

Tách chiết nanocellulose từ phụ phẩm cây dừa nước Việt Nam và ứng dụng làm pha gia cường trong chế tạo màng nanocomposite trên nền polyvinyl alcohol

Trần Quang Thuận¹, Thái Bội Nghi¹, Nguyễn Tường Vy^{1,2,*}



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

¹Khoa Khoa học và Công nghệ Vật Liệu Trường Đại Học Khoa Học Tự Nhiên

²Đại học Quốc Gia TP. Hồ Chí Minh, Việt Nam

Liên hệ

Nguyễn Tường Vy, Khoa Khoa học và Công nghệ Vật Liệu Trường Đại Học Khoa Học Tự Nhiên

Đại học Quốc Gia TP. Hồ Chí Minh, Việt Nam

Email: ngvtvy@hcmus.edu.vn

Lịch sử

- Ngày nhận: 11-02-2026
- Ngày sửa đổi: 11-05-2026
- Ngày chấp nhận: 20-07-2026
- Ngày đăng: 25-08-2026

DOI: <https://doi.org/10.32508/vnuhcmj-arns.v10i3.1518>



Check for updates

Bản quyền

© Tạp chí ĐHQG TP.HCM. Đây là bài báo công bố mở được phát hành theo các điều khoản của the Creative Commons Attribution 4.0 International license.

TÓM TẮT

Cây dừa nước (*Nypa fruticans*) là nguồn sinh khối giàu cellulose, tuy nhiên các phụ phẩm sau thu hoạch, đặc biệt là cuống lá, hiện vẫn chưa được khai thác hiệu quả. Trong nghiên cứu này, sợi nano cellulose (CNF) lần đầu tiên được tách chiết thành công từ cuống lá cây dừa nước tại Việt Nam thông qua một quy trình đơn giản kết hợp xử lý cơ học, xử lý kiềm và tẩy trắng, không sử dụng thủy phân axit. Ảnh hưởng của các điều kiện xử lý kiềm, bao gồm nồng độ natri hydroxit (NaOH), nhiệt độ và thời gian xử lý, đến cấu trúc tinh thể của cellulose được khảo sát một cách hệ thống. Kết quả phân tích nhiễu xạ tia X (XRD) cho thấy các thông số xử lý kiềm ảnh hưởng rõ rệt đến độ kết tinh của cellulose thông qua việc loại bỏ hemicellulose và lignin ở vùng vô định hình; các điều kiện xử lý phù hợp giúp gia tăng độ kết tinh, trong khi xử lý quá mạnh có thể làm suy giảm cấu trúc tinh thể. Quá trình tẩy trắng bằng natri hypoclorit (NaClO) ở các nồng độ 1,83; 2,75 và 4,12% làm tăng độ kết tinh của CNF nhưng đồng thời làm giảm hiệu suất thu hồi sợi, lần lượt đạt 61,4; 58,7 và 51,2%. CNF thu được từ quy trình tối ưu có đường kính sợi trung bình khoảng 18,5 nm, độ kết tinh cao (~81,7%) và độ ổn định nhiệt được cải thiện rõ rệt so với sợi ban đầu. Các đặc trưng cấu trúc, hình thái và tính chất nhiệt của CNF được phân tích bằng phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR), nhiễu xạ tia X (XRD), kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường (FESEM) và phân tích nhiệt trọng lượng (TGA). Ngoài ra, CNF khi được sử dụng làm pha gia cường cho màng nanocomposite nền poly(vinyl alcohol) (PVA) cho thấy khả năng cải thiện đáng kể tính chất cơ học của màng PVA/CNF với mô đun đàn hồi tăng ~44%, ứng suất cực đại tăng ~73,6% và cải thiện nhẹ nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt so với màng PVA tinh chất. Nghiên cứu này đề xuất một hướng thân thiện môi trường để sản xuất CNF từ phụ phẩm nông nghiệp, góp phần nâng cao giá trị sử dụng của cây dừa nước và mở ra tiềm năng ứng dụng trong vật liệu sinh học và nanocomposite polyme bền vững.

Từ khóa: cuống lá cây dừa nước, nanocomposite, nanocellulose, nhiễu xạ tia X, poly(vinyl alcohol), tẩy trắng, xử lý kiềm

GIỚI THIỆU

Sợi nano cellulose (CNF) là vật liệu nano có nguồn gốc tự nhiên, được cấu tạo từ các sợi cellulose với đường kính ở thang nanomet và chiều dài ở thang micromet. Nhờ cấu trúc đặc thù này, CNF thể hiện nhiều ưu điểm nổi bật như độ bền cơ học cao, diện tích bề mặt lớn, khả năng tạo mạng liên kết hydro mạnh và tính tương thích tốt với cả polyme tự nhiên lẫn polyme tổng hợp¹. Do đó, CNF đang được quan tâm rộng rãi như một vật liệu gia cường tiềm năng trong các hệ nanocomposite sinh học, bao bì phân hủy sinh học và vật liệu y sinh. Tại khu vực Tây Nam Bộ Việt Nam, cây dừa nước (*Nypa fruticans*) là loài thực vật phân bố rộng rãi, có tốc độ sinh trưởng nhanh và khả năng thích nghi tốt với môi trường ngập mặn. Cây dừa nước từ lâu đã gắn liền với đời sống người dân địa phương, được khai thác để lấy quả, lá và sản xuất các sản phẩm thủ công mỹ nghệ². Tuy nhiên,

sau thu hoạch, một lượng lớn cuống lá cây dừa nước thường bị bỏ lại hoặc thải bỏ, gây lãng phí nguồn tài nguyên sinh khối và tiềm ẩn nguy cơ ô nhiễm môi trường. Đáng chú ý, các bộ phận này lại chứa hàm lượng cellulose cao, cho thấy tiềm năng lớn để khai thác làm nguyên liệu sản xuất CNF. Phần lớn các nghiên cứu trước đây, CNF thường được tách chiết từ các quy trình có sử dụng bước thủy phân với axit mạnh hoặc các thiết bị cơ học chuyên dụng như máy đồng hóa áp suất cao và máy nghiền vi cơ học, vốn tiêu tốn nhiều năng lượng, hóa chất và chi phí đầu tư lớn^{3,4}. Trong nghiên cứu này, chúng tôi đề xuất một hướng tiếp cận mới nhằm tận dụng nguồn cuống lá cây dừa nước làm nguyên liệu đầu vào để sản xuất CNF thông qua quy trình xử lý hóa học kết hợp cơ học đơn giản mà không cần bước thủy phân với axit mạnh và không cần các thiết bị thí nghiệm đắt tiền. Quy trình này vẫn đảm bảo loại bỏ hiệu quả lignin và

Trích dẫn bài báo này: Thuận T Q, Nghi T B, Vy N T. Tách chiết nanocellulose từ phụ phẩm cây dừa nước Việt Nam và ứng dụng làm pha gia cường trong chế tạo màng nanocomposite trên nền polyvinyl alcohol. VNUHCM J. Adv. Res. Nat. Sci. 2026; 10(3):3693-3704.

hemicellulose, đồng thời thu được CNF có kích thước sợi ở thang nanomet, phù hợp cho các ứng dụng vật liệu tiên tiến.

Bên cạnh đó, CNF được sử dụng rộng rãi như một pha gia cường cho poly(vinyl alcohol) (PVA) nhằm cải thiện tính chất cơ học và nhiệt của vật liệu, PVA là một polyme tổng hợp tan trong nước, không độc hại và có khả năng tạo màng tốt. Tuy nhiên, PVA nguyên chất có độ bền cơ học và độ ổn định nhiệt còn hạn chế. Nhờ diện tích bề mặt riêng lớn cùng với sự hiện diện dày đặc của các nhóm hydroxyl, CNF có thể tương tác với PVA thông qua liên kết hydro, từ đó hình thành mạng lưới tương tác trong cấu trúc vật liệu nanocomposite từ đó làm cải thiện độ bền kéo và độ ổn định nhiệt của vật liệu. Wang và cộng sự đã cho thấy khi bổ sung khoảng 4,5wt% CNF, độ bền kéo của màng PVA có thể tăng khoảng 85,25 so với PVA nguyên chất⁵. Tương tự với một nghiên cứu khác ghi nhận việc bổ sung 4wt% CNF và nền PVA có thể tăng độ bền kéo màng lên 28,2% và cải thiện độ ổn định nhiệt, với nhiệt độ phân hủy đạt khoảng 341,8°C⁶. Như vậy, màng nanocomposite CNF/PVA có tiềm năng ứng dụng trong các lĩnh vực như bao bì sinh học, vật liệu y sinh và vật liệu chức năng thân thiện môi trường⁷. Trong nghiên cứu này, việc kết hợp nguồn nguyên liệu sinh khối dồi dào từ cuống lá cây dừa nước với một quy trình xử lý thân thiện môi trường hơn với PVA không chỉ góp phần nâng cao giá trị sử dụng của phụ phẩm nông nghiệp mà còn mở ra một hướng đi mới trong phát triển vật liệu nano sinh học bền vững.

VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

Vật liệu

Cuống lá cây dừa nước được thu thập tại khu vực ven sông Vàm Thuật, Thành phố Hồ Chí Minh. Mẫu được lấy trong khoảng thời gian từ 9:00 đến 15:00 các ngày trong các tháng mùa khô nhằm đảm bảo điều kiện môi trường ổn định và hạn chế độ ẩm bề mặt do sương sớm. Các cuống lá được lựa chọn ở trạng thái trưởng thành, không bị mục rữa hay nhiễm nấm mốc. Sau khi thu thập, nguyên liệu được rửa sạch để loại bỏ bụi bẩn và tạp chất cơ học, sau đó được phơi khô tự nhiên dưới ánh nắng mặt trời trong 2 ngày liên tiếp cho đến khi đạt trạng thái khô tương đối (độ ẩm còn lại ước tính dưới ~10%). Mẫu khô sau đó được cắt nhỏ và nghiền thành bột để sử dụng cho các bước xử lý tiếp theo.

Toluen ($C_6H_5CH_3$), etanol (C_2H_5OH), natri hydroxit (NaOH, 96%), natri hypoclorit ($NaClO$, 5,5%), axit axetic (CH_3COOH , 99%) tất cả được mua từ công ty hóa chất Chemsol, Việt Nam. Poly(vinyl alcohol) (khối lượng phân tử khoảng 160.000 g/mol, độ thủy phân 75–82 %) được cung cấp bởi Himedia, Ấn Độ

Phương pháp nghiên cứu

Cấu trúc hóa học của bột sợi dừa nước thô và CNF sau xử lý được xác định bằng phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR). Phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR) của bột sợi dừa nước thô và CNF được ghi nhận bằng máy quang phổ FTIR Tensor 27 (Bruker, Đức). Thiết bị được vận hành trong vùng số sóng từ 4000 đến 400 cm^{-1} , với độ phân giải 4 cm^{-1} và 16 lần quét cho mỗi mẫu. Phương pháp đo được thực hiện ở chế độ truyền qua (transmission) hoặc phản xạ toàn phần suy giảm (ATR) tùy theo điều kiện thí nghiệm. Cấu trúc tinh thể của sợi dừa nước thô và CNF được phân tích bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) sử dụng thiết bị Empyrean (PANalytical, Hà Lan) với nguồn bức xạ Cu-K α ($\lambda = 0,154$ nm), điện áp gia tốc 40 kV và cường độ dòng 40 mA, có sử dụng tấm lọc Ni. Các mẫu dạng bột được đo trong khoảng góc 2θ từ 5° đến 40°. Hình thái bề mặt và cấu trúc vi mô của sợi dừa nước thô và CNF được khảo sát bằng kính hiển vi điện tử quét SEM Quanta 450 FEG (FEI, Hoa Kỳ). Ảnh SEM được ghi nhận ở các mức độ phóng đại khác nhau để đánh giá sự thay đổi hình thái sau quá trình xử lý. Hình thái bề mặt và cấu trúc vi mô của CNF được khảo sát bằng kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường (FESEM) sử dụng thiết bị Hitachi S-4800 (Nhật Bản). Trước khi tiến hành khảo sát bằng SEM hoặc FESEM, các mẫu được phủ một lớp dẫn điện mỏng (cacbon) nhằm hạn chế hiện tượng tích điện bề mặt. Độ ổn định nhiệt của các mẫu được đánh giá bằng phương pháp phân tích nhiệt trọng lượng (TGA) sử dụng thiết bị TGA Q500 (TA Instruments, Hoa Kỳ). Mẫu được đo trong khoảng nhiệt độ từ nhiệt độ phòng đến 700 °C, với tốc độ gia nhiệt 10 °C/phút trong môi trường khí trơ nitơ (N_2). Tính chất cơ học của màng nanocomposite được phân tích bằng cách đo độ bền kéo và modul Young bằng máy kiểm tra đa năng Trapezium-X (AG 20RRKNXD Plus), Shimadzu. Các màng được cắt thành hình chữ nhật có kích thước (80 x 20 mm) và phân tích được thực hiện ở tốc độ kéo 10 mm/phút và chiều dài là 80 mm theo tiêu chuẩn ASTM D882. Độ dày của từng mẫu cũng được xác định bằng thước cặp điện tử Mitutoyo, Nhật. Mỗi mẫu được xác định bề dày tại 5 điểm khác nhau sau đó lấy giá trị bề dày trung bình. Độ dày trung bình của các màng là $0,19 \pm 0,02$ mm.

Phân tích độ kết tinh và kích thước tinh thể trung bình

Độ kết tinh tương đối (CrI) và kích thước tinh thể của cellulose và CNF được xác định theo phương pháp Segal và phương trình Debye-Scherrer⁸. Độ kết tinh

(CrI) của sợi trước và sau xử lý được tính theo công thức (1):

$$CrI(\%) = 1 - \frac{I_{am}}{I_c} \times 100\% \quad (01)$$

Trong đó, I_c là cường độ nhiễu xạ của pha tinh thể tại $2\theta \approx 22,5^\circ$ và I_{am} là cường độ nhiễu xạ của vùng vô định hình tại $2\theta \approx 18^\circ$ ứng với Cellulose loại I trong giản đồ XRD.

Kích thước tinh thể (D) của sợi trước và sau xử lý được ước tính theo công thức (2):

$$D(mn) = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (02)$$

Công thức 2

Trong đó, $k = 0,91$, $\lambda = 0,154 \text{ nm}$, β là độ bán rộng nửa đỉnh (FWHM, tính theo radian) và θ là góc nhiễu xạ tương ứng.

Tách chiết CNF

Sợi dừa nước tiến xử lý với nước và hệ dung dịch toluen- etanol (W-Cell)

Bột thô từ cuống lá cây dừa nước (Cell) được xử lý với nước nóng tỉ lệ 1:20(g/mL) khảo sát với 4 thời gian xử lý nước nóng trong 0,5; 1; 2 và 3 giờ. Sau đó tiến hành lọc rửa áp suất thấp và sấy ở 65°C thu được sợi. Sợi sau khi xử lý nước tiến hành trích Soxhlet với 500ml hỗn hợp dung dịch toluen- etanol tỉ lệ 2:1(v/v) trong khoảng 6 đến 8 giờ. Để loại bỏ tạp chất như sáp, dầu, nhựa và hợp chất hữu cơ có trong sợi sơ dừa giúp tăng hiệu quả các bước xử lý cellulose tiếp theo. Sau đó tiến hành sấy khô ở 65°C thu được sợi W-Cell.

Sợi xử lý với natri hydroxit (T-Cell)

Quá trình xử lý kiềm được thực hiện nhằm loại bỏ hemicellulose và lignin, đồng thời làm trương nở cấu trúc cellulose, tạo điều kiện thuận lợi cho việc hình thành sợi nano. Các thông số xử lý kiềm được khảo sát một cách hệ thống bao gồm:

Nồng độ dung dịch kiềm

Sợi W-Cell sau khi trải qua tiến xử lý, tiếp tục xử lý với các nồng độ dung dịch NaOH khác nhau: 2,5; 5; 8 và 11% trong 1 giờ ở 90°C với tỉ lệ 1:20 (g/ml). Sau đó tiến hành lọc rửa đến trung tính. Thu được các mẫu sợi T-CellC2,5T901H, T-CellC5T901H, T-Cell8T901H, và T-CellC11T901H.

Nhiệt độ xử lý

Sợi W-Cell được xử lý với dung dịch NaOH 5% trong 1 giờ với các nhiệt độ khác nhau: 60°C ; 75°C và 90°C với tỉ lệ 1:20 (g/ml). Sau đó tiến hành lọc rửa đến trung tính. Thu được các mẫu sợi T-CellC5T601H, T-CellC5T751H, T-Cell5T901H.

Thời gian xử lý

Sợi W-Cell xử lý với dung dịch NaOH 5% với nhiệt độ 75°C tỉ lệ 1:20 (g/ml) trong thời gian 1 giờ và 2 giờ. Sau đó tiến hành lọc rửa đến trung tính. Thu được các mẫu sợi T-CellC5T751H, T-CellC5T752H.

Hiệu suất thu hồi sợi của quá trình xử lý kiềm được tính theo công thức (3):

$$\text{Hiệu suất (\%)} = \frac{\text{khối lượng(g)} \text{khô sợi sau khi xử lý kiềm(T-Cell)}}{\text{khối lượng(g)} \text{khô sợi sau tiến xử lý(W-Cell)}} \times 100\% \quad (03)$$

Xử lý tẩy trắng bằng NaClO

Sau khi trải qua xử lý kiềm T-Cell xử lý với axit acetic nồng độ 99% và dung dịch NaClO với các nồng độ 1,83; 2,75 và 4,12% trong 2 giờ ở 75°C . Sau đó, sợi thu được lọc rửa đến trung tính, thu được các mẫu kí hiệu tương ứng với các nồng độ NaClO là: CNF-NaClO-1,83; CNF-NaClO-2,75 và CNF-NaClO-4,12. Hiệu suất thu hồi sợi của quá trình xử lý tẩy trắng được tính theo công thức (4):

$$\text{Hiệu suất (\%)} = \frac{\text{khối lượng(g)} \text{khô sợi sau khi xử lý tẩy trắng(CNF)}}{\text{khối lượng(g)} \text{khô sợi sau xử lý kiềm(T-Cell)}} \times 100\% \quad (04)$$

Chuẩn bị màng PVA/CNF

Ban đầu, tiến hành khuấy cơ hỗn hợp 10,00 g PVA và 70,00 ml nước cất ở 90°C trong 2 giờ. Song song đó, cho 0,80 g CNF phân tán trong 30,00 ml nước cất, hỗn hợp CNF được khuấy từ trong 1 giờ. Sau đó, hệ được đem phân tán tiếp bằng bể siêu âm trong 30 phút để tạo thành dung dịch huyền phù CNF. Tiếp theo, cho từ từ dung dịch huyền phù CNF vào phân tán trong hệ dung dịch PVA ở 90°C trong 1 giờ. Cuối cùng, hỗn hợp được cho ra cốc thủy tinh và được siêu âm trong 30 phút rồi đổ hỗn hợp dung dịch ra khuôn và đem sấy ở 85°C trong 8 giờ, cuối cùng thu được màng PVA/CNF. Thực hiện quy trình tương tự cho chế tạo màng PVA tinh chất.

KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Kết quả khảo sát tiến xử lý với nước và hệ dung dịch toluen- etanol

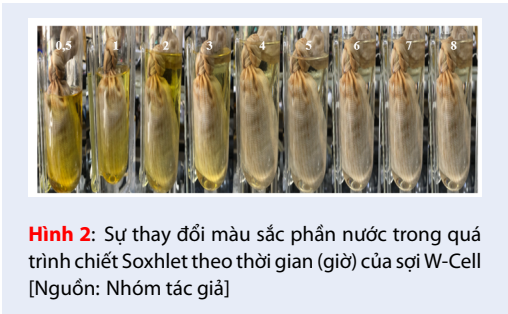
Hình 1 cho thấy ảnh hưởng của thời gian tiến xử lý bằng nước nóng đến hiệu quả loại bỏ tạp chất khỏi sợi dừa nước thô đã được khảo sát một cách hệ thống. Kết quả cho thấy khi tăng thời gian xử lý từ 0,5 lên 3 giờ, màu sắc của phần nước sau khi rửa sợi thô có xu hướng đậm dần lên và phần trầm tạp chất thu hồi từ việc sấy các dung dịch nước này cũng tăng đáng kể từ 4,46% lên khoảng 19% và gần như không đổi khi rửa từ 2 giờ (Bảng 1). Kết quả này cho thấy các thành phần tạp chất có thể hòa tan trong nước nóng có xu

hướng tỉ lệ thuận theo thời gian rửa và hiệu quả rửa nước nóng tốt nhất là ở 2 giờ.

Sau quá trình tiền xử lý bằng nước nóng, sợi tiếp tục được tiếp tục rửa để loại bỏ các thành phần tạp chất khác trong hệ chiết soxhlet với hệ dung môi toluen-ethanol như sáp, dầu và các chất chiết kỵ nước khác. Thời gian chiết soxhlet cho đến khi thu được phần nước rửa sợi trong được ghi nhận là giảm dần khi tăng thời gian tiền xử lý nước nóng như thể hiện trong Hình 2 và Bảng 1. Cụ thể, các mẫu sợi được xử lý nước nóng trong 0,5 giờ và 1 giờ cần khoảng 8 giờ chiết soxhlet để thu được dung dịch chiết trong suốt và không màu, trong khi các mẫu sợi được xử lý trong 2 giờ và 3 giờ chỉ cần khoảng 6 giờ chiết để đạt được trạng thái dung dịch tương tự. Kết quả này khẳng định rằng quá trình xử lý nước nóng kéo dài đã góp phần loại bỏ trước một phần đáng kể các tạp chất trong sợi dừa nước thô, từ đó làm giảm yêu cầu về thời gian cho bước chiết soxhlet.



Hình 1: . Màu sắc nước thu hồi tạp chất trong quá trình tiền xử lý nước nóng [Nguồn: Nhóm tác giả]



Hình 2: Sự thay đổi màu sắc phần nước trong quá trình chiết Soxhlet theo thời gian (giờ) của sợi W-Cell [Nguồn: Nhóm tác giả]

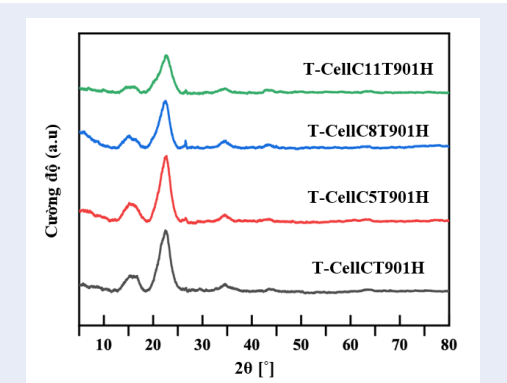
Ảnh hưởng của các điều kiện xử lý kiềm đến cấu trúc tinh thể cellulose

Ảnh hưởng của nồng độ NaOH đến cấu trúc tinh thể cellulose được đánh giá bằng XRD kết hợp với hiệu suất thu hồi sợi nhằm xác định điều kiện xử lý kiềm tối ưu cho quá trình tạo CNF. Giản đồ XRD của các mẫu (Hình 3) đều thể hiện các đỉnh đặc trưng của cellulose

Bảng 1: Hiệu suất thu hồi tạp chất trong quá trình tiền xử lý nước nóng [Nguồn: Nhóm tác giả]

Thời gian	Thời gian Soxhlet (giờ)	Thu hồi cất hòa tan (%)
0,5 giờ	8	4,46
1 giờ	8	5,62
2 giờ	6	19,6
3 giờ	6	19,1

I tại $2\theta \approx 15,9^\circ$ và $22,5^\circ$, cho thấy cấu trúc tinh thể cellulose I được bảo toàn sau xử lý kiềm⁹. Khi tăng nồng độ NaOH từ 2,5 lên 5%, độ kết tinh (CrI) tăng đáng kể từ 75,8 lên 86,4%, đồng thời đỉnh (200) tại $2\theta \approx 22,5^\circ$ trở nên sắc nét hơn, phản ánh sự loại bỏ hiệu quả các pha vô định hình mà không làm tổn hại vùng tinh thể. Tuy nhiên, ở các nồng độ cao hơn (8–11%), CrI giảm nhẹ và đỉnh nhiễu xạ kém sắc nét, cho thấy xử lý kiềm quá mạnh có thể gây phá vỡ một phần cấu trúc tinh thể cellulose. Song song đó, hiệu suất thu hồi sợi giảm dần khi tăng nồng độ NaOH từ 2,5; 5; 8; và 11% tương ứng với hiệu suất thu hồi lần lượt là 51,1; 49,3; 47,2; và 39,4% trong (Bảng 2) phản ánh sự gia tăng tổn thất vật liệu trong môi trường kiềm mạnh. Dựa trên sự cân bằng giữa độ kết tinh cao, hình dạng đỉnh XRD rõ ràng và hiệu suất thu hồi sợi chấp nhận được, nồng độ NaOH 5% được lựa chọn là điều kiện xử lý kiềm phù hợp cho các khảo sát tiếp theo.



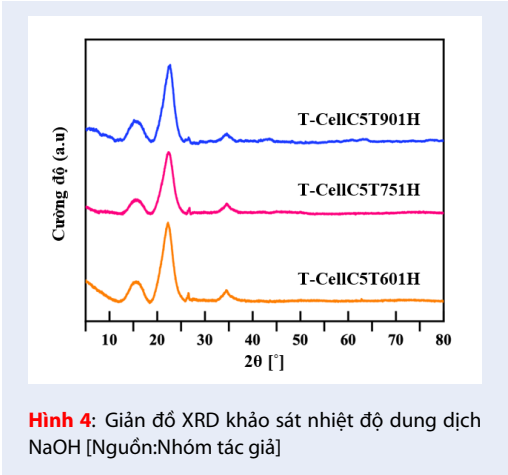
Hình 3: Giản đồ XRD các mẫu khảo sát nồng độ dung dịch [Nguồn: Nhóm tác giả]

Hình 4 cho thấy sự ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý kiềm được khảo sát tại ba mức nhiệt độ khác nhau (60, 75 và 90 °C) trong cùng một thời gian xử lý và tại nồng độ NaOH 5%. Các giản đồ XRD cho thấy các đỉnh đặc trưng của cellulose I vẫn được duy trì với hai đỉnh đặc trưng của cellulose tại $2\theta \approx 15,9^\circ$ và $22,5^\circ$ ở tất cả các mức nhiệt độ khảo sát⁹. Khi tăng nhiệt độ từ 60

Bảng 2: Kích thước tinh thể và hiệu suất thu hồi sợi sau khảo sát nồng độ xử lý kiềm [Nguồn:Nhóm tác giả]

Nồng độ NaOH (C%)	Kích thước tinh thể (nm)				Hiệu suất thu hồi sợi (%)
	Peak 1 (2θ ≈ 15,9°)	Peak 2 (2θ ≈ 22,5°)	Peak 3 (2θ ≈ 34,5°)	Trung bình	
2,5	3,34	2,66	3,90	3,32 0,62	51,1
5	2,89	3,19	3,74	3,27 0,43	49,3
8	2,71	3,19	4,66	3,52 1,02	47,2
11	2,77	3,06	3,03	2,95 0,16	39,4

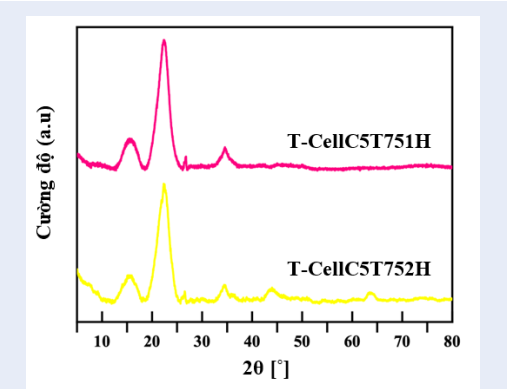
lên 75 °C, độ kết tinh tăng từ 85,6 lên 93,7%, tương ứng mức tăng khoảng 8,07%, cho thấy cấu trúc tinh thể được cải thiện rõ rệt do loại bỏ hiệu quả các thành phần vô định hình. Phản ánh sự gia tăng mức độ trật tự tinh thể do quá trình loại bỏ hiệu quả hơn các thành phần vô định hình



Hình 4: Giản đồ XRD khảo sát nhiệt độ dung dịch NaOH [Nguồn:Nhóm tác giả]

Tuy nhiên, khi tiếp tục tăng nhiệt độ lên 90 °C, CrI giảm xuống còn 86,4%, cho thấy xử lý ở nhiệt độ cao có thể gây ảnh hưởng bất lợi đến vùng tinh thể cellulose. Song song với sự thay đổi về cấu trúc tinh thể, hiệu suất thu hồi sợi giảm khi tăng nhiệt độ xử lý, từ 55,1% tại 60 °C xuống còn 49,3% tại 90 °C (Bảng 3). Kích thước tinh thể gần như không thay đổi theo thời gian khảo sát. Kết quả này cho thấy nhiệt độ xử lý quá cao làm gia tăng mức độ hòa tan cellulose. Do đó, nhiệt độ xử lý kiềm 75 °C được lựa chọn là điều kiện tối ưu, đảm bảo đạt được độ kết tinh cao trong khi vẫn duy trì hiệu suất thu hồi sợi ở mức phù hợp. Hình 5 là ảnh hưởng của thời gian xử lý kiềm đến cấu trúc tinh thể cellulose được khảo sát tại hai khoảng thời gian xử lý khác nhau, tại nồng độ NaOH 5% và nhiệt độ xử lý 75 °C. Khi tăng thời gian xử lý từ 1 lên 2 giờ, CrI giảm từ 93,7 xuống 78,9%, cho thấy việc kéo

dài thời gian xử lý làm giảm hiệu quả các pha vô định hình còn sót lại. Hiệu suất thu hồi sợi giảm đáng kể từ 52,3% tại 1 giờ xuống còn 47,7% tại 2 giờ, và kích thước tinh thể có xu hướng giảm phản ánh sự gia tăng tổn thất vật liệu khi kéo dài thời gian tiếp xúc với môi trường kiềm (Bảng 4). Do đó, thời gian xử lý kiềm 1 giờ được xác định là điều kiện phù hợp hơn nhằm cân bằng giữa việc cải thiện cấu trúc tinh thể cellulose và việc sử dụng hiệu quả vật liệu này.



Hình 5: Giản đồ XRD các mẫu khảo sát thời gian xử lý kiềm [Nguồn: Nhóm tác giả]

Ảnh hưởng của nồng độ NaClO đến cấu trúc tinh thể cellulose

Hình 6 là ảnh trực quan của các mẫu CNF sau hai lần tẩy bằng NaClO ở các nồng độ khác nhau và ở cùng nồng độ 4,12% trong một lần và hai lần tiến hành tẩy trắng với NaClO. Kết quả cho thấy sự khác biệt rõ rệt về màu sắc theo nồng độ NaClO và giữa số lần tẩy trắng. Mẫu CNF-1,83% sau hai lần tẩy vẫn còn màu vàng nhạt, cho thấy sự hiện diện nhất định của các chromophore có nguồn gốc từ lignin. Trong khi đó, các mẫu CNF-2,75% và đặc biệt là CNF-4,12% chuyển sang màu trắng đục đồng nhất hơn, với CNF-4, 12% thể hiện mức độ trắng cao nhất. Bên cạnh đó hai lần

Bảng 3: Kích thước tinh thể và hiệu suất thu hồi sợi sau khảo sát nhiệt độ xử lý kiềm [Nguồn: Nhóm tác giả]

Nhiệt độ (°C)	Kích thước tinh thể (nm)				Hiệu suất thu hồi sợi (%)
	Peak 1 ($2\theta \approx 15,9^\circ$)	Peak 2 ($2\theta \approx 22,5^\circ$)	Peak 3 ($2\theta \approx 34,5^\circ$)	Trung bình	
60	2,75	2,98	3,90	3,21 0,61	55,1
75	2,90	3,08	4,57	3,52 0,93	52,3
90	2,89	3,19	3,74	3,27 0,43	49,3

Bảng 4: Kích thước tinh thể và hiệu suất thu hồi sợi sau khảo sát thời gian xử lý kiềm [Nguồn: Nhóm tác giả]

Thời gian	Kích thước tinh thể (nm)				Hiệu suất thu hồi sợi (%)
	Peak 1 ($2\theta \approx 15,9^\circ$)	Peak 2 ($2\theta \approx 22,5^\circ$)	Peak 3 ($2\theta \approx 34,5^\circ$)	Trung bình	
1 giờ	2,90	3,08	4,57	3,52 0,93	52,3
2 giờ	3,46	3,13	0,15	2,25 1,82	47,7

tẩy trắng cũng cho kết quả tẩy trắng tốt hơn so với chỉ tẩy trắng một lần. Kết quả này khẳng định vai trò của NaClO như một chất oxi hóa mạnh, có khả năng phá hủy hiệu quả các nhóm tạo màu trong lignin khi nồng độ tăng. Cấu trúc tinh thể của cellulose trước và sau xử lý kiềm kết hợp tẩy trắng được phân tích bằng XRD được trình bày trong Hình 6. Cellulose chưa xử lý (Cell) có độ kết tinh 69,4%, phản ánh sự đồng tồn tại của pha tinh thể cellulose và các pha vô định hình như hemicellulose và lignin. Sau xử lý kiềm kết hợp tẩy trắng hai lần bằng NaClO, tất cả các mẫu CNF đều thể hiện ba đỉnh nhiễu xạ đặc trưng tại $2\theta \approx 15,9$; $22,5$ và 34° như trong Hình 7, tương ứng với các mặt tinh thể (110), (002) và (004) của cellulose loại I⁹. So sánh giữa các mẫu CNF cho thấy cường độ và độ sắc nét của đỉnh (002) tại $2\theta \approx 22^\circ$ tăng rõ rệt khi tăng nồng độ NaClO. Đặc biệt, mẫu CNF-4,12% thể hiện đỉnh (002) cao và nhọn nhất, đồng thời có độ kết tinh đạt 81,7%, cao hơn đáng kể so với mẫu Cell ban đầu. Sự gia tăng độ kết tinh này phản ánh việc loại bỏ hiệu quả các pha vô định hình của hemicellulose và lignin trong quá trình oxi hóa, làm tăng tỷ lệ pha tinh thể cellulose trong vật liệu. Theo cơ chế đã được báo cáo, các ion hidroni (H_3O^+) trong môi trường axit có xu hướng xâm nhập ưu tiên vào vùng vô định hình, gây cắt đứt các liên kết glycosidic và giải phóng các miền tinh thể cellulose riêng lẻ¹⁰. Bên cạnh sự cải thiện về cấu trúc tinh thể, hiệu suất thu hồi CNF giảm dần khi tăng nồng độ NaClO, lần lượt đạt 61,4 58,7 và 51,2% tương ứng với các mẫu CNF-1,83; CNF-2,75 và CNF-4,12%, trong khi kích thước tinh thể gần như ổn định (Bảng 5). Xu hướng này cho thấy xử lý oxi hóa mạnh

hơn làm gia tăng mức độ hòa tan và tổn thất vật liệu cellulose. Chúng tôi dừng lại thí nghiệm ở nồng độ NaClO là 4,12% với sau hai lần tẩy trắng tốt nhất và kí hiệu ngắn gọn là CNF trong các kết quả tiếp theo.



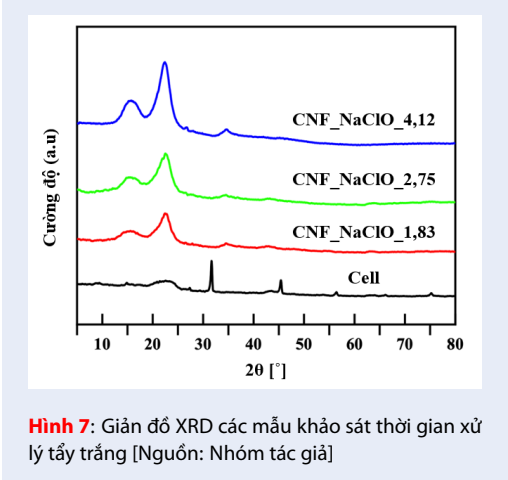
Hình 6: Màu sắc sợi CNF sau tẩy trắng hai lần [Nguồn: Nhóm tác giả]

Kết quả hình thái Cell và CNF

Hình 8A là ảnh SEM của sợi thô chưa xử lý, cho thấy cấu trúc bó sợi kích thước lớn với bề mặt thô ráp, nhiều lớp vảy và rãnh đặc trưng của vật liệu lignocellulosic chưa qua xử lý, trong đó cellulose bị bao bọc bởi hàm lượng lignin và hemicellulose cao; hình thái này phù hợp với các quan sát đã được báo cáo cho sợi xơ dừa tự nhiên và các sợi thực vật tương tự¹¹. Sau khi xử lý kiềm bằng NaOH kết hợp với quá trình tẩy trắng với NaClO, ảnh FESEM ở Hình 8B cho thấy sự tách nhỏ rõ rệt của cấu trúc sợi, bề mặt trở nên đồng đều hơn và hình thành mạng lưới các sợi nanocellulose, chứng tỏ sự loại bỏ hiệu quả các thành phần vô định hình (lignin và hemicellulose) và quá trình giải

Bảng 5: Kích thước tinh thể và hiệu suất thu hồi sợi sau xử lý tẩy trắng [Nguồn: Nhóm tác giả]

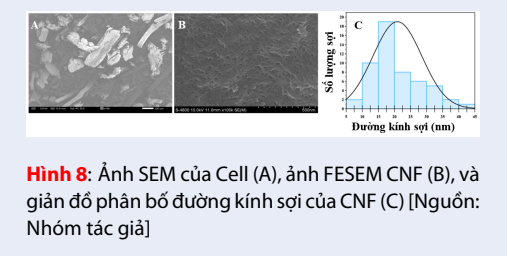
Nồng độ NaClO (C%)	Kích thước tinh thể (nm)				Hiệu suất thu hồi sợi (%)
	Peak 1 ($2\theta \approx 15,9^\circ$)	Peak 2 ($2\theta \approx 22,5^\circ$)	Peak 3 ($2\theta \approx 34,5^\circ$)	Trung bình	
1,83	2,42	3,13	2,59	2,71 0,37	61,4
2,75	2,70	2,96	2,33	2,63 0,37	58,7
4,12	2,88	3,15	1,94	2,66 0,64	51,2



Hình 7: Giảm độ XRD các mẫu khảo sát thời gian xử lý tẩy trắng [Nguồn: Nhóm tác giả]

phóng vi sợi cellulose, phù hợp với cơ chế xử lý hóa học đã được mô tả trong nghiên cứu trước đây về CNF từ xơ dừa và bột gỗ¹². Kết quả phân tích kích thước ở Hình 8C cho thấy đường kính trung bình của CNF đạt khoảng 18,5 nm, nằm trong khoảng điển hình (10–30 nm) của cellulose nanofiber điều chế từ sợi thực vật bằng phương pháp xử lý kiềm-oxi hóa, cho thấy mức độ nano hóa đạt được trong nghiên cứu này là tương đương, thậm chí ưu việt so với nhiều báo cáo đã công bố^{13,14}. So với nghiên cứu của Bondeson và các cộng sự (2006), sợi thu được chủ yếu là cellulose nanocrystals có đường kính ~5–20 nm trong quy trình có kết hợp bước thủy phân với axit mạnh, hoặc trong một nghiên cứu khác của Spence và các cộng sự (2011) với quy trình sử dụng kết hợp các phương pháp cơ học cường độ cao như đồng hóa hoặc vi dịch hóa ở áp suất cao sợi thu được có kích thước thường ~20–60 nm^{15,16}. CNF trong nghiên cứu này vẫn đạt kích thước sợi trung bình dưới 20 nm với một quy trình tách chiết thì đơn giản hơn. Có nhiều nguyên nhân cho kết quả thu được có thể là do tự loại bỏ tốt các thành phần khác ngoài cellulose từ sự kết hợp tốt giữa các bước tiền xử lý như rửa nước nóng đến quá trình chiết soxhlet, cùng với bước xử lý kiềm với các điều kiện tối ưu và sau cùng là quá trình tẩy trắng hai lần

hiệu quả đã góp phần kiểm soát tốt được kích thước cũng như độ kết tinh của CNF thu được.



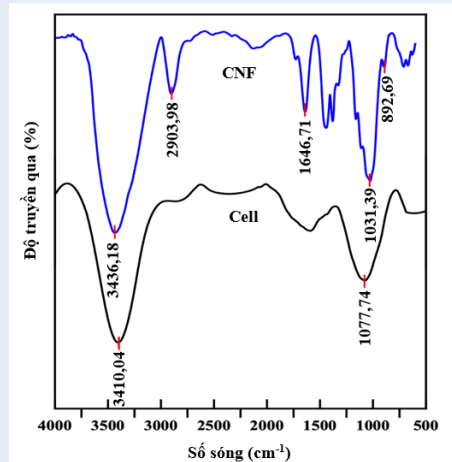
Hình 8: Ảnh SEM của Cell (A), ảnh FESEM CNF (B), và giản đồ phân bố đường kính sợi của CNF (C) [Nguồn: Nhóm tác giả]

Đặc điểm cấu trúc của CNF

Hiệu quả của các bước xử lý hóa học trong quá trình điều chế CNF được đánh giá bằng phân tích FTIR (Hình 9). Phổ FTIR của Cell và CNF đều thể hiện các dải hấp thụ đặc trưng của cellulose trong vùng 2800–3500 cm⁻¹ và 500–1750 cm⁻¹, với dải rộng tại 3300–3400 cm⁻¹ gán cho dao động kéo giãn –OH và các đỉnh khoảng 2900 cm⁻¹ liên quan đến dao động C–H của polysaccharit¹⁷. Trong vùng số sóng thấp, sự xuất hiện của đỉnh tại ~897 cm⁻¹ xác nhận cấu trúc β-glycosidic của cellulose được bảo toàn sau xử lý, trong khi các đỉnh tại 1028–1060 cm⁻¹ (C–O trong vòng pyranose) vẫn được duy trì với sự thay đổi cường độ do loại bỏ các thành phần phi cellulose¹⁸. Đáng chú ý, đỉnh 1230–1240 cm⁻¹ đặc trưng cho lignin và một phần hemicellulose xuất hiện rõ ở mẫu Cell nhưng suy giảm mạnh và gần như biến mất ở CNF, cho thấy hiệu quả loại bỏ các pha phi cellulose¹⁹. Ngoài ra, đỉnh tại 1630–1640 cm⁻¹ liên quan đến dao động uốn O–H của nước hấp phụ xuất hiện rõ hơn sau xử lý, phản ánh khả năng hút ẩm tăng của cellulose đã xử lý kiềm²⁰. Tổng thể, kết quả FTIR khẳng định các bước xử lý hóa học đã loại bỏ hiệu quả lignin và hemicellulose trong khi vẫn bảo toàn khung cấu trúc cellulose của CNF.

Đặc điểm tính chất nhiệt của Cell và CNF

TGA kết hợp với đường đạo hàm DTG (Hình 10A và Hình 10B) được sử dụng để đánh giá độ ổn định

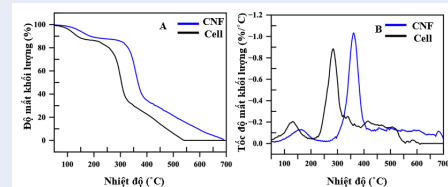


Hình 9: Phổ FTIR của sợi thô (Cell) và sợi CNF
[Nguồn: Nhóm tác giả]

hiệt và cơ chế phân hủy của vật liệu lignocellulosic và nanocellulose. Kết quả cho thấy mẫu Cell có quá trình mất khối lượng qua nhiều giai đoạn đặc trưng cho sinh khối chưa tinh sạch, bao gồm sự bay hơi nước ở 50–120 °C, giai đoạn phân hủy chính trong khoảng 220–350 °C với đỉnh DTG tại 300–315 °C do sự phân hủy chống lẫn của hemicellulose và cellulose vô định hình, cùng vùng phân hủy kéo dài trên 350 °C liên quan đến cellulose kết tinh còn lại và lignin. Ngược lại, CNF sau xử lý kiềm bằng NaOH và tẩy trắng bằng NaClO thể hiện sự cải thiện rõ rệt về độ ổn định nhiệt, với đỉnh DTG dịch chuyển lên vùng 350–370 °C, dạng đỉnh sắc nét và đối xứng hơn, phản ánh cấu trúc đồng nhất và hàm lượng cellulose tinh sạch cao. Đồng thời, CNF cho thấy tốc độ mất khối lượng thấp hơn và khối lượng còn lại ở nhiệt độ cao trên 500 °C cũng cao hơn, cho thấy khả năng hình thành cấu trúc ổn định hơn sau khi được tách chiết so với Cell, đặc trưng cho các hệ nanocellulose có độ kết tinh cao và mạng liên kết hydro chặt chẽ. Các kết quả này khẳng định vai trò của xử lý NaOH trong việc loại bỏ hemicellulose, phá vỡ cấu trúc lignocellulosic ban đầu và hỗ trợ tách sợi nano, trong khi bước tẩy trắng NaClO giúp loại bỏ lignin còn sót lại mà không làm suy giảm độ bền nhiệt, từ đó tạo ra CNF có đặc trưng phân hủy nhiệt tương đương với CNF chất lượng cao từ các nguồn sinh khối truyền thống^{21–23}.

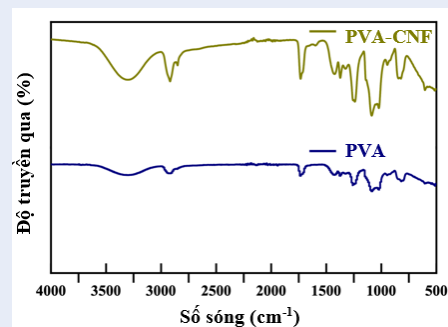
Kết quả phân tích màng PVA và PVA-CNF

Phổ FTIR của màng PVA (Hình 11) thể hiện dải hấp thụ rộng tại $\approx 3270 \text{ cm}^{-1}$, đặc trưng cho dao động kéo giãn –OH liên quan đến hệ liên kết hydro nội và liên



Hình 10: Giải đồ TGA (A) và DTG (B) của Cell và CNF
[Nguồn: Nhóm tác giả]

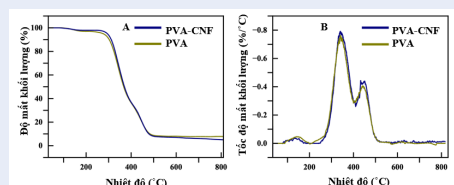
phân tử của PVA, cùng các đỉnh tại $\approx 2940 \text{ cm}^{-1}$ (C–H), $\approx 1150 \text{ cm}^{-1}$ (C–C, chỉ thị mức độ kết tinh) và $\approx 1090 \text{ cm}^{-1}$ (C–O). Khi gia cường CNF, dải –OH dịch chuyển từ ≈ 3270 sang $\approx 3350 \text{ cm}^{-1}$, cho thấy sự hình thành liên kết hydro mạnh giữa các nhóm hydroxyl trên bề mặt CNF và chuỗi PVA – hiện tượng điển hình trong các hệ composite PVA/nanocellulose và có vai trò quan trọng trong việc cải thiện độ bền liên pha. Trong vùng đầu vãn tay, các đỉnh C–C và C–O vẫn được duy trì nhưng có sự thay đổi về cường độ, phản ánh tương tác vật lý hiệu quả giữa CNF và nền polyme. Việc không xuất hiện các đỉnh hấp thụ mới cho thấy quá trình gia cường CNF không tạo liên kết cộng hóa trị mà chủ yếu dựa trên tương tác vật lý, đặc biệt là liên kết hydro. Tổng thể, kết quả FTIR khẳng định CNF được phân tán tốt và tích hợp hiệu quả vào mạng liên kết hydro của PVA, góp phần hình thành cấu trúc composite ổn định và giải thích cho sự cải thiện các tính chất cơ học của màng PVA/CNF^{24,25}.



Hình 11: Phổ FTIR màng PVA và màng PVA-CNF
[Nguồn: Nhóm tác giả]

Hành vi phân hủy nhiệt của màng PVA tinh khiết và màng PVA–CNF từ xơ dừa được thể hiện trong Hình 12A và Hình 12B. Ở giai đoạn đầu (25–120 °C), cả hai mẫu đều cho thấy sự suy giảm khối lượng nhẹ, chủ yếu do sự bay hơi của nước hấp phụ và các thành phần dễ bay hơi còn sót lại trong vật liệu²⁶. Giai đoạn phân hủy chính xảy ra trong khoảng 200–500

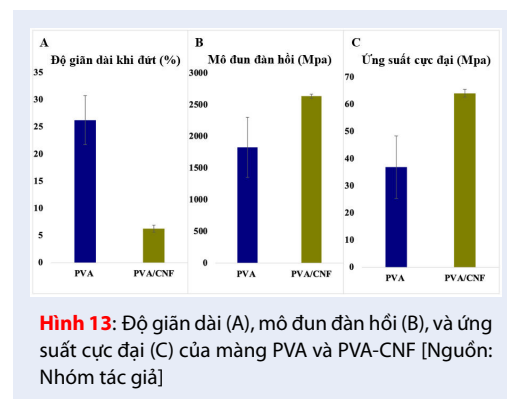
°C, được đặc trưng bởi sự sụt giảm khối lượng mạnh trên đường cong TGA và các đỉnh rõ nét trên đường DTG, liên quan đến quá trình tách nước nội phân tử và sự phân hủy mạch polyme PVA cũng như các liên kết glycosidic của cellulose. So với PVA tinh khiết, mẫu PVA–CNF có nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt cao hơn tuy không nhiều. Hiện tượng này cũng một phần cho thấy sự tương tác của CNF góp phần làm gia tăng nhẹ độ bền nhiệt của màng nanocomposite. Ở vùng nhiệt độ sau 500 °C, hai màng có độ bền phân hủy nhiệt gần như nhau với hàm lượng tro sau cùng gần như bằng không.



Hình 12: Giảm đồ TGA (A) và DTG (B) của PVA và PVA–CNF [Nguồn: Nhóm tác giả]

Kết quả phân tích cơ học (Hình 13) cho thấy việc gia cường CNF gây ra sự thay đổi rõ rệt trong hành vi cơ học của màng PVA, thể hiện qua sự suy giảm tính dẻo nhưng cải thiện đáng kể độ cứng và độ bền chịu kéo. Cụ thể, độ giãn dài khi đứt giảm mạnh từ 26,26% đối với PVA nguyên chất xuống 6,28% đối với màng PVA/CNF, phản ánh khả năng CNF hạn chế chuyển động của các chuỗi PVA thông qua mạng lưới gia cường cứng và các tương tác liên kết hydro dày đặc. Ngược lại, mô đun đàn hồi tăng khoảng 44,03%, cho thấy vai trò của CNF như một pha gia cường có độ cứng cao và khả năng tương tác hiệu quả với nền polyme. Đồng thời, ứng suất chịu tải tối đa tăng mạnh khoảng 73,66%, khẳng định hiệu quả gia cường cơ học rõ rệt của CNF. Kết quả này phù hợp và có phần cao hơn so với các nghiên cứu đã công bố trước đây. Cụ thể, Iwamoto Shinya và cộng sự cho thấy rằng việc bổ sung CNF có thể làm tăng mạnh mô đun đàn hồi (khoảng 100–200%) và độ bền kéo (khoảng 50–100%) của vật liệu, kèm theo sự suy giảm đáng kể độ giãn dài²⁷. Tương tự, Lee Kyong Yop và cộng sự báo cáo rằng mô đun đàn hồi của màng PVA/CNF tăng khoảng 30–50% trong khi độ giãn dài giảm do sự hạn chế chuyển động của chuỗi polyme²⁸. Ngoài ra, Fortunati Elena và cộng sự cũng ghi nhận mô đun đàn hồi tăng khoảng 40–70% và độ bền kéo tăng 30–60% đối với màng PVA/CNF, phù hợp với xu hướng quan sát được trong nghiên cứu này²⁹. Tổng thể, việc bổ sung CNF làm giảm tính dẻo nhưng đồng thời nâng

cao mạnh mẽ độ cứng và khả năng chịu tải của màng PVA, khẳng định CNF là pha gia cường hiệu quả cho các hệ polyme nền PVA.



Hình 13: Độ giãn dài (A), mô đun đàn hồi (B), và ứng suất cực đại (C) của màng PVA và PVA–CNF [Nguồn: Nhóm tác giả]

KẾT LUẬN

Cellulose nanofiber (CNF) đã được tách chiết thành công từ phụ phẩm cuống lá cây dừa nước (*Nypa fruticans*) bằng quy trình cơ học– xử lý kiềm – tẩy trắng đơn giản, không sử dụng thủy phân axit. Phương pháp đề xuất cho phép loại bỏ hiệu quả hemicellulose và lignin, đồng thời bảo toàn cấu trúc tinh thể cellulose loại I. Các điều kiện xử lý tối ưu (NaOH 5 wt%, 75 °C, 1 giờ, kết hợp tẩy trắng hai lần bằng NaClO 4,12%) tạo ra CNF có độ kết tinh cao, hình thái sợi nano đồng đều (đường kính trung bình $\approx$ 18,5 nm) và độ ổn định nhiệt được cải thiện. Các phân tích cấu trúc (XRD, FTIR), hình thái (SEM/FESEM) và nhiệt (TGA) cho thấy CNF thu được có độ tinh khiết cao và tính toàn vẹn cấu trúc tốt.

Việc gia cường CNF vào poly(vinyl alcohol) làm tăng đáng kể độ bền kéo, mô đun đàn hồi và cải thiện nhẹ độ bền nhiệt của màng composite thông qua các tương tác liên kết hydro mạnh, khẳng định vai trò của CNF như một pha gia cường hiệu quả. Nhìn chung, nghiên cứu này đề xuất một quy trình chế tạo CNF đơn giản mà không qua bước thủy phân với axit mạnh. Đồng thời, điểm mới của nghiên cứu không chỉ nằm ở việc loại bỏ bước thủy phân axit, mà còn thu được sợi nanocellulose có kích thước khá nhỏ với độ kết tinh cao, mở ra tiềm năng lớn của sinh khối dừa nước như một nguồn nguyên liệu bền vững cho các ứng dụng bao bì phân hủy sinh học và vật liệu composite sinh học.

DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT

CNF – Sợi cellulose nano (cellulose nanofiber)
Cell – Cellulose thô / sợi cellulose ban đầu
CrI – Crystallinity Index (độ kết tinh tương đối)

DSC – phân tích nhiệt lượng quét nhiệt vi sai
DTG – đạo hàm nhiệt trọng lượng
FESEM – kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường
FTIR – phổ hồng ngoại biến đổi Fourier
NaClO – natri hypochlorit(n(sodium hypochlorite)
NaOH – natri hydroxit (sodium hydroxide)
PVA – Poly(vinyl alcohol)
SEM – kính hiển vi điện tử quét
TGA – phân tích nhiệt trọng lượng
W-Cell – Mẫu Cellulose sau tiến xử lý
T-Cell – Mẫu Cellulose sau xử lý kiểm
T-CellC2,5T901H – Mẫu cellulose xử lý kiểm nồng
độ NaOH 2,5%, 1 giờ 90 °C
T-CellC5T901H – Mẫu cellulose xử lý kiểm nồng độ
NaOH 5%, 1 giờ 90 °C
T-Cell8T901H – Mẫu cellulose xử lý kiểm nồng độ
NaOH 8%, 1 giờ 90 °C
T-CellC11T901H – Mẫu cellulose xử lý kiểm nồng độ
NaOH 11%, 1 giờ 90 °C
CNF-NaClO-1,83% – Mẫu sợi cellulose nano xử lý
nồng độ NaClO 1,83%
CNF-NaClO-2,75% – Mẫu sợi cellulose nano xử lý
nồng độ NaClO 2,75%
CNF-NaClO-4,12 % – Mẫu sợi cellulose nano xử lý
nồng độ NaClO 4,12%
XRD – nhiễu xạ tia X (X-ray Diffraction)

XUNG ĐỘT LỢI ÍCH

Các tác giả không có xung đột lợi ích nào.

ĐÓNG GÓP CỦA TÁC GIẢ

Hai tác giả Trần Quang Thuận và Thái Bội Nghi đã
đóng góp như nhau cho công trình này. Trần Quang
Thuận và Thái Bội Nghi: khái niệm hóa, phương pháp
luận, điều tra, xác thực và viết bản thảo gốc; Nguyễn
Tuồng Vy: giám sát, xác thực, viết, xem xét và biên
tập.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Jose SA, Cowan N, Davidson M, Godina G, Smith I, Xin J, et al. A comprehensive review on cellulose nanofibers, nanomaterials, and composites: manufacturing, properties, and applications. *Nanomaterials* (Basel, Switzerland). 2025;15(5):356. Available from: <https://doi.org/10.3390/nano15050356>.
- Díaz C, López D, Rodríguez A, Amaro-Reyes A, Espinosa-Andrews H, González E. Thermal degradation and kinetics of cellulose and its derivatives: A comprehensive review. *Polymer Degradation & Stability*. 2011;96(11):2063–76. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2011.08.014>.
- Viet TQ, Thanh LH, Tuyen LT, Loi NT, Thy TT, Ngan NT, et al. Synthesis of cellulose nanofiber from Nypa fruticans shell collected from Can Tho City, Viet Nam. *CTU Journal of Innovation and Sustainable Development*. 2025;17(1):99–105. Available from: <https://doi.org/10.22144/ctujoisd.2025.025>.
- Plant polysaccharides: biosynthesis and bioengineering; 2005. Available from: <https://doi.org/10.1007/b136816>.
- Tarrés Q, Oliver-Ortega H, Alcalà M, Espinach FX, Mutjé P, Delgado-Aguilar M. Research on the strengthening advantages on using cellulose nanofibers as polyvinyl alcohol reinforcement. *Polymers*. 2020;12(4):974. Available from: <https://doi.org/10.3390/polym12040974>.
- Mahardika M, Masruchin N, Amelia D, Ilyas RA, Septevani AA, Syafri E, et al. Nanocellulose reinforced polyvinyl alcohol-based bio-nanocomposite films: improved mechanical, UV-light barrier, and thermal properties. *RSC Advances*. 2024;14(32):23232–23244. Available from: <https://doi.org/10.1039/D4RA04205K>.
- Carrasco S, Amaro-Gahete J, Espinosa E, Benítez A, Romero-Salguero FJ, Rodríguez A. Engineering PVA-CNF-MOF composite films for active packaging: enhancing mechanical strength, barrier performance, and stability for fresh produce preservation. *Molecules* (Basel, Switzerland). 2025;30(19):3971. Available from: <https://doi.org/10.3390/molecules30193971>.
- Nguyen VT, Ha LQ, Nguyen TD, Ly PH, Nguyen DM, Hoang D. Nanocellulose and graphene oxide aerogels for adsorption and removal of methylene blue from an aqueous environment. *ACS Omega*. 2021;7(1):1003–13. Available from: <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c05586>.
- Xu C, Zhu S, Xing C, Li D, Zhu N, Zhou H. Isolation and properties of cellulose nanofibrils from coconut palm petioles by different mechanical processes. *PLoS One*. 2015;10(4):e0122123. Available from: <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0122123>.
- Lima MMDS, Borsali R. Rodlike cellulose microcrystals: structure, properties, and applications. *Macromolecular Rapid Communications*. 2004;25(7):771–87. Available from: <https://doi.org/10.1002/marc.200300268>.
- Satyanarayana KG, Arizaga GG, Wypych F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. *Composites Part A, Applied Science and Manufacturing*. 2007;38(7):1694–709. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.02.006>.
- Abraham E, Deepa B, Pothen LA, Jacob M, Thomas S, Cvelbar U, et al. Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: a novel approach. *Carbohydrate Polymers*. 2011;86(4):1468–75. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.034>.
- Siqueira G, Bras J, Dufresne A. Cellulosic bionanocomposites: a review of preparation, properties and applications. *Cellulose* (London, England). 2010;17:289–320. Available from: <https://doi.org/10.3390/polym2040728>.
- Moon RJ, Martini A, Nairn J, Simonsen J, Youngblood J. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. *Chemical Society Reviews*. 2011;40(7):3941–94. Available from: <https://doi.org/10.1039/c0cs00108b>.
- Bondeson D, Mathew A, Oksman K. Optimization of the isolation of nanocrystals from microcrystalline cellulose by acid hydrolysis. *Cellulose* (London, England). 2006;13(2):171–80. Available from: <https://doi.org/10.1007/s10570-006-9061-4>.
- Spence KL, Venditti RA, Rojas OJ, Habibi Y, Pawlak JJ. A comparative study of energy consumption and physical properties of microfibrillated cellulose produced by different processing methods. *Cellulose* (London, England). 2011;18(4):1097–111. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.12.020>.
- Morán JI, Alvarez VA, Cyras VP, Vázquez A. Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. *Cellulose* (London, England). 2008;15(1):149–59. Available from: <https://doi.org/10.1007/s10570-007-9145-9>.
- Rahman WA, Sin LT, Rahmat AR, Samad AA. Thermal behaviour and interactions of cassava starch filled with glycerol plasticized polyvinyl alcohol blends. *Carbohydrate Polymers*. 2010;81(4):805–10. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.03.012>.
- Sun RC, Tomkinson J, Ma PL, Liang SF. Structural changes of hemicelluloses in wheat straw during alkaline peroxide treatment. *European Polymer Journal*. 2001;37:1399–1408. Available from: [https://doi.org/10.1016/S0014-3057\(01\)00303-2](https://doi.org/10.1016/S0014-3057(01)00303-2).

20. Nascimento DM, Dias AF, Jr CPA, de Freitas Rosa M, Morais JP, de Figueirêdo MC. A comprehensive approach for obtaining nanocrystal cellulose from coconut fiber. Part II: environmental assessment of technological pathways. *Industrial Crops and Products*. 2016;93:58–65. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.02.063>.
21. Klemm D, Kramer F, Moritz S, Lindström T, Ankerfors M, Gray D, et al. Nanocelluloses: a new family of nature-based materials. *Angewandte Chemie International Edition in English*. 2011;50(24):5438–66. Available from: <https://doi.org/10.1002/anie.201001273>.
22. Yang H, Yan R, Chen H, Lee DH, Zheng C. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*. 2007;92(12-13):176–84. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013>.
23. Habibi Y, Lucia LA, Rojas OJ. Cellulose nanocrystals: chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical Reviews*. 2010;110(6):3479–500. Available from: <https://doi.org/10.1021/cr900339w>.
24. Mansur HS, Sadahira CM, Souza AN, Mansur AA. FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degrees chemically crosslinked with glutaraldehyde. *Materials Science and Engineering C*. 2008;28(4):539–48. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2007.10.088>.
25. Siró I, Plackett D. Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review. *Cellulose* (London, England). 2010;17(3):459–94. Available from: <https://doi.org/10.1007/s10570-010-9405-y>.
26. Babu AG, Saravanakumar SS. Mechanical and physicochemical properties of green biofilms from poly (vinyl alcohol)/nano rice hull fillers. *Polymer Bulletin*. 2021;79(7):5365–87. Available from: <https://doi.org/10.1007/s00289-021-03710-9>.
27. Iwamoto S, Nakagaito AN, Yano H. Nano-fibrillation of pulp fibers for the processing of transparent nanocomposites. *Biomacromolecules*. 2007;8(8):2485–91. Available from: <https://doi.org/10.1021/bm0702760>.
28. Lee KY, Aitomäki Y, Berglund LA, Oksman K, Bismarck A. On the use of nanocellulose as reinforcement in polymer matrix composites. *Composites Science and Technology*. 2014;105:15–27. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.08.032>.
29. Fortunati E, Puglia D, Luzi F, Santulli C, Kenny JM, Torre L. Binary PVA bio-nanocomposites containing cellulose nanocrystals extracted from different natural sources: part I. *Carbohydrate Polymers*. 2013;97(2):825–36. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.05.052>.

Extraction of nanocellulose from by-products of Vietnamese nipa palm (*Nypa fruticans*) and its application as a reinforcing phase in the fabrication of polyvinyl alcohol-based nanocomposite films

Tran Quang Thuan¹, Thai Boi Nghi¹, Nguyen Tuong Vy^{1,2,*}



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

¹Faculty of Materials Science and Technology, University of Science

²Vietnam National University Ho Chi Minh City (VNU-HCM), Vietnam

Correspondence

Nguyen Tuong Vy, Faculty of Materials Science and Technology, University of Science

Vietnam National University Ho Chi Minh City (VNU-HCM), Vietnam

Email: ngtvty@hcmus.edu.vn

History

- Received: 11-02-2026
- Revised: 11-05-2026
- Accepted: 20-07-2026
- Published Online: 25-08-2026

DOI : <https://doi.org/10.32508/vnuhcmj-arns.v10i3.1518>



Check for updates

Copyright

© VNUHCM Journal. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International license.

ABSTRACT

Nipa palm (*Nypa fruticans*) is a cellulose-rich biomass resource; however, by-products such as *Nypa fruticans* is a cellulose-rich biomass resource; however, post-harvest residues, particularly leaf petioles, remain largely underutilized. In this study, cellulose nanofiber (CNFs) were successfully extracted for the first time in Vietnam from *Nypa fruticans* leaf petioles via a simple process combining mechanical treatment, alkaline treatment, and bleaching, without acid hydrolysis. The effects of alkaline treatment conditions, including sodium hydroxide (NaOH) concentration, temperature, and treatment time, on the crystalline structure of cellulose were systematically investigated. X-ray diffraction (XRD) analysis revealed that alkaline treatment parameters significantly influenced cellulose crystallinity through the removal of hemicellulose and lignin from amorphous regions. Appropriate alkaline conditions led to an increase in crystallinity, whereas excessive treatment caused partial degradation of the crystalline structure. Bleaching with sodium hypochlorite (NaClO) at concentrations of 1.83; 2.75 and 4.12% further enhanced CNF crystallinity but resulted in a corresponding decrease in fiber yield, with corresponding values of 61.4%, 58.7%, and 51.2%, respectively. CNFs obtained under optimal conditions exhibited an average fiber diameter of approximately 18.5 nm, high crystallinity (~81.7%), and markedly improved thermal stability compared with the original fibers. The structural, morphological, and thermal properties of CNF were characterized using Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), field-emission scanning electron microscopy (FESEM), and thermogravimetric analysis (TGA). Furthermore, when employed as a reinforcing phase in poly(vinyl alcohol) (PVA)-based nanocomposite films, CNF markedly enhanced the mechanical properties of PVA/CNF films, with increases of approximately 44% in elastic modulus and 73.6% in tensile strength, along with a slight improvement in the onset degradation temperature compared to neat PVA films. This study proposes an efficient, cost-effective, and environmentally friendly approach for CNF production from agricultural residues, enhancing the value of *Nypa fruticans* biomass and highlighting its potential for sustainable biobased materials and polymer composite applications.

Key words: alkaline treatment, bleaching, nipa palm leaf stalks, nanocomposite, nanocellulose, poly(vinyl alcohol), X-ray diffraction

Cite this article : Thuan T Q, Nghi T B, Vy N T. Extraction of nanocellulose from by-products of Vietnamese nipa palm (*Nypa fruticans*) and its application as a reinforcing phase in the fabrication of polyvinyl alcohol-based nanocomposite films. VNUHCM J. Adv. Res. Nat. Sci. 2026; 10(3): 3693-3704.