năng phân tán của sợi trong composite.

3.2.3. Phổ hồng ngoại (FTIR) của sợi dứa đại

Phổ hồng ngoại của sợi dứa đại ban đầu và sau khi biến tính APTES được thể hiện trên hình 3.9.



Hình 3.9. Phổ FTIR của các mẫu sợi dứa đại và sợi dứa đại biến tính

Đối với mẫu SD, phổ FTIR thể hiện các dải hấp thụ đặc trưng của cấu trúc sợi tự nhiên. Pic hấp thụ rộng vùng 3337 cm^{-1} đặc trưng cho dao động hóa trị của nhóm OH của cellulose. Dải này có cường độ mạnh thể hiện tính ưa nước và sự tồn tại nhiều nhóm hydroxyl tự do trên bề mặt sợi [60]. Pic tại 2916 cm^{-1} đặc trưng cho dao động hóa trị của C–H trong nhóm CH_3 , CH_2 của cellulose. Pic tại 1594 cm^{-1} và 1504 cm^{-1} đặc trưng cho dao động của vòng thơm lignin. Pic ở 1421 cm^{-1} và 1317 cm^{-1} thể hiện dao động biến dạng của C–H trong cellulose [63]. Pic tại 1031 cm^{-1} đặc trưng của dao động hóa trị C–O–C và C–O của nhóm hydroxyl bậc một và bậc hai trong cellulose, lignin và các liên kết glycoside của chúng [64]. Pic tại 897 cm^{-1} đặc trưng cho dao động biến dạng uốn của =C–H [65]. Pic tại 662 cm^{-1} đặc trưng cho dao động biến dạng của C–H ngoài mặt phẳng trong lignin. Kết quả cho thấy khi xử lý silane đã loại bỏ thành phần hemicellulose, vẫn còn ít thành phần lignin.

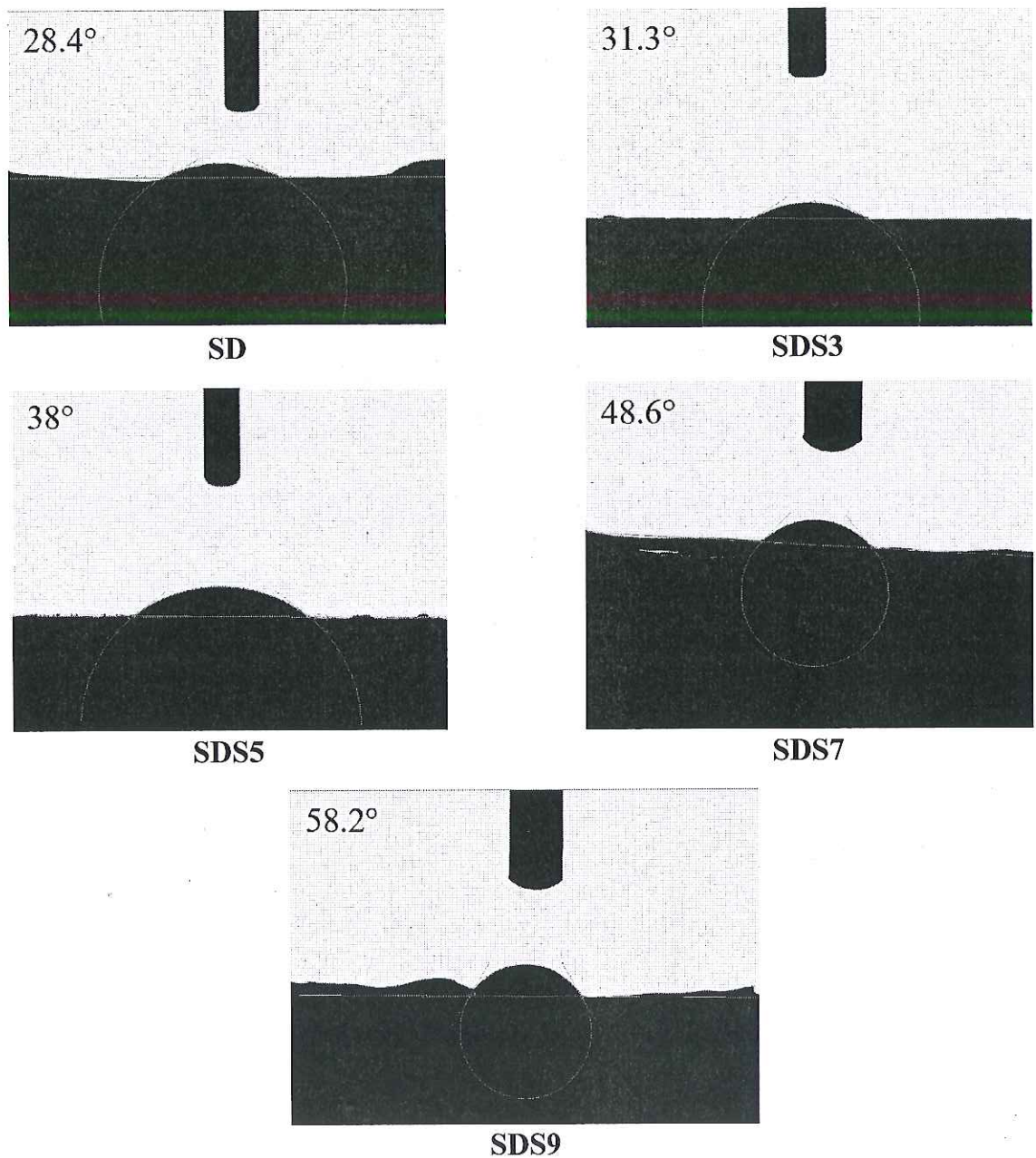
Khi biến tính silane, phổ FTIR xuất hiện thêm pic tại 1645 cm^{-1} thể hiện dao động uốn của N–H của APTES [66] cho thấy đã gắn silane thành công lên sợi dứa đại. Cường độ của pic đặc trưng cho nhóm OH giảm so với SD ban đầu do một phần nhóm hydroxyl trên cellulose đã phản ứng ngưng tụ với các nhóm silanol (Si–OH) của APTES, ở mẫu 9% APTES cường độ pic –OH tăng nhẹ do lượng APTES dư còn các silanol tự do chưa phản ứng. Pic này dịch chuyển về số sóng thấp hơn và giảm

cường độ cho thấy đã loại bỏ một phần các thành phần ưa nước như hemicellulose và một phần lignin góp phần làm giảm khả năng hấp thụ nước [67].

Pic đặc trưng của dao động C–O–C cũng giảm cường độ hấp thụ do liên kết glycosidic trong cellulose bị che phủ bởi lớp silane làm giảm khả năng hấp thụ hồng ngoại do chồng lấn giữa dao động C–O–C/C–O của cellulose và các dao động Si–O–Si / Si–O–C. Pic này cũng dịch chuyển về số sóng thấp hơn do sự hình thành liên kết hydro (liên kết Si–O–C) mới giữa APTES và bề mặt sợi yếu hơn liên kết cộng hóa trị C–O–C [17].

3.2.4. Góc tiếp xúc của sợi dứa dại

Góc tiếp xúc của sợi dứa dại trước và sau khi biến tính được thể hiện trên hình 3.10.



Hình 3.10. Góc tiếp xúc của sợi dứa dại trước và sau biến tính silane

Kết quả đo góc tiếp xúc cho thấy giá trị tăng dần từ 28,4° (SD) lên 58,2° (SDS9) khi hàm lượng APTES tăng. Sự gia tăng góc tiếp xúc cho thấy bề mặt sợi chuyển từ ưa nước sang kỵ nước hơn sau khi biến tính silane. Nguyên nhân là do các nhóm silanol của APTES phản ứng với nhóm hydroxyl (-OH) của sợi tạo bề mặt kỵ nước. Nhiều nghiên cứu về sợi tự nhiên biến tính silane, trong đó góc tiếp xúc của sợi sau biến tính luôn cao hơn so với sợi ban đầu do sự hình thành lớp polysiloxane kỵ nước trên bề mặt. Lilis Safitri cùng các cộng sự [52] cũng cho rằng góc tiếp xúc của sợi lanh sau biến tính silane cũng tăng mạnh. Sự gia tăng mật độ lớp silane khi tăng hàm lượng APTES cũng làm tăng độ phủ bề mặt và giảm số lượng nhóm phân cực tự do từ đó làm tăng góc tiếp xúc. Brent Spencer C. Siy [67] chứng minh rằng khi xử lý sợi abaca bằng silane cho thấy hiệu quả trong việc giải quyết vấn đề tính ưa nước vốn có trong sợi.

**Kết luận mục 3.2*

Kết quả nghiên cứu cho thấy quá trình biến tính sợi dựa đại bằng APTES đã làm thay đổi rõ rệt cấu trúc bề mặt và tính chất của sợi. Ảnh SEM cho thấy bề mặt sợi sau biến tính trở nên sạch và mịn hơn. Phân tích FTIR xác nhận sự hình thành các liên kết Si-O-Si và Si-O-C đồng thời cường độ nhóm -OH giảm chứng tỏ phản ứng ghép silane đã diễn ra thành công. Tính chất cơ học của sợi được cải thiện đáng kể với độ bền kéo đứt đạt giá trị cao nhất tại hàm lượng 7% APTES. Kết quả đo góc tiếp xúc cho thấy bề mặt sợi kỵ nước hơn góp phần nâng cao khả năng phân tán sợi-nhựa.

3.3. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi thủy tinh silane hóa

3.3.1. Tính chất cơ lý của composite PES/sợi thủy tinh

Tính chất cơ lý của các mẫu PES gia cường sợi thủy tinh không biến tính và có biến tính silane được tổng hợp trong bảng 3.1.

Bảng 3.1. Tính chất cơ lý của các mẫu composite PES/sợi thủy tinh

Tên mẫu	Độ bền kéo (MPa)	Độ bền uốn (Mpa)	Độ giãn dài khi đứt (%)
PES1	74,82 ± 2,64	118,35 ± 3,92	10,52 ± 0,38
PES-GF	87,21 ± 3,12	145,63 ± 4,80	8,73 ± 0,34
PES-GFS1	89,36 ± 2,95	148,25 ± 4,55	8,42 ± 0,27
PES-GFS3	92,12 ± 3,25	153,84 ± 5,10	7,88 ± 0,28
PES-GFS5	99,45 ± 3,41	161,64 ± 5,45	7,31 ± 0,23
PES-GFS7	96,78 ± 3,20	158,27 ± 5,23	6,95 ± 0,35

Kết quả cơ lý của vật liệu PES gia cường sợi thủy tinh cho thấy ảnh hưởng rõ rệt của hàm lượng APTES đến tính chất cơ lý của composite PES/sợi thủy tinh. Độ bền kéo và độ bền uốn đạt giá trị cao nhất tại mẫu PES-GFS5 sau đó giảm dần khi tiếp tục tăng hàm lượng APTES cụ thể ở mẫu PES-GFS5 độ bền kéo 99,45 MPa (tăng 32,92% so với PES1 và 14% so với PES-GF) và độ bền uốn 161,64 MPa (tăng 36,6% so với PES1 và 11,1% so với PES-GF). So sánh với các hệ composite PES/sợi thủy tinh đã được công bố cho thấy kết quả của mẫu PES-GFS5 phù hợp với xu hướng chung của vật liệu PES gia cường sợi thủy tinh. Theo dữ liệu vật liệu thương mại đối với PES gia cường khoảng 20% sợi thủy tinh, độ bền kéo thường nằm trong khoảng 81,4 - 150 MPa, độ giãn dài khi đứt khoảng 1,5 - 5,0% và độ bền uốn khoảng 138 - 193 MPa [70]. Trong nghiên cứu này, mẫu PES-GFS5 có độ bền kéo đạt 99,45 MPa và độ bền uốn đạt 161,64 MPa, đều nằm trong vùng giá trị của vật liệu PES gia cường sợi thủy tinh thương mại.

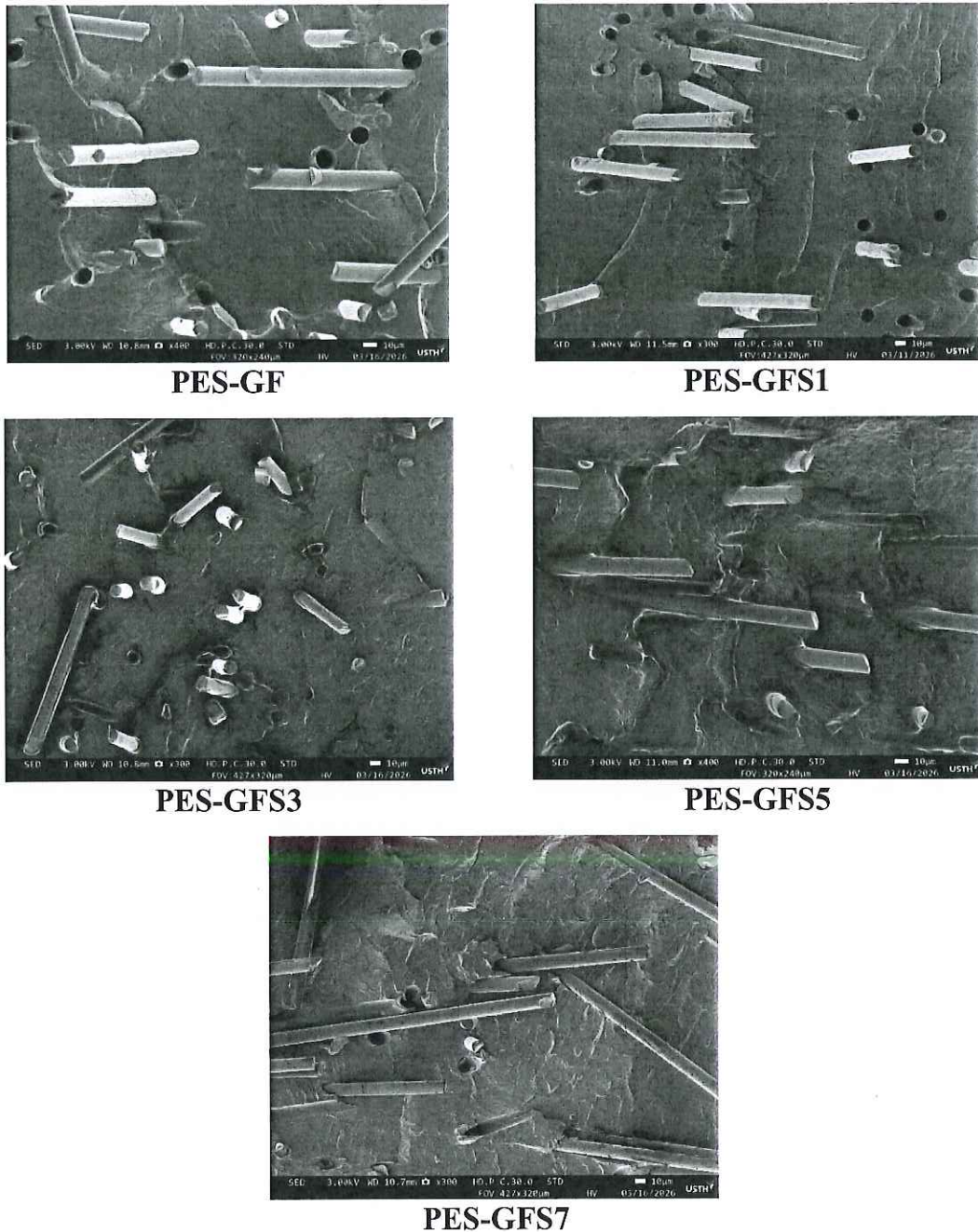
Ở hàm lượng 1% lượng APTES chưa đủ để phủ kín bề mặt sợi, dẫn đến mật độ liên kết Si-O-Si hình thành còn hạn chế, nên khả năng tương hợp và truyền ứng suất giữa hai pha chưa được cải thiện đáng kể. Khi tăng lên 3-5%, lớp silane phân bố đồng đều hơn trên bề mặt sợi, tăng cường liên kết liên pha và truyền ứng suất hiệu quả nhất. Tuy nhiên, khi hàm lượng APTES tiếp tục tăng lên 7% độ bền kéo và độ bền uốn có xu hướng giảm nhẹ (96,78 MPa và 158,27 MPa). Nguyên nhân có thể do hiện tượng tự ngưng tụ của silane dẫn đến hình thành lớp phủ dày không đồng nhất trên bề mặt sợi.

Độ giãn dài khi đứt giảm dần khi gia cường thêm sợi thủy tinh và khi tăng hàm lượng silane, từ 10,52 % ở mẫu PES1 xuống 8,73% PES-GF và 6,95% ở mẫu PES-GFS7. Kết quả cho thấy silane đã làm tăng độ bám dính liên pha giữa sợi và nền PES, hạn chế sự trượt của sợi trong nền và làm vật liệu trở nên cứng, giòn hơn dẫn đến độ giãn dài khi đứt giảm [38].

Sherif và cộng sự cho rằng tương tác liên pha giữa sợi thủy tinh và nền PES giữ vai trò quyết định đến độ bền cơ học của composite, khi độ bền uốn, độ bền kéo, khả năng thấm ướt và bám dính liên pha được cải thiện [24]. Trong nghiên cứu này, mẫu PES-GFS5 cũng có kết quả độ bền kéo và độ bền uốn tăng đáng kể, tuy nhiên giá trị cơ học đạt được vẫn thấp hơn nghiên cứu của Sherif và cộng sự do khác biệt về dạng sợi, hàm lượng sợi và phương pháp gia công.

3.3.2. Hình thái học bề mặt gãy của composite PES/sợi thủy tinh

Để đánh giá trực quan sự liên kết giao diện giữa nhựa nền PES và sợi thủy tinh, hình thái học bề mặt gãy của các mẫu được thể hiện trên hình 3.11.



Hình 3.11. Ảnh SEM bề mặt gãy của composite PES/sợi thủy tinh

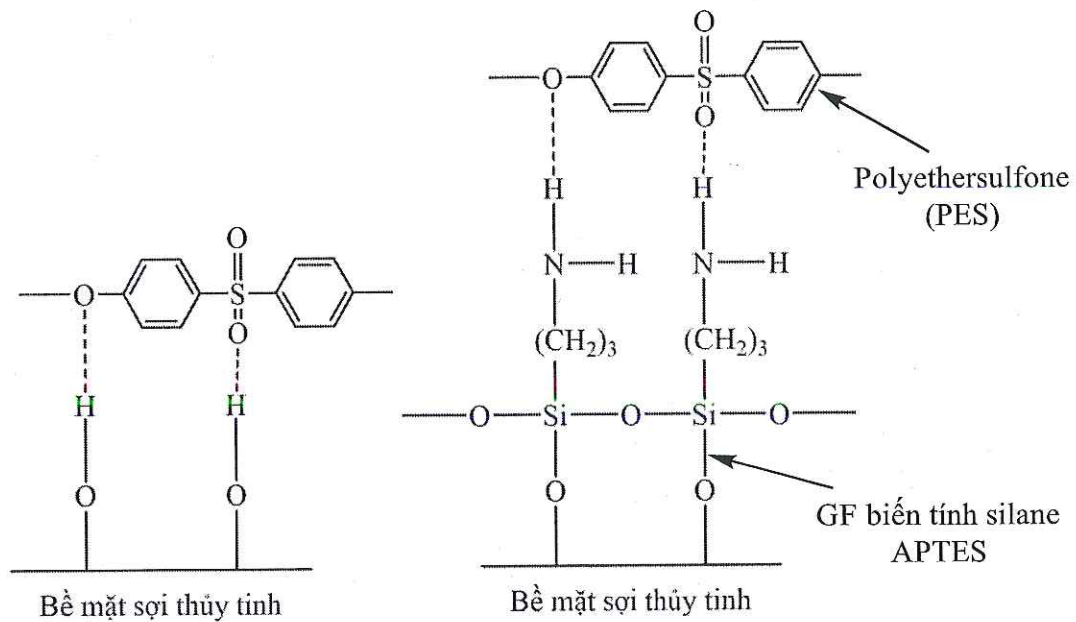
Khi biến tính nhựa PES bằng GF có thể quan sát thấy rõ sự xuất hiện của các lỗ rỗng và hiện tượng kéo tuột sợi (fiber pull-out). Bề mặt sợi tương đối nhẵn và ít nhựa bám dính. Điều này cho thấy liên kết liên pha giữa sợi thủy tinh và nền PES còn yếu. Ảnh SEM bề mặt gãy của các mẫu PES/sợi thủy tinh biến tính silane cho thấy sự tương hợp giữa sợi thủy tinh và nền nhựa PES được cải thiện so với GF ban đầu.

Khi sợi được biến tính với APTES ở hàm lượng thấp (1%), mức độ bám dính giữa sợi và nền có cải thiện nhẹ thể hiện qua việc giảm phần nào các lỗ trống. Tuy nhiên vẫn quan sát thấy hiện tượng tách pha chứng tỏ ở hàm lượng 1% lớp silane hình thành trên bề mặt sợi GF chưa đủ để cải thiện sự kết dính của sợi GF và nhựa nền

PES.

Ở mẫu PES-GFS3 và PES-GFS5 sợi được phân tán tốt trong nền PES, không xuất hiện lỗ rỗng và hiện tượng kéo sợi. Một số sợi có dấu hiệu bị đứt ngang thay vì bị kéo tuột, cho thấy liên kết liên pha đã được tăng cường rõ rệt giúp ứng suất truyền hiệu quả từ nền nhựa sang sợi.

Khi tiếp tục tăng hàm lượng APTES (PES-GFS7) mặc dù vẫn duy trì được mức độ bám dính tương đối tốt nhưng bắt đầu xuất hiện một số vùng không đồng nhất và lỗ rỗng. Điều này có thể do hiện tượng dư thừa silane dẫn đến tự ngưng tụ hình thành lớp phủ không đều trên bề mặt sợi làm giảm hiệu quả liên kết tại một số vị trí.

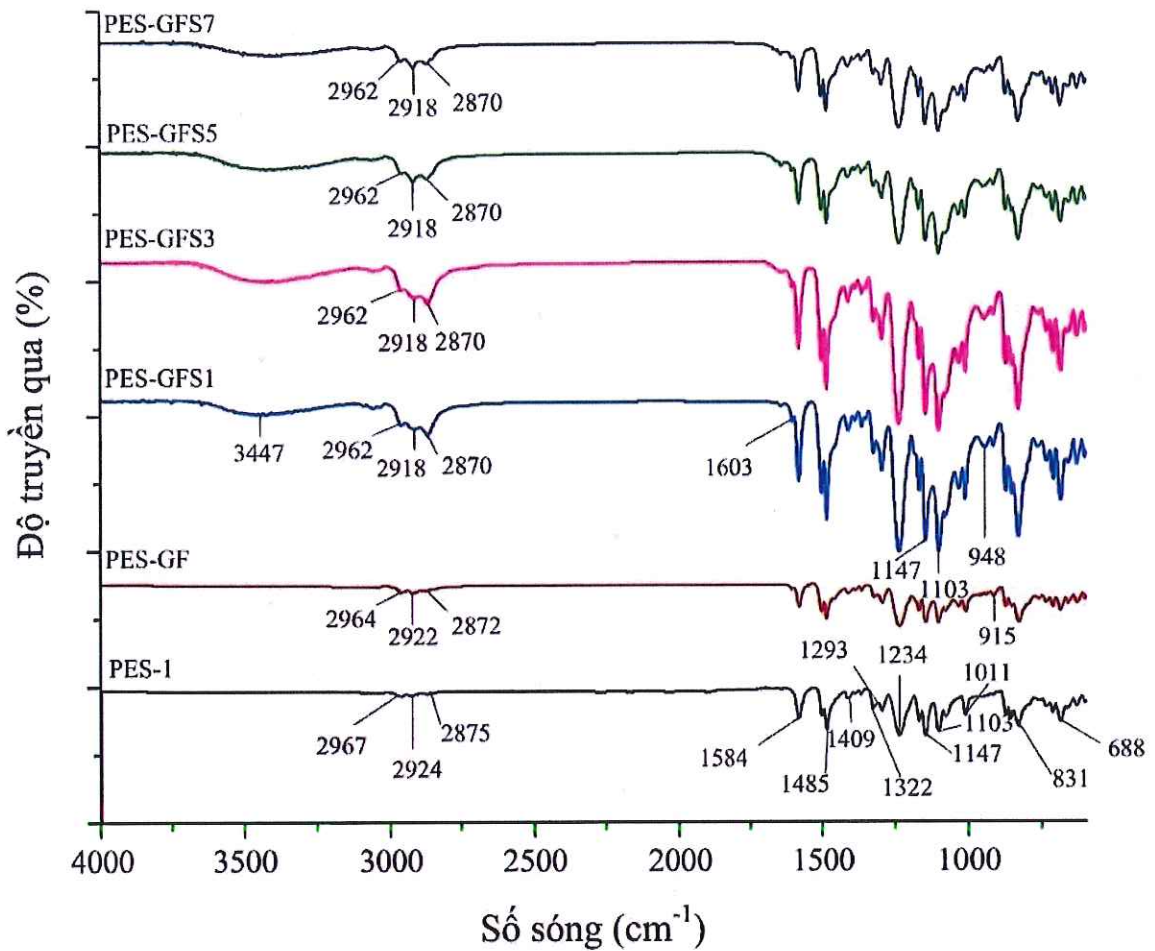


Hình 3.12. Sơ đồ tương tác giữa sợi thủy tinh chưa biến tính và sợi thủy tinh biến tính bằng silane APTES với nền nhựa PES [38]

3.3.3. Phổ hồng ngoại (FTIR) của composite PES/sợi thủy tinh

Phổ hồng ngoại của các mẫu composite trước và sau biến tính được thể hiện trên hình 3.13.

Phổ FTIR của nhựa PES ban đầu (PES-1) thể hiện các dải hấp thụ đặc trưng của cấu trúc sulfone. Pic ở 2967 cm^{-1} , 2924 cm^{-1} và 2868 cm^{-1} đặc trưng cho dao động hóa trị của C-H trong vòng thơm [68]; pic ở 1584 cm^{-1} và 1485 cm^{-1} đặc trưng cho dao động hóa trị C=C trong vòng thơm; pic ở 1322 cm^{-1} và 1234 cm^{-1} dao động hóa trị C-O-C ; pic ở 1151 cm^{-1} và 1103 cm^{-1} đặc trưng cho dao động hóa trị S=O [65], một nghiên cứu khác cho rằng pic 1293 cm^{-1} và 1147 cm^{-1} đặc trưng cho dao động của SO_2 , dao động uốn ngoài mặt phẳng của liên kết C-H trên vòng benzen bị thế ở vị trí para xuất hiện rõ rệt tại pic 829 cm^{-1} , pic ở 688 cm^{-1} là đặc trưng của C_6H_5 (nhóm phenyl) [38].

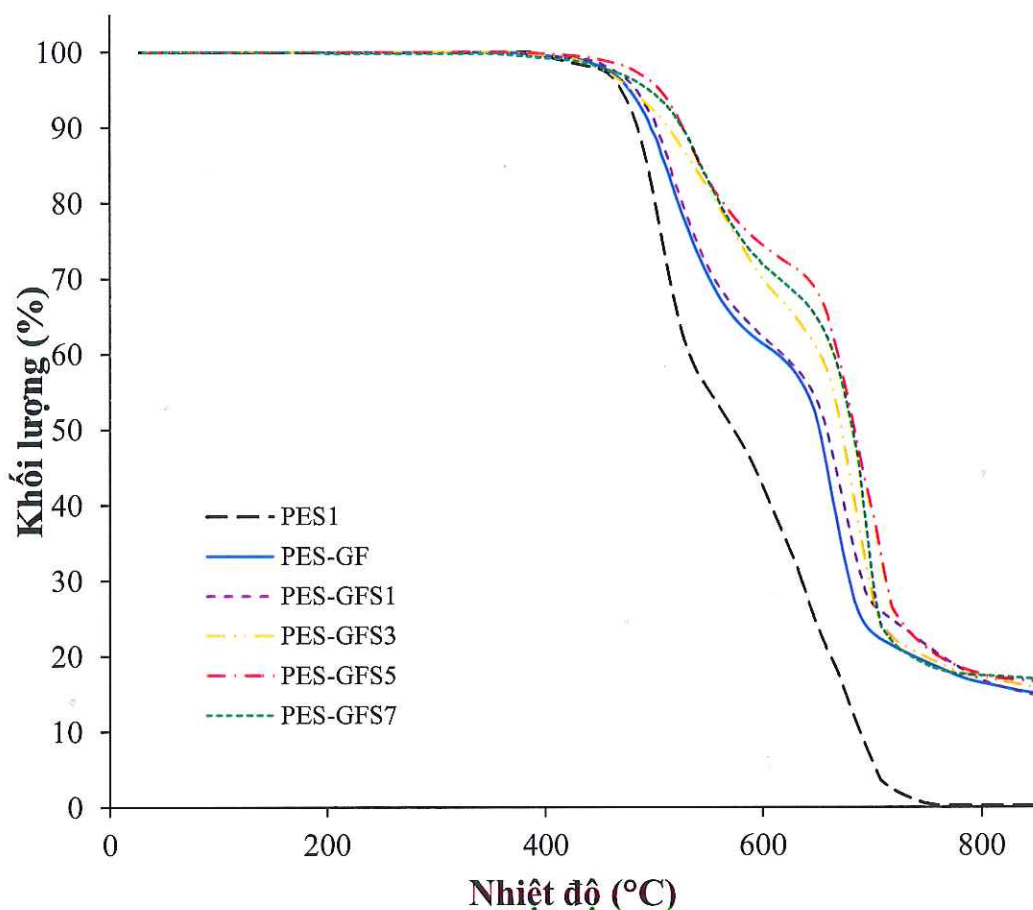


Hình 3.13. Phổ hồng ngoại của composite PES/sợi thủy tinh

Khi tăng hàm lượng silane từ PES-GFS1 đến PES-GFS3, cường độ các pic N-H, C-H và Si-O tăng dần do lượng silane gắn lên bề mặt sợi thủy tinh tăng hình thành nhiều liên kết Si-O-Si và Si-O. Tuy nhiên, ở PES-GFS5 và PES-GFS7 cường độ pic giảm do bề mặt sợi đã gần bão hòa, silane dư chủ yếu tự ngưng tụ tạo lớp polysiloxane đa lớp hoặc kết tụ làm giảm hiệu quả liên kết với bề mặt sợi [55]. Đồng thời, các pic C-H dịch chuyển về số sóng thấp hơn là do sự hình thành mạng siloxane bền hơn và tăng tương tác liên kết hydro làm giảm năng lượng dao động của các liên kết tương ứng.

3.3.4. Phân tích nhiệt trọng lượng của composite PES/sợi thủy tinh

Ảnh hưởng của hàm lượng tác nhân gia cường sợi thủy tinh khác nhau đến đặc trưng của nhiệt TGA được thể hiện trên hình 3.14.



Hình 3.14. Giảm đồ TGA của các mẫu PES/sợi thủy tinh

Kết quả cho thấy các mẫu PES1 và PES gia cường sợi thủy tinh đều rất bền nhiệt. Theo một số tài liệu tham khảo nhiệt độ bắt đầu phân hủy được xác định tại nhiệt độ hao hụt 5% khối lượng ($T_{5\%}$). Nhiệt độ bắt đầu phân hủy của mẫu PES1 \approx 470 °C và gần như phân hủy hoàn toàn ở 800°C đặc trưng cho vật liệu polymer hữu cơ. Quá trình phân hủy diễn ra mạnh trong vùng 470–700°C tương ứng với sự đứt gãy mạch chính của polymer và phân hủy các liên kết ether (–O–) và sulfone (–SO₂–) trong cấu trúc [63].

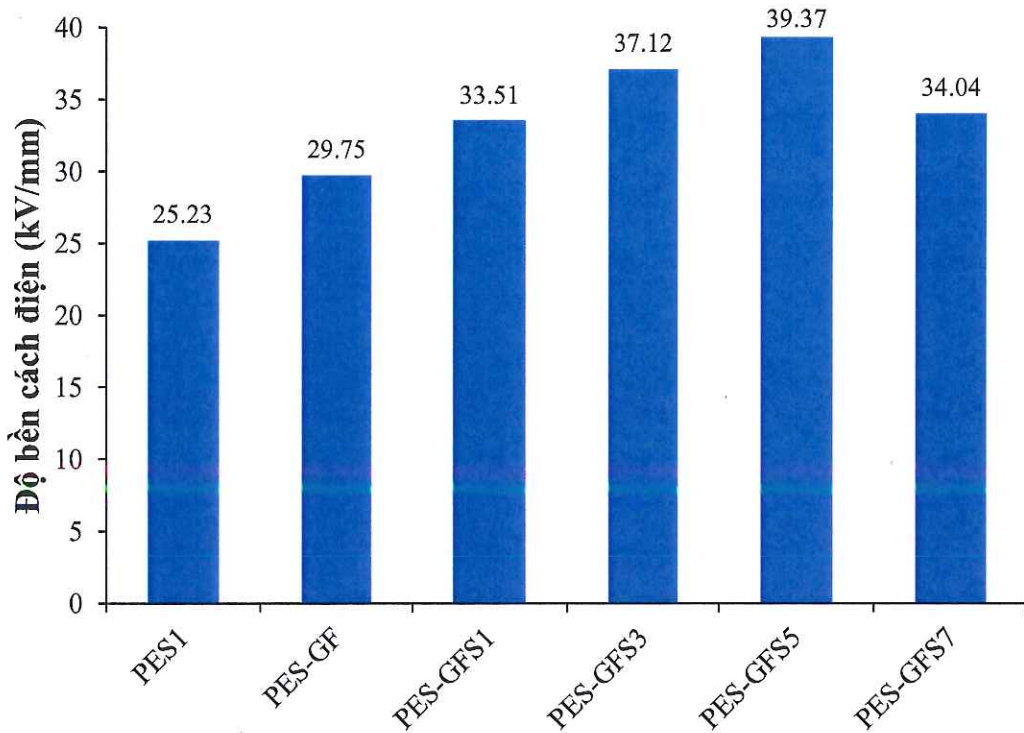
Khi gia cường sợi thủy tinh, các mẫu composite phân hủy ở nhiệt độ cao hơn chứng tỏ độ bền nhiệt của vật liệu được cải thiện rõ rệt. Mẫu PES-GF có nhiệt độ bắt đầu phân hủy cao hơn (478 °C) so với PES1. Ở các mẫu composite PES sử dụng sợi thủy tinh biến tính silane nhiệt bắt đầu phân hủy cao hơn PES-GF và PES1. Ở hàm lượng APTES 1-5%, hàm lượng APTES càng tăng thì độ bền nhiệt của PES-GFS càng tăng (485°C-506°C). Điều này cho thấy APTES đóng vai trò như một tác nhân ghép nối tạo cầu nối hóa học giữa bề mặt sợi và nền PES thông qua các liên kết siloxane (Si–O–Si), từ đó tăng cường liên kết liên pha và làm chậm quá trình phân hủy nhiệt. Tuy nhiên, khi hàm lượng APTES tiếp tục tăng lên (mẫu GFS7) nhiệt độ bắt đầu phân hủy giảm nhẹ xuống khoảng 496°C do lớp silane dư làm giảm hiệu quả

liên kết.

Kết quả còn cho thấy các mẫu composite đều có lượng cận $\approx 15\%$ tương ứng với hàm lượng sợi thủy tinh được thêm vào. Sợi thủy tinh là vật liệu vô cơ không bị phân hủy trong khoảng nhiệt khảo sát, góp phần nâng cao độ ổn định nhiệt của vật liệu composite.

3.3.5. Độ bền cách điện của composite PES/sợi thủy tinh

Kết quả đo độ bền cách điện của các mẫu PES và PES biến tính sợi thủy tinh được thể hiện trên hình 3.15.



Hình 3.15. Độ bền cách điện của composite PES/sợi thủy tinh

Kết quả cho thấy độ bền cách điện của vật liệu tăng rõ rệt khi gia cường sợi thủy tinh. Cụ thể, giá trị tăng từ 25,23 kV/mm (PES1) lên 29,75 kV/mm (PES-GF) và đạt giá trị cao nhất 39,37 kV/mm tại PES-GFS5 sau đó giảm nhẹ còn 34,04 kV/mm ở PES-GFS7. Điều này là do sự tăng cường liên kết liên pha, giảm khuyết tật vi mô và hạn chế sự hình thành các kênh dẫn điện trong vật liệu. Khi hàm lượng silane vượt quá mức tối ưu (GFS7), độ bền cách điện có xu hướng giảm nhẹ. Nguyên nhân là do sự dư thừa silane dẫn đến hiện tượng kết tụ và hình thành lớp phủ không đồng đều, tạo ra các vùng khuyết tật tập trung điện trường làm giảm độ bền cách điện.

3.4. Nghiên cứu biến tính nhựa PES sử dụng sợi dứa đại silane hóa

3.4.1. Tính chất cơ lý của composite PES/sợi dứa đại

Kết quả tính chất cơ lý của các mẫu nhựa PES gia cường sợi dứa đại silane hóa được tổng hợp trong bảng 3.2.

Bảng 3.2. Tính chất cơ lý của các mẫu nhựa PES gia cường sợi dứa đại silane hóa

Tên mẫu	Độ bền kéo (MPa)	Độ bền uốn (MPa)	Độ giãn dài khi đứt (%)
PES2	72,51 ± 2,35	116,32 ± 3,85	10,66 ± 0,37
PES-SD	68,42 ± 2,12	92,15 ± 3,20	9,12 ± 0,34
PES-SDS3	73,76 ± 2,45	97,84 ± 3,57	8,34 ± 0,31
PES-SDS5	80,12 ± 2,86	105,38 ± 3,92	7,65 ± 0,30
PES-SDS7	84,83 ± 2,95	110,47 ± 3,77	7,98 ± 0,28
PES-SDS9	76,95 ± 2,74	103,62 ± 3,81	6,83 ± 0,26

Kết quả cho thấy việc gia cường sợi dứa và biến tính silane có ảnh hưởng rõ rệt đến tính chất cơ học của vật liệu PES. Cụ thể, mẫu PES-SD chưa biến tính có độ bền kéo và độ bền uốn thấp hơn PES nguyên sinh do khả năng bám dính kém giữa sợi và nền polymer. Khi biến tính silane, độ bền kéo và độ bền uốn tăng dần theo hàm lượng tác nhân biến tính. Với độ bền kéo tăng từ 68,42 MPa (PES-SD) lên 84,83 MPa (PES-SDS7) và độ bền uốn tăng từ 92,15 MPa lên 110,47 MPa do các liên kết hóa học giữa silane và bề mặt sợi giúp tăng cường liên kết liên pha và khả năng truyền ứng suất trong vật liệu. Tuy nhiên, khi hàm lượng silane tăng quá mức (PES-SDS9) độ bền kéo và độ bền uốn giảm nhẹ do hiện tượng kết tụ silane và lớp phủ không đồng đều làm suy giảm hiệu quả phân tán sợi.

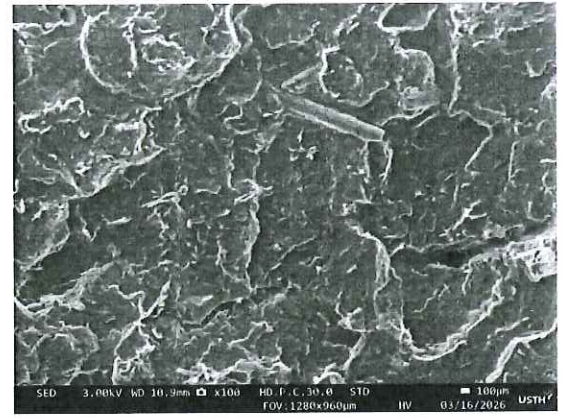
Độ giãn dài khi đứt giảm dần khi gia cường sợi dứa và tăng hàm lượng silane (từ 10,66% xuống 7,65%). Nguyên nhân do sợi dứa hạn chế chuyển động của mạch polymer khiến mẫu trở nên cứng và giòn hơn. Sayeed và cộng sự khi nghiên cứu composite polypropylene gia cường sợi lá dứa cũng ghi nhận việc bổ sung sợi tự nhiên có thể cải thiện độ bền kéo và độ bền uốn của vật liệu khi sự phân tán sợi và tương tác sợi – nền được bảo đảm [69].

3.4.2. Hình thái học bề mặt gãy của composite PES/sợi dứa đại

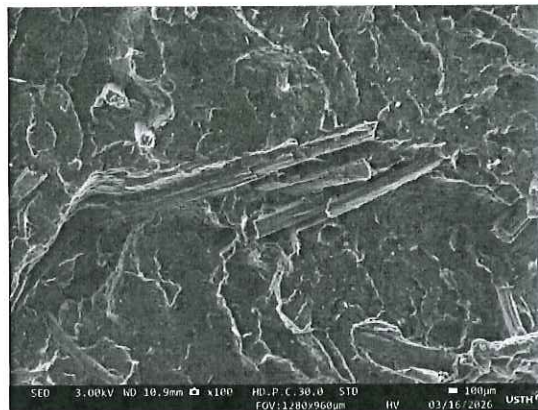
Để đánh giá trực quan sự liên kết giao diện giữa ma trận và sợi, hình thái học bề mặt gãy của các mẫu composite PES/sợi dứa đại được thể hiện trên hình 3.16.



PES-SD



PES-SDS3



PES-SDS5



PES-SDS7



PES-SDS9

Hình 3.16. Ảnh SEM bề mặt gãy của các mẫu PES biến tính sợi dừa đại

Quan sát ảnh SEM cho thấy sự thay đổi rõ rệt về hình thái bề mặt gãy của vật liệu PES gia cường sợi dừa đại với hàm lượng silane khác nhau.

Ở mẫu sử dụng sợi dừa đại chưa biến tính, bề mặt gãy xuất hiện nhiều bó sợi chưa tách rời hoàn toàn cùng với các lỗ rỗng và khe hở tại vùng tiếp xúc giữa sợi và nền PES. Ngoài ra, có hiện tượng kéo tuột sợi cho thấy sự kém tương hợp giữa pha ưa nước (sợi tự nhiên) và nền polymer kỵ nước. Điều này giải thích cho giá trị độ bền kéo và độ bền uốn thấp của vật liệu.

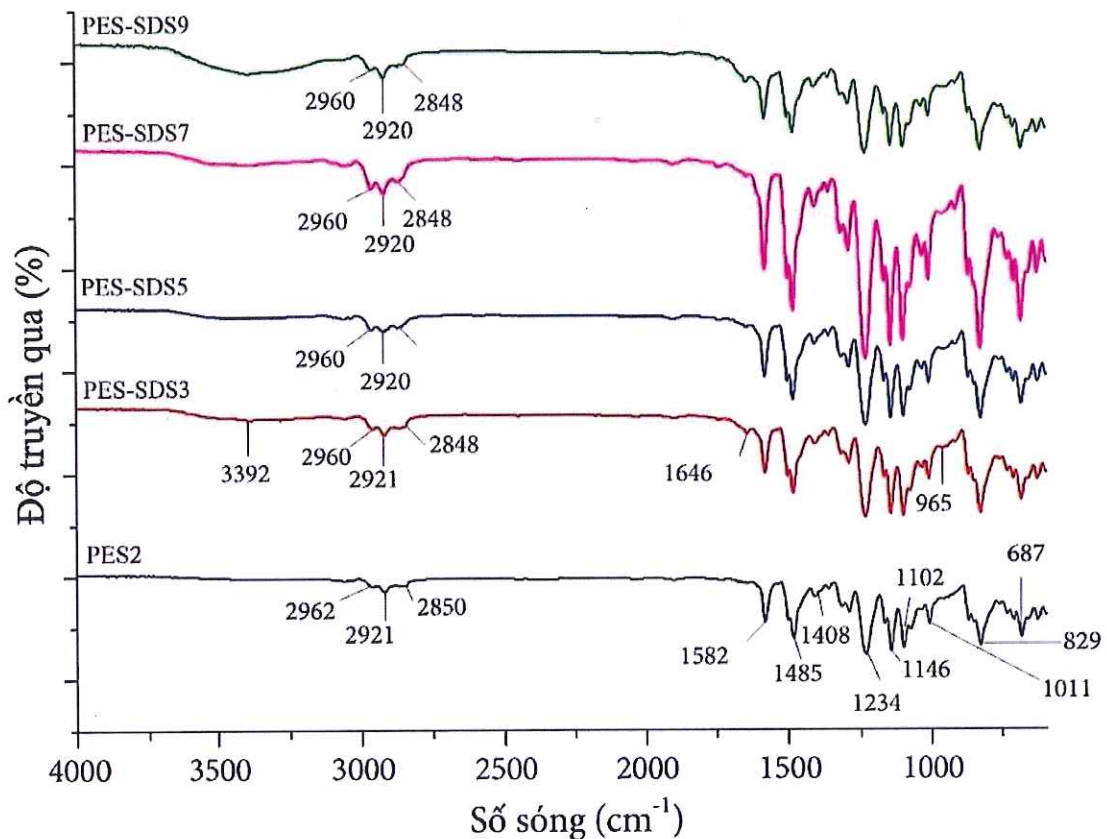
Sau khi biến tính bằng APTES, bề mặt sợi sạch hơn giảm tạp chất (lignin,

hemicellulose) và tăng độ nhám từ đó cải thiện khả năng bám dính cơ học với nền PES. Ảnh SEM của các mẫu PES-SDS cho thấy sự giảm đáng kể khoảng rỗng và hiện tượng kéo tuột sợi đồng thời quan sát thấy nhiều sợi bị đứt gãy cùng nền nhựa. Điều này chứng tỏ sợi đã được phân tán tốt vào nền nhựa PES. Cơ chế này được giải thích do quá trình silane hóa: các nhóm ethoxy của APTES thủy phân tạo silanol (Si-OH) sau đó liên kết với các nhóm -OH trên bề mặt cellulose của sợi dừa tạo cầu nối Si-O-C, trong khi nhóm amin (-NH₂) đóng vai trò tạo liên kết với nền PES. Lớp trung gian silane giúp tăng cường liên kết giữa hai pha đồng thời giảm tính ưa nước của sợi, góp phần cải thiện phân tán trong nền polymer.

Ở hàm lượng silane tối ưu (SDS7) cấu trúc sợi phân tán đồng đều nhất, bề mặt gãy ít khuyết tật tương ứng với giá trị cao nhất của độ bền kéo và độ bền uốn trong bảng 3.2. Tuy nhiên, khi hàm lượng silane tăng lên 9% xuất hiện hiện tượng kết tụ/vón cục sợi làm giảm độ đồng nhất dẫn đến sự suy giảm các tính chất cơ lý của vật liệu composite.

3.4.3. Phổ hồng ngoại (FTIR) của composite PES/sợi dừa đại

Phổ hồng ngoại của mẫu PES chứa các hàm lượng APTES biến tính gia cường sợi dừa đại khác nhau được trình bày trong hình 3.17.



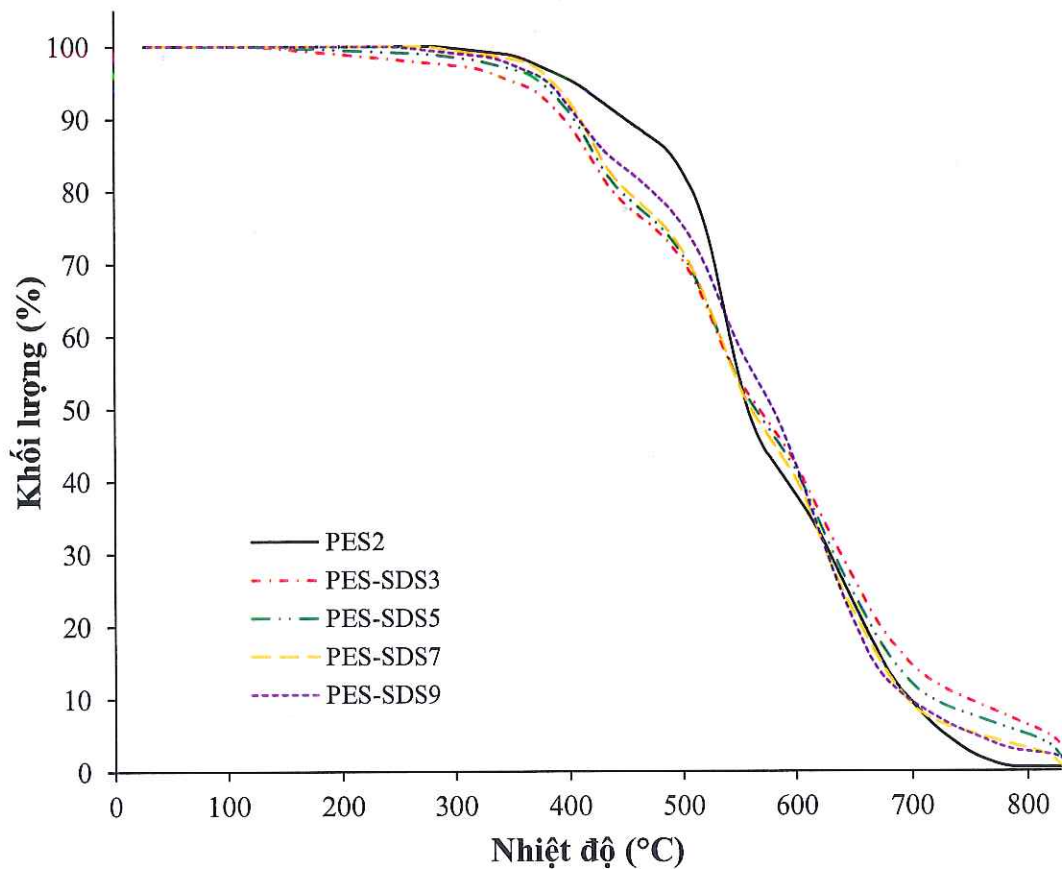
Hình 3.17. Phổ hồng ngoại của các mẫu composite PES/sợi dừa đại

Sau khi gia cường sợi dựa biến tính silane vào nền PES, phổ FTIR ngoài các đỉnh đặc trưng của PES còn xuất hiện thêm pic mới ở 3392 cm^{-1} đặc trưng cho dao động hóa trị của OH của cellulose hoặc dao động hóa trị N–H của silane [45], pic tại 1646 cm^{-1} đặc trưng cho dao động biến dạng uốn của N–H [46] và pic tại 965 cm^{-1} đặc trưng cho dao động của Si–O. Khi tăng nồng độ APTES biến tính, các pic trên có xu hướng tăng dần từ PES-SDS3 đến PES-SDS7 sau đó giảm cường độ ở PES-SDS9.

Ở hàm lượng 7%, các liên kết Si–O–Si, Si–O–C và các tương tác hydro giữa nhóm amin của silane với các nhóm phân cực trong hệ được hình thành rõ rệt làm tăng cường độ các dải hấp thụ đặc trưng làm từ đó làm tăng độ bền kéo và độ bền uốn của composite. Ở nồng độ cao hơn (PES-SDS9), cường độ pic giảm do bề mặt sợi đạt trạng thái bão hòa, phần silane dư ngưng tụ tạo lớp phủ đa lớp làm giảm khả năng phân tán.

3.4.4. Phân tích nhiệt trọng lượng của composite PES/sợi dựa đại

Ảnh hưởng của hàm lượng tác nhân gia cường sợi dựa đại khác nhau đến độ bền nhiệt của composite PES/sợi dựa đại được thể hiện trên hình 3.18.



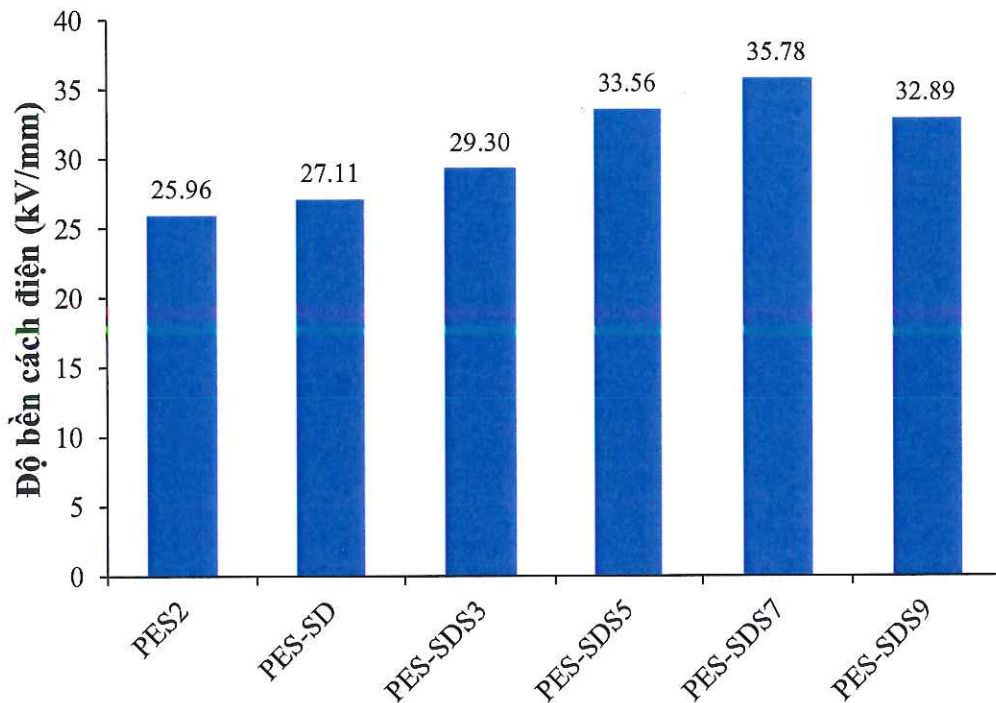
Hình 3.18. Giản đồ nhiệt TGA của các mẫu composite PES/sợi dựa đại

Kết quả cho thấy mẫu PES2 và các composite PES gia cường sợi dựa đại có độ bền nhiệt tương đối cao. Tuy nhiên các mẫu composite sợi dựa đại đều có nhiệt độ

bắt đầu phân hủy thấp hơn so với mẫu PES2. Ngoài ra, nhiệt độ bắt đầu phân hủy của hệ composite này thấp hơn so với composite PES/sợi thủy tinh do sợi dứa dại là vật liệu hữu cơ, gồm cellulose, hemicellulose và lignin - các thành phần dễ phân hủy ở nhiệt độ thấp [55]. Ở hàm lượng APTES 3–7%, hàm lượng APTES càng tăng thì độ bền nhiệt của composite PES/sợi dứa dại càng tăng (353–386 °C). Tuy nhiên, khi hàm lượng APTES tiếp tục tăng lên nhiệt độ bắt đầu phân hủy của mẫu PES-SDS9 giảm nhẹ xuống khoảng 382 °C. Sau 800 °C các mẫu composite PES/sợi dứa dại phân hủy gần như hoàn toàn.

3.4.5. Độ bền cách điện của composite PES/sợi dứa dại

Kết quả đo độ bền cách điện của các mẫu composite PES/sợi dứa dại được thể hiện trên hình 3.19.



Hình 3.19. Độ bền cách điện của các mẫu composite PES/sợi dứa dại

Kết quả cho thấy độ bền cách điện của các mẫu composite được cải thiện khi gia cường sợi dứa và sợi dứa biến tính. Cụ thể, độ bền cách điện của vật liệu PES-SD tăng dần theo hàm lượng silane, từ 25,96 kV/mm (PES2) lên 27,11 kV/mm (PES-SD) và đạt cực đại 35,78 kV/mm tại PES-SDS7, sau đó giảm còn 32,89 kV/mm ở PES-SDS9. Sự gia tăng độ bền cách điện từ PES-SD đến PES-SDS7 nhờ sự cải thiện rõ rệt giữa sợi dứa và nền PES. Quá trình biến tính giúp tăng khả năng phân tán sợi dứa trong nền polymer đồng thời làm giảm các khuyết tật cấu trúc như lỗ rỗng và khe hở giữa các pha. Khi cấu trúc vật liệu trở nên đồng nhất thì sự hình thành và lan truyền phóng điện trong vật liệu bị cản trở từ đó làm tăng khả năng chịu điện áp đánh thủng. Còn độ bền cách điện mẫu PES-SDS9 giảm do tác nhân biến tính kết tụ tạo vùng

khuyết tật không đồng nhất. Các vị trí này dễ trở thành tâm tập trung điện trường làm giảm khả năng cản trở phóng điện và dẫn đến sự suy giảm độ bền cách điện.

Độ bền cách điện của hệ PES-SDS thấp hơn so với PES-GFS do sợi dứa chứa nhiều nhóm phân cực như $-OH$, dễ hấp thụ ẩm làm tăng độ dẫn điện. Ngoài ra, cấu trúc sợi dứa không đồng nhất dễ tồn tại khuyết tật và lỗ rỗng tại giao diện làm tăng hiện tượng tập trung điện trường. Sợi thủy tinh là vật liệu vô cơ có độ cách điện cao, ít hút ẩm và cấu trúc ổn định hơn do đó giúp vật liệu PES-GFS có độ bền cách điện cao hơn.

KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

KẾT LUẬN

Sau một thời gian nghiên cứu, luận văn đã thu được một số kết quả như sau:

1. Đã biến tính thành công sợi thủy tinh bằng tác nhân silane APTES.

Việc xử lý silane đã cải thiện bề mặt sợi thủy tinh, làm bề mặt sợi kỵ nước hơn. Hàm lượng APTES thích hợp để xử lý sợi thủy tinh là 5%.

2. Đã biến tính thành công sợi đũa đại bằng tác nhân silane APTES.

Xử lý silane giúp làm tăng tính chất cơ lý và tăng tính kỵ nước của sợi đũa đại. Hàm lượng APTES thích hợp để xử lý sợi đũa đại là 7%.

3. Đã biến tính được nhựa PES bằng sợi thủy tinh xử lý silane với hàm lượng sợi thủy tinh là 15%.

Sợi thủy tinh biến tính APTES giúp cải thiện rõ rệt độ bền cơ học, độ bền nhiệt và độ bền cách điện của composite PES. Mẫu PES-GFS5 cho kết quả tốt nhất với độ bền kéo đạt 99,45 MPa, độ bền uốn đạt 161,64 MPa và độ bền cách điện đạt 39,37 kV/mm.

4. Đã biến tính được nhựa PES bằng sợi đũa đại xử lý silane với hàm lượng sợi đũa đại là 10%.

Sợi đũa đại biến tính APTES giúp cải thiện tính chất cơ lý, độ bền nhiệt và độ bền cách điện của composite PES. Mẫu PES-SDS7 cho kết quả tốt nhất với độ bền kéo đạt 84,83 MPa, độ bền uốn đạt 110,47 MPa và độ bền cách điện đạt 35,78 kV/mm.

KIẾN NGHỊ

Trên cơ sở các kết quả nghiên cứu đạt được, để nâng cao thêm tính năng và ứng dụng của composite nền nhựa PES làm vật liệu cách điện cần tiếp tục nghiên cứu thêm tối ưu hệ phụ gia (chống oxy hóa, hấp thụ UV, trợ gia công,...) nhằm cải thiện độ bền nhiệt, độ bền thời tiết và khả năng gia công của vật liệu. Đồng thời nghiên cứu hoàn thiện điều kiện công nghệ và tiến hành thử nghiệm thực tế sản phẩm thương mại đầu chia đui đèn LED ứng dụng vào thực tế. Nghiên cứu mở rộng theo hướng vật liệu xanh, tăng tỷ lệ sử dụng sợi tự nhiên nhằm giảm chi phí và nâng cao tính thân thiện môi trường.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Rao V. L., 1999, Polyether Sulfones, *Journal of Macromolecular Science Part C: Polymer Reviews*, 39(4), pp. 655-711.
- [2]. Qi K., Huang R., 1998, Polyethersulfone (PES) and Its Processing, *Advanced Polymer Processing Operations*, pp. 69-99.
- [3]. Sastri V. R., 2010, High-Temperature Engineering Thermoplastics, *Plastics in Medical Devices*, pp. 175-215.
- [4]. <https://www.marketresearchintellect.com/product/global-pes-resin-market/>
- [5]. <https://dataintelo.com/report/global-pes-resin-sales-market>
- [6]. Ran F., 2015, Polyethersulfone (PES), *Encyclopedia of Membranes*, pp. 1-2.
- [7]. El Hakim A.A.A., Badran A.S., Essawy H.A., 2004, The Effect of Surface Treatment of Bentonite on the Mechanical Properties of Polypropylene–Bentonite Composites, *Plastics Technology and Engineering*, 43, pp. 555-569.
- [8]. Wang R.M., Zheng S.R., Zheng Y.P., 2011, Reinforced materials. Polymer Matrix Composites and Technology, *Woodhead Publishing*, pp. 29-548.
- [9]. Naqvi S.Z., Ramkumar J., Kar K.K., 2022, 12 - Fly ash/glass fiber/carbon fiber-reinforced thermoset composites, *Handbook of Fly Ash*, pp. 373-400.
- [10]. Micelli F., 2022, Fiber-reinforced concrete and ultrahigh-performance fiber-reinforced concrete materials, *New Materials in Civil Engineering*, pp. 273-314.
- [11]. Çuvalcı H., Erbay K., İpek H., 2014, Investigation of the Effect of Glass Fiber Content on the Mechanical Properties of Cast Polyamide. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 39(12), pp. 9049-9056.
- [12]. <https://industrytoday.com/top-uses-of-fiberglass>
- [13]. https://en.wikipedia.org/wiki/Glass_fiber_reinforced_concrete
- [14]. Bledzki A. K., Gassan J., 1999, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress in Polymer Science*, 24(2), pp. 221-274.
- [15]. Mukesh, Godara S.S., 2019, Effect of chemical modification of fiber surface on natural fiber composites: A review, *Materials Today: Proceedings*, 18, pp. 3428-3434.
- [16]. Cho D., Kim H.J., Drzal L.T., 2013, Surface Treatment and Characterization of Natural Fibers: Effects on the Properties of Biocomposites, *Polymer Composites*, pp. 133-177.
- [17]. Xie Y., Hill C.A.S., Xiao Z., Militz H., Mai C., 2010, Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(7), pp. 806-819.
- [18]. DiBenedetto A.T., 2001, Tailoring of interfaces in glass fiber reinforced

- polymer composites: a review, *Materials Science and Engineering A*, 302(1), pp. 74-82.
- [19]. Feller J.F., Grohens Y., 2004, Coupling ability of silan grafted poly(propene) at glass fibers/poly(propene) interface, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35, pp. 1-10.
- [20]. Wu Y., Song Y., Wu D., Mao X., Yang X., Jiang S., Zhang C., Guo R., 2023, Recent Progress in Modifications, Properties and Practical Applications of Glass Fiber, *Molecules*, 28, pp. 2466.
- [21]. Mi Y., Sun H., Zhang H., Deng X., Cai Q., Yang X., 2016, Flexible fiber-reinforced composites with improved interfacial adhesion by mussel-inspired polydopamine and poly(methyl methacrylate) coating, *Materials Science and Engineering:C*, 58, pp. 742-749.
- [22]. Reilly S.P., Thomason J.L., 2010, Effects of silane coating on the properties of glass fibre and glass fibre reinforced epoxy resin, *In: 14th European Conference on Composite Materials*.
- [23]. Feresenbet E., Raghavan D., Holmes G.A., 2003, The influence of silane coupling agent composition on the surface characterization of fiber and on fiber-matrix interfacial shear strength, *The Journal of Adhesion*, 79, pp. 643-665.
- [24]. Sherif G., Chukov D.I., Tcherdyntsev V.V., Stepashkin A.A., Zadorozhnyy M.Y., Shulga Y.M., Kabachkov E.N., 2024, Surface Treatment Effect on the Mechanical and Thermal Behavior of the Glass Fabric Reinforced Polysulfone. *Polymers*, 16, pp. 864.
- [25]. Yu D., Wang J., Wang G., 2025, Glass fiber treated with a glycine bridged silane coupling agent reinforcing polyamide 6(PA6): effect of hydrogen bonding, *RSC Advances*, 15, pp. 3331-3338.
- [26]. Li Y., Wong S.Y., Teo F.Y., Yu Z., Sun L., Qin R., Zheng Y., 2025, Performance of surface-modified glass fiber/matrix under coupled humid environments and cyclic loading: An atomistic investigation, *Journal of Materials Research and Technology*, 36, pp. 2772-2784.
- [27]. Ferreira D.P., Cruz J., Figueiro R., 2019, Surface modification of natural fibers in polymer composites, *Green Composites for Automotive Applications*, pp. 3-41.
- [28]. Asim M., Jawaid M., Abdan K., Ishak M.R., 2016, Effect of Alkali and Silane Treatments on Mechanical and Fibre-matrix Bond Strength of Kenaf and Pineapple Leaf Fibres, *Journal of Bionic Engineering*, 13, pp. 426-435.
- [29]. Jandas P.J., Mohanty S., Nayak S., 2013, Mechanical properties of surface-treated banana fiber/polylactic acid biocomposites: A comparative study of

- theoretical and experimental values, *Journal of Applied Polymer Science*, 127(5).
- [30]. Sever K., Seki Y., Tavman I.H., Erkan G., Cecen V., 2009, The structure of γ -glycidoxypropyltrimethoxysilane on glass fiber surfaces: Characterization by FTIR, SEM and contact angle measurements, *Polymer Composites*, 30, pp. 550-558.
- [31]. Zaman H.U., Khan R.A., 2023, Effect of Fiber Modification on Pineapple Leaf Fiber's Mechanical Properties and Interfacial Adhesion, *International Journal of Advanced Science and Engineering*, 9(3), pp. 2818-2829.
- [32]. Valadez-González A., Valadez-González, A., Cervantes-Uc J.M., Olayo R., Herrera-Franco P.J., 1999, Effect of fiber surface treatment on the fiber-matrix bond strength of natural fiber reinforced composites, *Composites Part B-engineering*, 30, pp. 309-320.
- [33]. Shao L., Huang J., Jin X., Tian W., Zhu C., 2022, Effect of silan coupling agent modification on properties of glass fiber fabric reinforced polyphenylene sulfide composite, *Journal of Textile Research*, 43(4), pp. 68-73.
- [34]. Zhao Z.K., Du S.S., Li F., Xiao H.M., Li Y.Q., Zhang W.G., Hu N., Fu S.Y., 2018, Mechanical and tribological properties of short glass fiber and short carbon fiber reinforced polyethersulfone composites: A comparative study, *Composites Communications*, 8, pp. 1-6.
- [35]. Gomez J.A., 1989, Dissertation, Oligomeric Manates as Coupling Agents For Fiber Reinforced Composites.
- [36]. Du S.S., Li F., Xiao H.M., Li Y.Q., Hu N., Fu S.Y., 2016, Tensile and flexural properties of graphene oxide coated-short glass fiber reinforced polyethersulfone composites, *Composites Part B: Engineering*, 99, pp. 407-415.
- [37]. Li Y.Q., Du S.S., Liu L.Y., Li F., Liu D.B., Zhao Z.K., Xiao H.M., Hu N., Fu S.Y., 2018, Synergistic effects of short glass fiber/short carbon fiber hybrids on the mechanical properties of polyethersulfone composites, *Polymer Composites*.
- [38]. Munirathnamma L.M., Ravikumar H.B., 2016, Microstructural characterization of short glass fibre reinforced polyethersulfone composites: A positron lifetime study, *Journal of Applied Polymer Science*, 133(32), pp. 43647.
- [39]. Abrial H., Gafar M., Andriyanto H., Ilhamdi, Sapuan S.M., Ishak M.R., Evitayani, 2012, Alkali Treatment of Screw Pine (*Pandanus Odoratissimus*) Fibers and Its Effect on Unsaturated Polyester Composites, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 51, pp. 12-18.
- [40]. Thái Hoàng, Nguyễn Vũ Giang, Nguyễn Thúy Chinh, 2011, Nghiên cứu chế tạo vật liệu compozit trên cơ sở polypropylen và tro bay ở trạng thái nóng chảy, *Tạp chí Khoa học và Công nghệ*, 49(3), 79–85.

- [41]. Thai Hoang, Nguyen Vu Giang, Nguyen Thuy Chinh, 2011, Study on the processing conditions, morphology and thermal properties of composites based on polyethylene and fly ash, *Vietnam Journal of Chemistry*, 49(5), 567–572.
- [42]. Lê Thị Mỹ Hạnh, 2012, Chế tạo và nghiên cứu tính chất vật liệu nanocompozit trên cơ sở polyetylen và nano clay biến tính silan, Luận án tiến sĩ Hóa học, Viện Kỹ thuật nhiệt đới – Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam, 2012.
- [43]. Thái Hoàng, Trần Thị Thanh Vân, Nguyễn Thị Thu Trang, Nguyễn Vũ Giang, Nguyễn Thúy Chinh, Đỗ Quang Thâm, 2013, Một số tính chất cơ, hình thái cấu trúc và khả năng chống cháy của vật liệu tổ hợp polyvinylclorua/tro bay biến tính bằng hợp chất silan, *Tạp chí Khoa học và Công nghệ*, 51(5), 627–634.
- [44]. Mai Duc Huynh, Tran Huu Trung, Vu Manh Tuan, Nguyen Thi Thu Trang, Tran Thi Mai, Nguyen Huu Dat, Do Van Cong, Doan Thi Yen Oanh, Luong Nhu Hai, Vu Dinh Ngo, Nguyen Vu Giang, 2024, The influence of silane-grafted aluminum oxide nanoparticles on the interfacial interaction phase and electric performance of polyvinyl chloride-based nanocomposite, *Polymer Bulletin*, 81, 11145–11171.
- [45]. Nguyễn Huy Tùng, 2015, Tính chất cơ học của vật liệu compozit sử dụng prepreg, *Vietnam Journal of Chemistry*, 53(3).
- [46]. <https://www.most.gov.vn/cchc/tin-tuc/493/16742/nghien-cuu-che-tao-mang-loc-hieu-nang-cao-bang-phuong-phap-trung-hop-ghep-be-mat--ung-dung-trong-sieu-loc-va-loc-nano.aspx>
- [47]. Vũ Đức Trung, 2024, Nghiên cứu biến tính bề mặt màng lọc Polyethersulfone (PES), *Tạp chí Công Thương*.
- [48]. <https://www.gminsights.com/industry-analysis/electrical-insulation-materials-market>
- [49]. Huda M., Drzal L., Mohanty A., Misra M., 2008, Effect of chemical modifications of the pineapple leaf fiber surfaces on the interfacial and mechanical properties of laminated biocomposites, *Composite Interfaces*, 15(2–3), pp. 169-191.
- [50]. Gkaliou K., Daugaard A.E., 2022, Silane and silazane surface modification of recycled glass fibers for polypropylene composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 140(5), 1-11.
- [51]. Akanda M.S., Islam M.S., Akbar M.A., Chowdhury A.M.S., Gafur M.A., Uddin M.S., 2024, Thermal and Morphological Assessment of the Penta-Layered, Hybrid U-Polyester Composite Reinforced with Glass Fibers and Polypropylene, *Advances in Materials Science and Engineering*, 2024, pp. 1-11.
- [52]. Arslan G., Ozmen M., Gund B., Zhang X., Ersoz M., 2006, Surface Modification of Glass Beads with an Aminosilane Monolayer, *Turkish Journal of*

Chemistry, 30, pp. 203-210.

- [53]. Feresenbet E., Raghavan D., Holmes G.A., 2003, The influence of silane coupling agent composition on the surface characterization of fiber and on fiber-matrix interfacial shear strength, *The Journal of Adhesion*, 79, pp. 643-665.
- [54]. Shariatmadar M., Feizollahi S., Gholamhosseini P., Abdorrezaee Z., Ghorbanzadeh S., Hosseini F.S., Shahraki F.A., Mahdavian M., 2023, Strengthening the mechanical characteristics and cathodic delamination resistance of fiber-reinforced polymer through chemical surface modification of glass fibers, *Scientific Reports*, 13(1).
- [55]. Syabekova M., Hagemann A., Rho D., Kim S., 2022, Review: 3-Aminopropyltriethoxysilane (APTES) Deposition Methods on Oxide Surfaces in Solution and Vapor Phases for Biosensing Applications, *Biosensors (Basel)*, 13(1), pp. 36.
- [56]. Emmanuel E. U., Inimfon A. U., Andrew T. T., Ifiok O. E., Hamza S. A., 2021, The Direct Cause of Amplified Wettability: Roughness or Surface Chemistry, *Journal of Composites Science*, 5(8), pp. 213.
- [57]. Arkles B., 1977, Tailoring Surfaces with Silanes, *Chemtech*, 7(12), pp. 766-778.
- [58]. Rauf F., Umair M., Shaker K., Nawab Y., Ullah T., Ahmad S., 2023, Investigation of Chemical Treatments to Enhance the Mechanical Properties of Natural Fiber Composites, *International Journal of Polymer Science*, 2023.
- [59]. Safitri L., Sutikno, Suwarta P., Risanti D.D., 2025, Characterization of alkali and silane treated ramie yarn fibers as sustainable reinforcement for polymer composite, *Materials Letters*, 393, pp. 138577.
- [60]. Siakeng R., Jawaid M., Tahir P.M., Siengchin S., Asim M., 2020, Improving the Properties of Pineapple Leaf Fibres by Chemical Treatments, *In: Pineapple Leaf Fibers, Green Energy and Technology*, pp. 55-71.
- [61]. Puglia D., Monti M., Santulli C., Sarasini F., De Rosa I. M., Kenny J. M., 2013, Effect of alkali and silane treatments on the mechanical and thermal behavior of Phormium tenax fibers, *Fibers and Polymers*, 14, pp. 423-427.
- [62]. Asumani O.M.L., Reid R.G., Paskaramoorthy R., 2012, The effects of alkali-silane treatment on the tensile and flexural properties of short fibre non-woven kenaf reinforced polypropylene composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43, pp. 1431-1440.
- [63]. Boukir A., Fellak S., Doumenq P., 2019, Structural characterization of *Argania spinosa* Moroccan wooden artifacts during natural degradation progress using infrared spectroscopy (ATR-FTIR) and X-Ray diffraction (XRD), *Heliyon*, 5(9), 1-9.

- [64]. Jandas P.J., Mohanty S., Nayak S.K., 2012, Mechanical Properties of Surface-Treated Banana Fiber/Polylactic Acid Biocomposites: A Comparative Study of Theoretical and Experimental Values, *Journal of Applied Polymer Science*, 127(5).
- [65]. Qu P., Tang H., Pao Y., Zhang L.P., Wang S., 2010, Polyethersulfone composite membrane blended with cellulose fibrils, *BioResources*, 5(4), pp. 2323-2336.
- [66]. Threepopnatkul P., Kaerkitcha N., Athipongarporn N., 2009, Effect of surface treatment on performance of pineapple leaf fiber-polycarbonate composites, *Composites: Part B*, 40, pp. 628-632.
- [67]. Diharjo K., Andoko A., Soedarsono J.W., Gapsari F., Rangappa S.M., Siengchin S., 2025, Enhanced composite performance: Evaluating silane treatment on *Cordia dichotoma* Fibers, *Results in Engineering*, 25(104260), pp. 1-9.
- [68]. Sandoval-Olvera I.G., Villafaña-López L., Reyes-Aguilera J.A., Ávila-Rodríguez M., Razo-Lazcano T.A., González-Muñoz M.P., 2017, Surface modification of polyethersulfone membranes with goethite through self-assembly, *Desalination and Water Treatment*, 65, pp. 199-207.
- [69]. Sayeed M. M. A., Sayem A. S. M., Haider J., Akter S., Habib M. M., Rahman H., Shahinur S., 2023, Assessing Mechanical Properties of Jute, Kenaf, and Pineapple Leaf Fiber-Reinforced Polypropylene Composites: Experiment and Modelling, *Polymers*, 15(4), 830.
- [70]. https://www.lookpolymers.com/polymer_Overview-of-materials-for-Polyethersulfone-PES-20-Glass-Fiber-Filled.php