

# Cải thiện tính chất nhiệt và đặc tính cháy của aerogel từ nanocellulose và graphene oxide bằng sodium bicarbonate

Khổng Bảo Duy, Dương Thụy Trúc Hàn, Lý Hiểu Phương, Nguyễn Tường Vy\*



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

## TÓM TẮT

Trong nghiên cứu này, chúng tôi tổng hợp vật liệu aerogel thân thiện với môi trường có nguồn gốc từ sợi nanocellulose (CNF) kết hợp với graphene oxide (GO), polyvinyl alcohol (PVA) và sodium bicarbonate (NaHCO<sub>3</sub>) với định hướng cải thiện tính chất nhiệt và đặc tính cháy của aerogel chế tạo từ nanocellulose và graphene oxide. Aerogel thu được bằng kỹ thuật sấy đông khô có mật độ thấp (0,2236 g/cm<sup>3</sup>), độ xốp cao 85,92%, diện tích bề mặt riêng khi hấp phụ khí xấp xỉ 44,6 m<sup>2</sup>/g và khi giải hấp khí xấp xỉ 67,05 m<sup>2</sup>/g. Ngoài ra, aerogel tạo thành còn được phân tích cấu trúc thông qua nhiễu xạ tia X (XRD), quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR) và kính hiển vi điện tử quét (SEM). Nghiên cứu cho thấy sự có mặt của NaHCO<sub>3</sub>, một chất phụ gia chống cháy xanh và giá thành thấp, đã cải thiện đáng kể độ ổn định nhiệt, khả năng bắt cháy của aerogel trên nền nanocellulose. Ngoài ra, việc có mặt thêm thành phần chống cháy này gần như không gây ảnh hưởng tới khả năng hấp phụ loại bỏ MB của aerogel tạo thành, với hiệu suất loại bỏ vẫn ổn định trên 95% sau 5 chu kỳ tái sử dụng. Từ những kết quả trên, bước đầu đã cho thấy vật liệu aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> là một vật liệu nhẹ có mật độ thấp, diện tích bề mặt lớn thuận lợi cho các ứng dụng hấp phụ xử lý môi trường. Bên cạnh đó, vật liệu này còn có độ bền và độ ổn định nhiệt đã được cải thiện đáng kể từ đó mở ra hướng ứng dụng mới cho loại vật liệu hấp phụ này trong lĩnh vực chống cháy.

**Từ khóa:** Aerogel, hấp phụ, phụ gia chống cháy, thân thiện với môi trường, xử lý nước

## 1 MỞ ĐẦU

Sự ra đời của ngành công nghiệp dệt may, giày, da đã mang đến và tạo ra nhiều cơ hội việc làm cho người lao động. Theo ước tính, hằng năm ngành công nghiệp dệt nhuộm sử dụng 25% lượng hóa chất trên toàn thế giới và 20% lượng ô nhiễm toàn cầu do chính ngành công nghiệp này thải ra, việc này gây hại đến sức khỏe con người và tác động tiêu cực đến hệ sinh thái dưới nước. Trong đó, methylene xanh (MB) là một trong những loại thuốc nhuộm điển hình được sử dụng trong rất nhiều nghiên cứu để đánh giá khả năng hấp phụ và xử lý nước thải nhiễm thuốc nhuộm của các loại vật liệu hấp phụ<sup>1</sup>. Vì vậy, việc tìm và tạo ra các vật liệu xanh có thể xử lý nước nhiễm thuốc nhuộm đang là vấn đề được quan tâm hiện nay. Trong đó, vật liệu aerogel nanocellulose được xem là một trong những giải pháp bởi vì đặc tính thân thiện với môi trường và khả năng hấp phụ tốt của loại vật liệu này<sup>2,3</sup>. Tuy nhiên, vấn đề của loại vật liệu aerogel này là độ bền trong quá trình hấp phụ xử lý nước do các đặc tính ưa nước của cellulose, nên các aerogel nanocellulose thường được kết hợp thêm với các pha gia cường khác để tăng được độ bền trong nước, đồng thời vẫn đảm bảo được khả năng hấp phụ như GO<sup>4</sup>,

kết hợp đồng thời với quá trình khâu mạng bằng các hoạt chất hóa học như glutaraldehyde<sup>5</sup> để đảm bảo độ bền tốt nhất cho vật liệu. Bên cạnh đó, độ bền nhiệt cũng là một trong những tính chất còn hạn chế của các aerogel nanocellulose so với các loại aerogel khác, nên việc kết hợp thêm các thành phần chống cháy cũng là một cách được xem xét để cải thiện phần nào đặc tính này của aerogel nanocellulose<sup>6</sup>. Việc cải thiện tính chất nhiệt và đặc tính cháy của aerogel nanocellulose sẽ giúp cải thiện khả năng tái chế loại bỏ các chất đã hấp phụ trong aerogel bằng phương pháp nhiệt. Trong nghiên cứu này, chúng tôi chế tạo vật liệu aerogel nanocellulose kết hợp với graphene oxide, và NaHCO<sub>3</sub> được thêm vào như một phụ gia chống cháy thân thiện môi trường và rẻ tiền thông qua phương pháp trộn và đông khô đơn giản để cải thiện độ bền nhiệt của aerogel tạo thành đồng thời vẫn đảm bảo được một trong các ứng dụng quan trọng của loại aerogel này trong lĩnh vực xử lý nước thải nhiễm thuốc nhuộm methylene xanh.

## VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

### Vật liệu

Cuống lá cây dừa nước được thu nhận từ Thành phố Thủ Đức, Thành phố Hồ Chí Minh sau đó

Khoa Khoa học và Công nghệ Vật liệu, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Thành phố Hồ Chí Minh, Việt Nam

### Liên hệ

**Nguyễn Tường Vy**, Email: [ngtv@hcmus.edu.vn](mailto:ngtv@hcmus.edu.vn)

### Lịch sử

- Ngày nhận: 31-01-2024
- Ngày sửa đổi: 13-6-2024
- Ngày chấp nhận: 19-9-2024
- Ngày đăng:

### DOI:



### Bản quyền

© 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.



**Trích dẫn bài báo này:** Duy K B, Hàn D T T, Phương L H, Vy N T. **Cải thiện tính chất nhiệt và đặc tính cháy của aerogel từ nanocellulose và graphene oxide bằng sodium bicarbonate.** *Sci. Tech. Dev. J. - Nat. Sci.* 2024; ():1-12.

49 mang đi phơi khô được xay thành bột. Acid sunfu-  
 50 ric (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 98%), acid phosphoric (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 85%),  
 51 acid acetic (CH<sub>3</sub>COOH, 96%), hydrogen peroxide  
 52 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 30%), kalipenmaganat (KMnO<sub>4</sub>, 99,5%), na-  
 53 tri hydroxide (NaOH, 96%), natri hypochlorite (Na-  
 54 ClO, 8%) và natri bicarbonat (NaHCO<sub>3</sub>, 99,5%) tất  
 55 cả được mua từ công ty hóa chất ở Xilong, Trung  
 56 Quốc. Glutaraldehyde 50% được mua từ Aladdin,  
 57 Trung Quốc. Graphite 99% được mua từ Sigma-  
 58 Alrich, Đức. Polyvinyl alcohol (PVA, khối lượng  
 59 phân tử ~ 160 000 M, độ thủy phân 86,50 – 89,00%)  
 60 được mua từ Himedia, Ấn Độ. Methylene xanh (MB)  
 61 (C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>SCl.3H<sub>2</sub>O) được cung cấp bởi công ty  
 62 được phẩm OPC).

### 63 Phương pháp nghiên cứu

64 Các mẫu sau khi sấy khô ở 60°C được nghiền thành  
 65 bột và bảo quản ở độ ẩm khoảng 35%. Cấu trúc hóa  
 66 học được phân tích bằng quang phổ hồng ngoại biến  
 67 đổi Fourier (FTIR) trên máy quang phổ Nicolet iS10  
 68 FT-IR (Thermo Scientific, Mỹ) được quét từ số sóng  
 69 4000 – 400 cm<sup>-1</sup>, độ phân giải 4 cm<sup>-1</sup>.

70 Giảm đồ quang phổ nhiễu xạ tia X (XRD) được phân  
 71 tích trên máy nhiễu xạ Empyrean (Panalytical, Hà  
 72 Lan). Mẫu được sấy khô và quét góc 2θ từ 5° – 40°,  
 73 điện áp gia tốc 40 kV, cường độ dòng 40 mA, bức xạ  
 74 Cu - Kα (tám lọc Ni). Độ kết tinh của mẫu được tính  
 75 theo công thức Segal<sup>7</sup>.

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

76 Trong đó, I<sub>c</sub> là cường độ của mặt mạng tinh thể (200)  
 77 tại 2θ = 22,29°, I<sub>am</sub> là cường độ của mũi nhiễu  
 78 xạ thấp nhất tại 2θ = 16,1° với mặt mạng tinh thể  
 79 (110). Kích thước tinh thể được tính theo công thức  
 80 của Debye-Scherrer<sup>7</sup>.

$$D(nm) = \frac{\kappa \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (2)$$

81 Với κ = 0,91 là hằng số Scherrer, bước sóng λ = 0,154  
 82 nm, β (radian) là độ bán rộng của mũi tính hiệu và θ  
 83 (độ) là góc nhiễu xạ tại mũi đó.

84 Bề mặt hình thái (SEM) của vật liệu aerogel và kích  
 85 thước sợi được xác định qua kính hiển vi điện tử quét  
 86 FESEM S4800, Hitachi (HiTech – Nhật Bản) độ phóng  
 87 đại từ 50 – 2000 lần, với điện áp gia tốc 10 kV.

88 Thí nghiệm kiểm tra độ bền nhiệt: độ bền nhiệt của  
 89 các mẫu được xác định qua máy phân tích nhiệt –  
 90 khối lượng (TGA) Linseis STA PT 1600 (Đức), tốc độ  
 91 quét 4L/h, các mẫu được gia nhiệt từ nhiệt độ phòng  
 92 đến 800°C với tốc độ gia nhiệt 10°C/phút trong môi  
 93 trường khí argon.

Thí nghiệm kiểm tra khả năng chống cháy qua việc  
 đo cách nhiệt và đo chống cháy. Thí nghiệm đo khả  
 năng cách nhiệt của các mẫu aerogel CNF/GO/PVA  
 và aerogel có NaHCO<sub>3</sub> được tiến hành như sau: các  
 aerogel được cắt theo hình trụ có cùng kích thước 1  
 x 2,3 cm được đặt giữa tấm nhôm với kích thước 2 x  
 100 x 100 mm (đáy × dài × rộng) và đầu que diêm ở  
 giữa mẫu aerogel, sau đó được gia nhiệt bằng đèn cồn  
 và quan sát hành vi cháy của đầu que diêm.

Thí nghiệm kiểm tra tính chống cháy các mẫu aero-  
 gel được tiến hành như sau: các aerogel có cùng kích  
 thước 1 x 2,3 cm được đốt trên đèn cồn nghiêng góc  
 45° so với ngọn lửa<sup>8-10</sup>. Sau đó tiến hành quan sát  
 hành vi cháy của các mẫu.

Thí nghiệm hấp phụ loại bỏ methylene xanh của các  
 mẫu aerogel được thực hiện bằng cách cho 0,10 gam  
 chất hấp phụ vào 50,00 mL nước có methylene xanh  
 (MB, 20 mg/L) ở 298K. Thí nghiệm hấp phụ khuấy  
 bằng máy khuấy từ với tốc độ 300 rpm.

Quy trình giải hấp được thực hiện các mẫu được tiến  
 hành theo quy trình sau: các aerogel sau khi đạt bão  
 hòa hấp phụ MB trong lần hấp phụ thứ 1 sẽ được  
 ngâm trong 50 ml ethanol trong 90 phút để giải hấp  
 hết lượng MB đã hấp phụ trong cấu trúc (cho tới khi  
 dung môi ethanol không màu), sau đó cả aerogel và  
 túi lọc được để khô tự nhiên trong 24 h đến khi khối  
 lượng không đổi. Khối lượng aerogel và túi lọc trước  
 và sau khi tái hấp phụ đều được ghi nhận lại. Thí  
 nghiệm tái hấp phụ trong chu kỳ thứ hai được khảo sát  
 tương tự quy trình hấp phụ lần thứ nhất, làm tương  
 tự cho các chu kỳ hấp phụ và tái hấp phụ tiếp theo.

Nồng độ MB trước và sau khi hấp phụ được đo bằng  
 máy quang phổ tử ngoại khả kiến (UV-Vis) JASON V-  
 730 (Nhật Bản) với bước sóng chạy từ 350 nm – 900  
 nm. Để đánh giá về động học hấp phụ của aerogel  
 CNF/GO/PVA và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>  
 trên MB, dữ liệu động học của quá trình hấp phụ MB  
 được biểu diễn bằng hai mô hình động học biểu kiến  
 bậc một và bậc hai theo phương trình 3 và 4:

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (3)$$

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (4)$$

Trong đó: q<sub>e</sub> và q<sub>t</sub> (mg/g) lần lượt là hàm lượng thuốc  
 nhuộm MB được hấp phụ tại thời điểm cân bằng và  
 tại thời điểm t khác nhau; k<sub>1</sub> (phút<sup>-1</sup>), k<sub>2</sub> (g/mg ×  
 phút) lần lượt là hằng số tốc độ theo mô hình động  
 học hấp phụ bậc một và bậc hai.

Các mẫu sau khi bảo quản trong tủ lạnh trong 24 h  
 ở nhiệt độ 4°C sẽ được phân tích diện tích hạt thông  
 qua máy HORIBA SZ-100 (Nhật Bản) với độ nhớt

141 phân tán trung bình: 0,897 mPa·s, độ dẫn điện: 0,920  
 142 mS/cm và sử dụng điện áp điện cực: 3,3 V.  
 143 Các mẫu được đem thực hiện thí nghiệm đo nén bằng  
 144 máy đo độ bền kéo Shimadzu model AGS-10kNX,  
 145 Nhật Bản và được hỗ trợ với phần mềm TRAPEZIUM  
 146 LITE X. Theo chuẩn ASTM D 1621, mẫu thử nghiệm  
 147 có đường kính 2,3 cm, cao 2,5 cm, mẫu được nén với  
 148 tốc độ 5 mm/phút với độ biến dạng 80%.  
 149 Các mẫu aerogel sau khi sấy đông khô và được đo  
 150 diện tích bề mặt riêng Brunauer Emmett Teller (BET)  
 151 và kích thước đường kính mao quản bằng máy BET  
 152 – 201A hãng Porous Materials Inc, Mỹ. Mẫu ở dạng  
 153 khối phân tích ở nhiệt độ -195,65°C.

### 154 Chế tạo nanocellulose CNF

155 Nanocellulose CNF từ bột cứng lá dừa nước được  
 156 tiến hành theo quy trình đã công bố trước đó của  
 157 nhóm<sup>7</sup>, theo các bước sau; Đầu tiên, sợi dừa đã  
 158 nghiền mịn cùng với nước cất cho vào bình cầu ba  
 159 cổ và tiến hành khuấy ở 90°C trong 1 h. Sau đó, sợi  
 160 được lọc, rửa và sấy ở 65°C cho đến khối lượng không  
 161 đổi. Tiếp tục, sợi được xử lý bằng dung dịch sodium  
 162 hydroxide 5% (NaOH) cho vào bình cầu ba cổ, khuấy  
 163 ở 90°C trong 1 h để loại bỏ pectin, hemicellulose và  
 164 các tạp chất khác. Sợi được lọc, rửa bằng nước cất đến  
 165 khi pH bằng 7 và sấy đến khối lượng không đổi. Cuối  
 166 cùng, sợi được xử lý với acid acetic (CH<sub>3</sub>COOH) và  
 167 sodium hypochloride 5% (NaClO) ở 75 °C trong 2 h  
 168 để loại bỏ lignin. Sau đó, lọc và rửa bằng nước cất đến  
 169 khi pH bằng 7. Quá trình này thực hiện 2 lần. Cuối  
 170 cùng, đánh siêu âm và ly tâm thu được CNF.

### 171 Tổng hợp graphene oxide GO

172 GO được tổng hợp dựa theo phương pháp Hummer  
 173 cải tiến<sup>11</sup>. Chuẩn bị H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> và H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> với tỉ lệ 9:1  
 174 (v/v) cho vào bình cầu ba cổ và khuấy ở 50°C. Khi  
 175 nhiệt độ của hệ ổn định ở 50°C, cho graphite và  
 176 KMnO<sub>4</sub> vào bình cầu, tiếp tục khuấy ổn định nhiệt ở  
 177 50°C trong 12 h. Sau khi kết thúc, hỗn hợp được đổ  
 178 ra cốc 3 lít chứa sẵn nước cất đã được làm lạnh và tiến  
 179 hành khuấy từ. Tiếp tục nhỏ từ từ dung dịch H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
 180 vào hỗn hợp cho đến khi dung dịch đổi sang màu vàng  
 181 sáng. Cuối cùng, đem ly tâm với nước cất nhiều lần  
 182 đến khi pH bằng 7.

### 183 Chế tạo aerogel chống cháy từ nanocellulose, graphene oxide, polyvinyl alcohol và NaHCO<sub>3</sub> (CNF/GO/PVA/ NaHCO<sub>3</sub>)

186 Cho 0,8 g NaHCO<sub>3</sub> và huyền phù CNF (4 g, 1,5wt%)  
 187 cho vào cốc và khuấy từ ở 100°C trong 1 h. Sau đó, cho  
 188 hỗn hợp vào cốc inox cùng với huyền phù GO (1 g, 1,5  
 189 wt%) và dung dịch PVA (0,6 g, 0,1 g/ml), tiến hành

khuấy cơ trong 1 h. Sau đó, cho dung dịch acid sun-  
 furic 1% (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) và dung dịch glutaraldehyde 25%  
 vào hỗn hợp, tiếp tục khuấy trong 1 h. Hỗn hợp sau  
 đó mang đi siêu âm trong 30 phút và sấy ở 75°C trong  
 3 h. Cuối cùng mẫu bảo quản ở 4 °C trong 24 h trước  
 khi sấy theo phương pháp đông khô để thu được aerogel  
 CNF/GO/PVA/ NaHCO<sub>3</sub>.  
 Aerogel không có phụ gia chống cháy được chế tạo  
 theo quy trình tương tự với việc bỏ qua bước cho  
 NaHCO<sub>3</sub>.

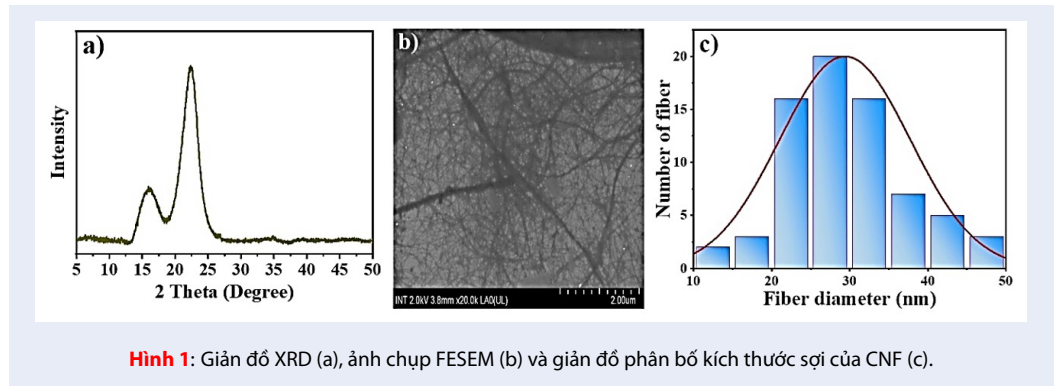
## KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### Cấu trúc của CNF

Giản đồ nhiễu xạ XRD của CNF thể hiện ở Hình 1a cho thấy có sự xuất hiện hai đỉnh nhiễu xạ ở góc nhiễu xạ  $2\theta = 16,1^\circ$  (110) và  $2\theta = 22,29^\circ$  (200) đặc trưng cho cấu trúc tinh thể nanocellulose<sup>12</sup>. Sau khi tiến hành trừ đường nền và lấy cường độ bằng phần mềm origin theo chuẩn Savitzky Golay kết hợp với công thức (1) và (2) ta có kết quả của độ kết tinh và kích thước tinh thể được hiển thị trong Bảng 1. Ảnh FESEM của CNF dùng để xác định kích thước tinh thể nanocellulose. Từ hình ảnh chụp FESEM được thể hiện ở Hình 1b cho thấy CNF có cấu trúc dạng sợi. Các bó sợi trong cấu trúc của cellulose đã được tách thành những sợi riêng lẻ có kích thước nhỏ hơn do NaOH và CH<sub>3</sub>COOH được sử dụng trong quá trình xử lý kiềm sợi đã phá huỷ các liên kết eter và ester giữa cellulose với hemicellulose và lignin. Đường kính sợi CNF được tính toán bằng phần mềm ImageJ. Từ giản đồ phân bố kích thước sợi ở Hình 1c, ta có thể thấy đường kính sợi phân bố từ 10 đến 50 nm, tập trung nhiều nhất ở khoảng 20 – 35 nm. Hai cách tính toán dựa trên XRD và FESEM có sự chênh lệch trong kích thước của CNF, sự khác biệt này là bản chất hai phương pháp phân tích là khác nhau. Tuy nhiên cả hai phương pháp đều cho thấy CNF tạo thành đã có kích thước ở thang nanomet.

### Cấu trúc của các aerogel

Giản đồ XRD ở Hình 2 cho thấy nanocellulose có hai đỉnh đặc trưng cho cấu trúc tinh thể là  $2\theta = 16,1^\circ$  (110) và  $2\theta = 22,29^\circ$  (200). Graphene oxide xuất hiện một đỉnh nhiễu xạ ở góc  $2\theta = 10,9^\circ$  tại mặt mạng (001) đặc trưng cho cấu trúc của GO<sup>11</sup>. Đối với polyvinyl alcohol xuất hiện một đỉnh nhiễu xạ ở góc nhiễu xạ  $2\theta = 19,7^\circ$  tại mặt mạng (101) đặc trưng cho cấu trúc của PVA. Giản đồ XRD của aerogel CNF/GO/PVA chỉ xuất hiện một đỉnh nhiễu xạ ở góc  $2\theta = 22,29^\circ$  đặc trưng cho cấu trúc của CNF mà không thấy sự xuất hiện của đỉnh đặc trưng cho GO và PVA điều này chứng tỏ có sự tương tác giữa

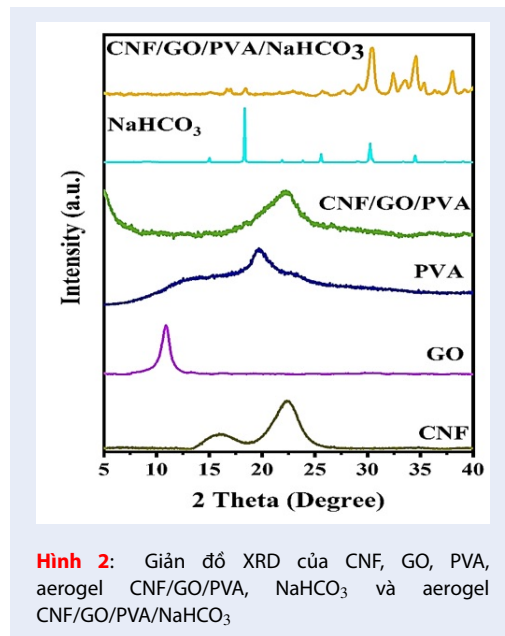


Hình 1: Giản đồ XRD (a), ảnh chụp FESEM (b) và giản đồ phân bố kích thước sợi của CNF (c).

Bảng 1: Độ kết tinh và kích thước tinh thể của sợi CNF

Tên mẫu	Độ kết tinh (%)	Kích thước tinh thể (nm)		
CNF	75,86	(110)	(200)	Trung bình
		2,3507	3,2480	2,7994

240 GO và PVA trong CNF và làm thay đổi trật tự sắp  
 241 xếp trong cấu trúc của GO và PVA khi phân tán  
 242 trong CNF. Trong khi đó, giản đồ XRD của aerogel  
 243 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> chỉ thấy được sự xuất  
 244 hiện của các đỉnh nhiễu xạ ở khoảng  $2\theta = 18,5^\circ$ ,  
 245  $30,5^\circ$ ,  $34,6^\circ$  đặc trưng cho cấu trúc tinh thể vô cơ  
 246 của muối NaHCO<sub>3</sub>, do các đỉnh này xuất hiện với  
 247 cường độ cao nên gần như các đỉnh đặc trưng của  
 248 các thành phần khác như CNF, GO hay PVA không  
 249 thể quan sát được trong giản đồ XRD của aerogel  
 250 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>.

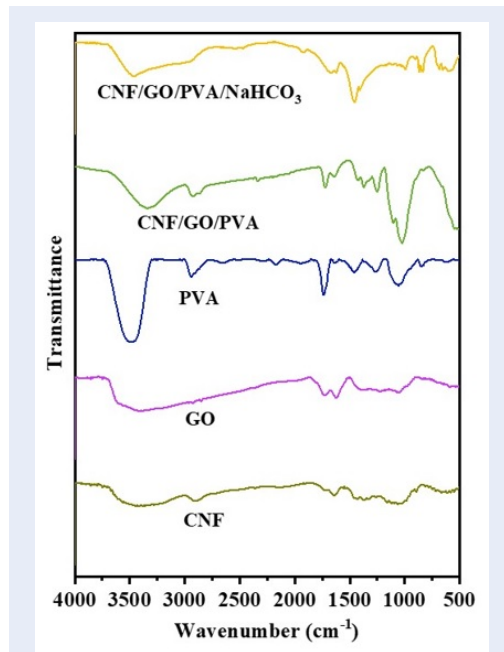


Hình 2: Giản đồ XRD của CNF, GO, PVA, aerogel CNF/GO/PVA, NaHCO<sub>3</sub> và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>

Cấu trúc của các aerogel tạo thành được đánh giá  
 thông qua phân tích phổ hồng ngoại biến đổi Fourier  
 được thể hiện ở Hình 3. Trong phổ của CNF đều  
 xuất hiện đủ các mũi tín hiệu đặc trưng cho cấu trúc  
 của vật liệu nanocellulose như: ở dải tín hiệu 3000  
 – 3600 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động kéo dãn của  
 nhóm hydroxyl (–OH), mũi ở 2903 cm<sup>-1</sup> đặc trưng  
 cho dao động kéo dãn của nhóm C–H và mũi ở 1055  
 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động kéo dãn của nhóm  
 C–O–C. Đối với graphene oxide, ta thấy có sự xuất  
 hiện của mũi tín hiệu mạnh ở 3405 cm<sup>-1</sup> đặc trưng  
 cho dao động kéo dãn của hydroxyl, ở mũi tín hiệu  
 2924 cm<sup>-1</sup> với cường độ tín hiệu yếu đặc trưng cho  
 dao động kéo dãn –CH, 1732 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho  
 dao động kéo dãn C=O của nhóm carboxylic, 1620  
 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động kéo dãn của nhóm  
 C=C của vòng thơm và mũi tín hiệu 1215 cm<sup>-1</sup> đặc  
 trưng cho dao động kéo dãn của nhóm C–O–C của  
 vòng epoxy<sup>13</sup>. Đối với polyvinyl alcohol xuất hiện  
 mũi tín hiệu mạnh ở 3491 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao  
 động kéo dãn –OH, 2939 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho sự  
 kéo dãn của nhóm –CH<sub>3</sub>, –CH<sub>2</sub> và –CH, 1731  
 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động kéo dãn của nhóm car  
 bonyl (C=O), 1052 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động kéo  
 dãn của nhóm C–O–C<sup>14</sup>. Aerogel CNF/GO/PVA  
 và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> đều tồn tại các  
 đỉnh đặc trưng của CNF, GO và PVA. Ngoài ra,  
 aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> còn có sự xuất hiện  
 của hai mũi tín hiệu mới ở 1460 cm<sup>-1</sup> và 835 cm<sup>-1</sup>  
 đặc trưng cho dao động uốn của nhóm O=C=O,  
 cho thấy có NaHCO<sub>3</sub> trong cấu trúc của aerogel  
 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>. Trong phổ FTIR của hai  
 aerogel, sự dịch chuyển số sóng của mũi tín hiệu trong



284 vùng 3000 – 3600 cm<sup>-1</sup> của dao động kéo giãn của nối  
 285 O-H là do tương tác giữa các thành phần bên trong  
 286 của hai aerogel này thông qua các nối hydrogen liên  
 287 phân tử<sup>4,7,15</sup>.



**Hình 3:** Phổ FTIR của CNF, GO, PVA, aerogel CNF/GO/PVA và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>.

288 Để quan sát rõ hơn về bề mặt hình thái của vật liệu  
 289 aerogel ta tiến hành quan sát qua phân tích ảnh SEM  
 290 và ảnh kĩ thuật số của aerogel CNF/GO/PVA và aerogel  
 291 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> được thể hiện ở Hình 4.  
 292 Từ ảnh SEM, ta có thể quan sát được các aerogel được  
 293 tạo thành có cấu trúc không đồng nhất với kích thước  
 294 lỗ xốp ngẫu nhiên. Kích thước được xác định thông  
 295 qua phương pháp phân tích diện tích bề mặt riêng thể  
 296 hiện kết quả như trong Bảng 2.

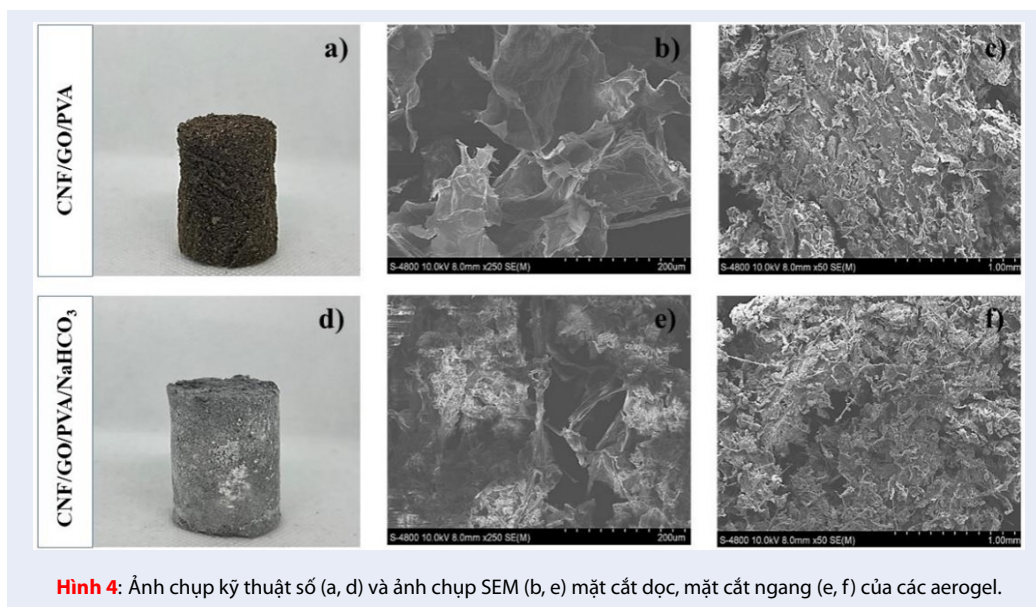
297 Bảng 2 cho thấy rằng sự xuất hiện của NaHCO<sub>3</sub> bám  
 298 trên bề mặt của vật liệu aerogel dẫn đến mật độ của  
 299 các aerogel có NaHCO<sub>3</sub> cao hơn và độ xốp thấp hơn  
 300 so với aerogel CNF/GO/PVA. Aerogel CNF/GO/PVA  
 301 và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> đều có diện tích  
 302 bề mặt riêng *S<sub>BET</sub>* ở quá trình giải hấp cao hơn  
 303 hấp phụ. Kích thước đường kính mao quản ở quá  
 304 trình giải hấp cao hơn quá trình hấp phụ của aerogel  
 305 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> ngược lại với aerogel  
 306 CNF/GO/PVA. Điều này cho thấy rằng khả năng  
 307 hấp phụ của aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> cao  
 308 hơn aerogel CNF/GO/PVA. Aerogel CNF/GO/PVA  
 309 có cấu trúc mạng ba chiều do sự kết hợp giữa các  
 310 sợi CNF và các tấm GO dạng lớp, cấu trúc được

311 bền hóa bởi tương tác hydrogen và quá trình khâu  
 312 mạng của PVA với glutaraldehyde, tạo các mao quản  
 313 lớn và ngẫu nhiên trong aerogel được thể hiện trong  
 314 Hình 4a. Trong khi đó, mặt cắt dọc của aerogel  
 315 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> cho thấy gồm các sợi và  
 316 khung dạng tấm hai chiều với các cạnh nhỏ bị xếp  
 317 xuống thể hiện ở Hình 4e, ngoài ra còn có thể quan  
 318 sát thấy sự bao phủ trên bề mặt aerogel bởi các hạt  
 319 tinh thể muối NaHCO<sub>3</sub> làm che lấp các mao quản bên  
 320 dưới mặc dù vẫn quan sát được dạng cấu trúc xốp  
 321 của vật liệu. Tương tự ở Hình 4b và Hình 4f là mặt  
 322 cắt ngang tương ứng của hai aerogel CNF/GO/PVA  
 323 và CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>, cũng quan sát thấy dạng  
 324 cấu trúc xốp ngẫu nhiên với sự kết hợp giữa các  
 325 tấm GO và sợi CNF trong cấu trúc của aerogel  
 326 CNF/GO/PVA, còn aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>  
 327 thì vẫn cho thấy sự bao phủ bởi các hạt tinh thể  
 328 NaHCO<sub>3</sub> tạo bề mặt nhám và thô ráp hơn.  
 329 Từ ảnh chụp kỹ thuật số trong Hình 4d và Hình 4h ta  
 330 có thể thấy sau khi sấy đông khô các aerogel đều có cấu  
 331 trúc dạng khối xốp rắn chắc và không có sự co ngót  
 332 trên bề mặt. Tuy nhiên màu sắc của chúng lại khác  
 333 nhau, aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có màu xám  
 334 sáng hơn do có sự hiện diện của các tinh thể NaHCO<sub>3</sub>.

**Tính chất nhiệt và khả năng chống cháy của các aerogel**

335 Độ ổn định nhiệt của hai mẫu aerogel và NaHCO<sub>3</sub> ở  
 336 Hình 5a và Hình 5b cho thấy hai mẫu aerogel đều thể  
 337 hiện giai đoạn mất khối lượng bắt đầu xảy ra ở nhiệt  
 338 độ dưới 150°C do sự bay hơi của nước cũng như là các  
 339 tạp chất thấp phân tử. Ngoài ra đây cũng được xem là  
 340 vùng phân hủy nhiệt của muối NaHCO<sub>3</sub> tạo thành  
 341 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub> và H<sub>2</sub>O từ trước 150°C và kéo dài sau  
 342 200°C. Do đó mẫu aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>  
 343 có khả năng cách nhiệt tốt hơn vì phản ứng này sinh  
 344 ra hơi nước và khí CO<sub>2</sub> giúp hấp thụ nhiệt, làm  
 345 giảm nhiệt độ xuống. Ngoài ra khi đốt mẫu aerogel  
 346 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> thì muối NaHCO<sub>3</sub> phân  
 347 hủy sinh ra Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> tạo thành lớp bảo vệ trên bề mặt  
 348 vật liệu giúp ngăn sự cháy tiếp tục nên mẫu aerogel  
 349 bền nhiệt hơn.

350 Aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có vùng phân hủy  
 351 khoảng 150°C đến 210°C có thể liên quan đến sự  
 352 phân hủy của NaHCO<sub>3</sub>, vùng từ 200°C – 600°C là  
 353 sự phân hủy của các nhóm chức chứa oxy trên CNF,  
 354 GO hay PVA và sau 600°C là sự phân hủy của các  
 355 nhóm chức chứa oxy còn lại cũng như các vòng carbon  
 356 <sup>16,17</sup>. Aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có nhiệt  
 357 bắt đầu phân hủy thấp hơn tuy nhiên khối lượng tro  
 358 còn lại cao hơn so với aerogel CNF/GO/PVA điều  
 359 này là do có sự xuất hiện của phụ gia chống cháy  
 360 NaHCO<sub>3</sub>.



Hình 4: Ảnh chụp kỹ thuật số (a, d) và ảnh chụp SEM (b, e) mặt cắt dọc, mặt cắt ngang (e, f) của các aerogel.

**Bảng 2:** Diện tích bề mặt riêng ( $S_{BET}$ ), đường kính mao quản, mật độ và độ xốp của aerogel CNF/GO/PVA và CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>

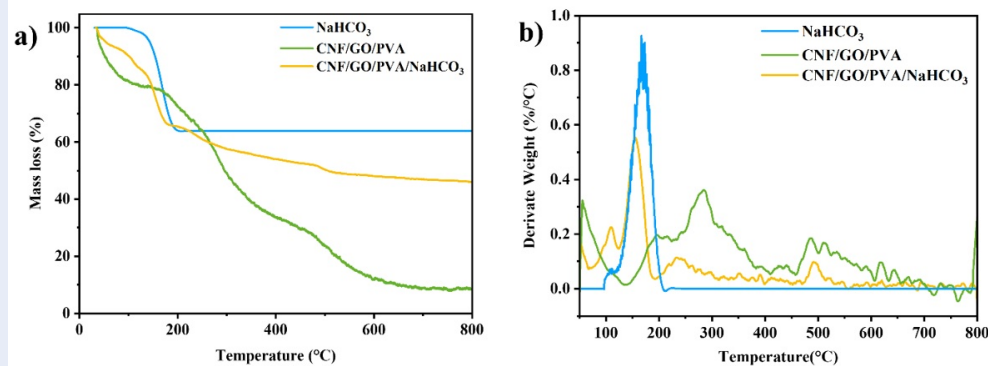
Tên mẫu	Quá trình	SBET (m <sup>2</sup> /g)	Đường kính mao quản (Å)	Mật độ (gm <sup>-3</sup> )	Độ xốp (%)
CNF/GO/PVA	Hấp phụ	10,661	40,094	0,0337	97,80
	Giải hấp	15,671	35,175		
CNF/GO/PVA/NaHCO <sub>3</sub>	Hấp phụ	44,556	10,270	0,2236	85,92

Đặc tính cách nhiệt của aerogel CNF/GO/PVA và các aerogel có NaHCO<sub>3</sub> được thử nghiệm như Hình 6, ta có thể thấy đầu que diêm bắt cháy cực nhanh ở 53s và duy trì sự cháy trong vòng 6s khi không có aerogel. Trong khi đó, aerogel CNF/GO/PVA và các aerogel có NaHCO<sub>3</sub> đều có thời gian bắt cháy lâu hơn khoảng hơn 50s. Do đó có thể xem các aerogel này như một lớp cách nhiệt. Ở Hình 6b, aerogel CNF/GO/PVA được đặt giữa tấm nhôm và đầu que diêm, aerogel sau 61s có sự thay đổi màu sắc từ màu nâu sang màu đen và ở 104s đầu que diêm có hiện tượng bốc khói trắng mờ nhưng không có ngọn lửa, khói bốc lên đến giây thứ 180 thì không còn xuất hiện. Trong khi đó, ở aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> sẽ cách nhiệt tốt hơn, cụ thể ở Hình 6c cho thấy sự chuyển đổi màu sắc từ nâu sang đen tại 232s, tiếp tục có khói trắng đến 240s rồi bùng cháy và ngừng cháy ở 245s. Qua đó, thấy được ở aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> truyền nhiệt kém hơn nên que diêm bị lâu đen hơn. Từ Hình 7a ta có thể thấy rằng aerogel CNF/GO/PVA dễ dàng bắt cháy chỉ sau 1s và cháy hết trong 913s và không còn tro. Trong khi đó aerogel

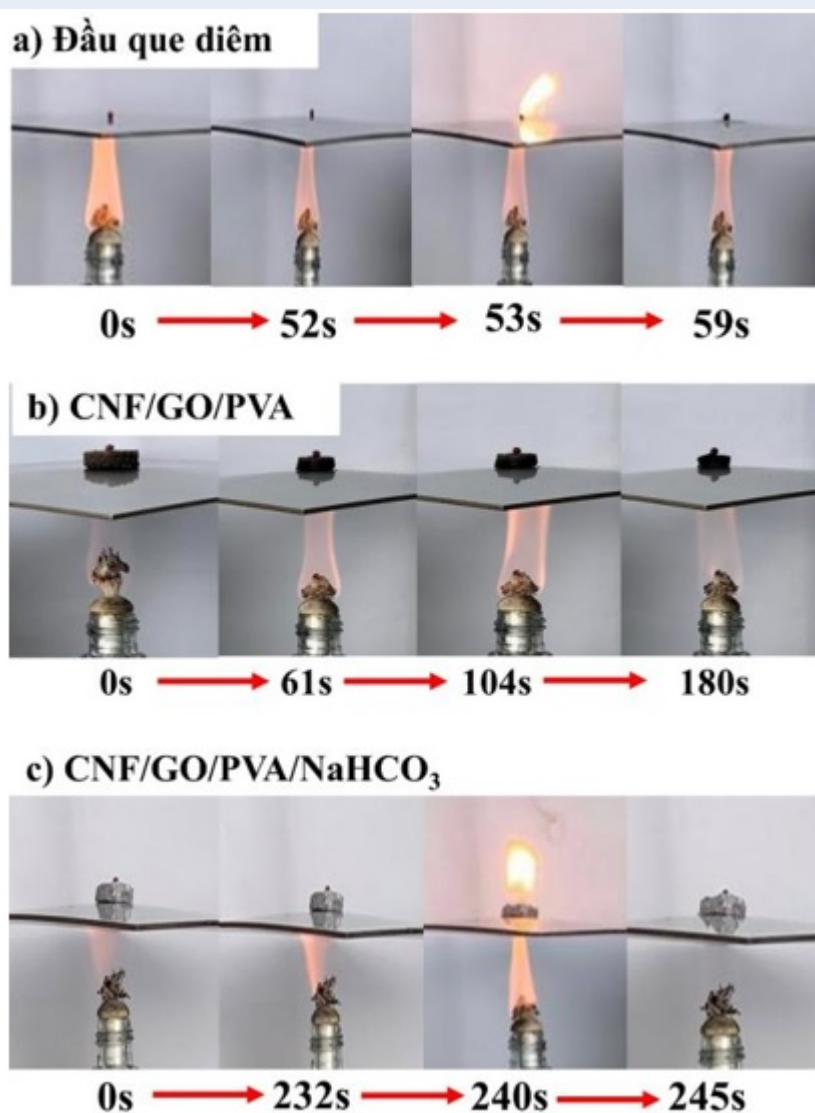
CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có thời gian bắt cháy lâu hơn 25 lần và ngọn lửa sau đó bị dập tắt sau 680s được thể hiện trong Hình 7b. Các kết quả về khả năng chống cháy trên cũng phù hợp với các nghiên cứu đã công bố trước đó.<sup>8-10</sup>

### Tính chất cơ lý của các aerogel

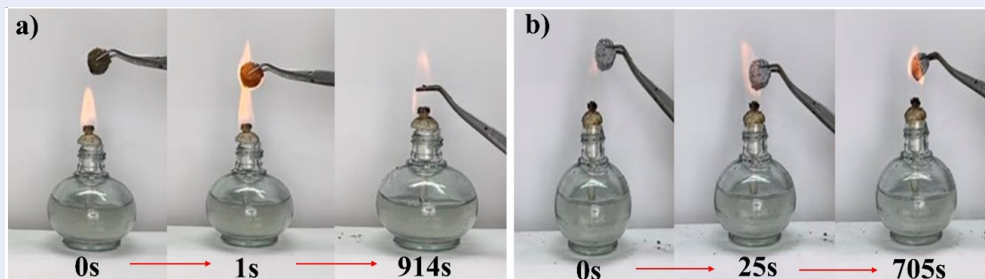
Kết quả đo nén của aerogel CNF/GO/PVA và CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> được thể hiện trong Hình 8 với độ biến dạng 80%, aerogel có phụ gia chống cháy có khả năng chịu nén cao hơn so với khi không có phụ gia với ứng suất cao hơn khoảng 192 lần. Điều này có thể do sự tồn tại của các tinh thể muối vô cơ NaHCO<sub>3</sub> có kích thước nhỏ dưới tác dụng của lực nén cơ học theo phương dọc, có thể chúng đã làm cản trở sự phá vỡ cấu trúc bên trong của aerogel dưới ứng suất nén bên ngoài. Kết quả là aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có độ bền nén cao hơn aerogel CNF/GO/PVA.



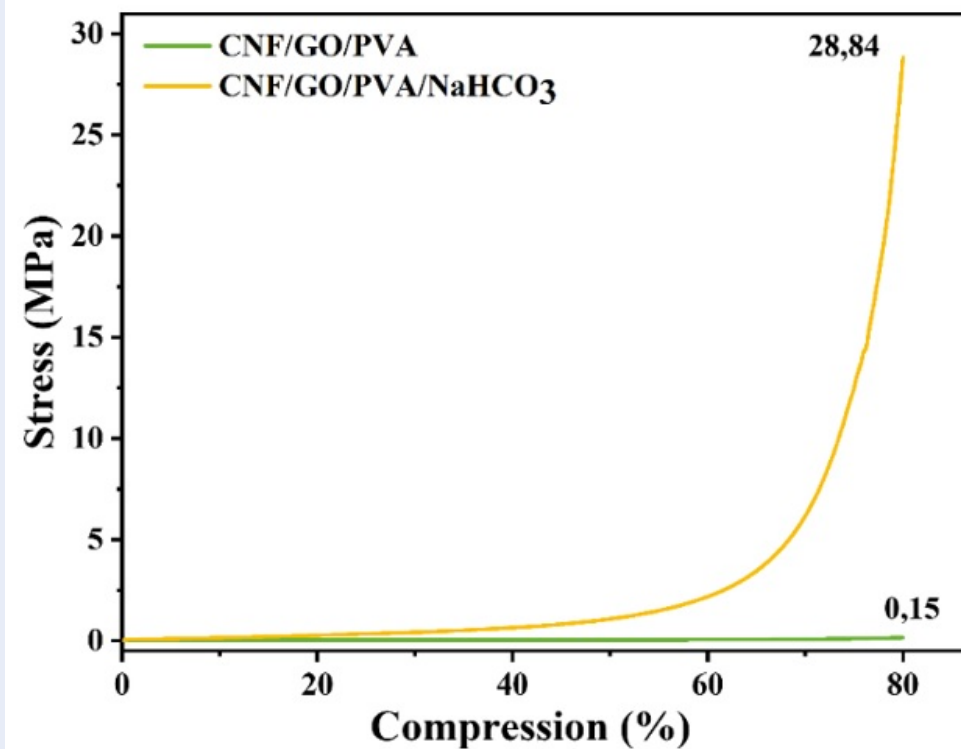
Hình 5: Giải đồ TGA (a) và DTG (b) của các mẫu aerogel.



Hình 6: Thử nghiệm cách nhiệt của đầu diêm (a), aerogel CNF/GO/PVA (b), aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> (c).



Hình 7: Thử nghiệm cháy của aerogel CNF/GO/PVA (a) và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> (b).



Hình 8: Kết quả đo nén của aerogel CNF/GO/PVA và CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>.

403 **Khả năng hấp phụ đẳng nhiệt N<sub>2</sub> của các**  
404 **aerogel**

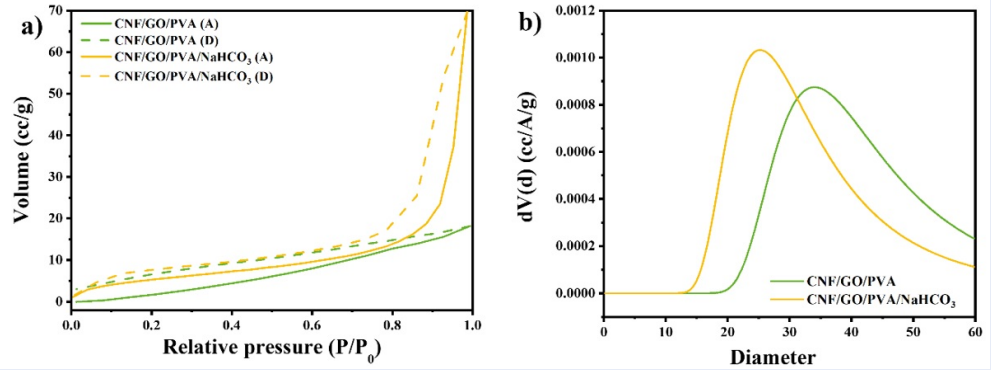
405 Đường đẳng nhiệt hấp phụ - giải hấp N<sub>2</sub> thể  
406 hiện ở Hình 9a và sự phân bố kích thước lỗ xốp  
407 ở Hình 9b của aerogel CNF/GO/PVA và aerogel  
408 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>. Đường đẳng nhiệt hấp phụ  
409 - giải hấp N<sub>2</sub> của aerogel CNF/GO/PVA và aero-  
410 gel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> được quy cho đường  
411 hấp phụ loại IV theo phân loại của IUPAC đặc  
412 trưng cho cấu trúc mao quản trung bình với kích  
413 thước nano<sup>18</sup>. Aerogel CNF/GO/PVA và aerogel  
414 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> đều cho thấy đường hấp

phụ và giải hấp không trùng nhau. Đường đẳng nhiệt 415  
của mẫu aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có độ dốc 416  
cao hơn đường đẳng nhiệt của aerogel CNF/GO/PVA, 417  
qua đó aerogel có chất chống cháy có khả năng hấp 418  
phụ đẳng nhiệt N<sub>2</sub> tốt hơn mẫu aerogel không có chất 419  
chống cháy do sự thay đổi trong diện tích bề mặt. 420

421 **Khả năng xử lý nước nhiễm thuốc nhuộm**  
422 **methylene xanh của các aerogel**

Hiệu suất loại bỏ MB trong nước của các aerogel 423  
được tính thông qua nồng độ MB được xác định 424  
từ đường chuẩn MB (Hình 10a). Từ Hình 10b, 425

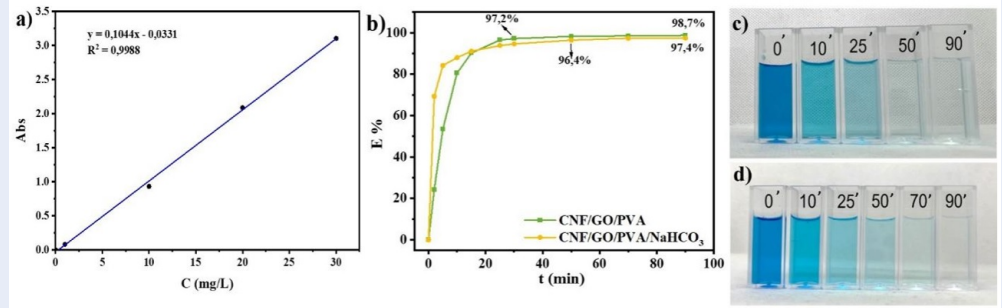




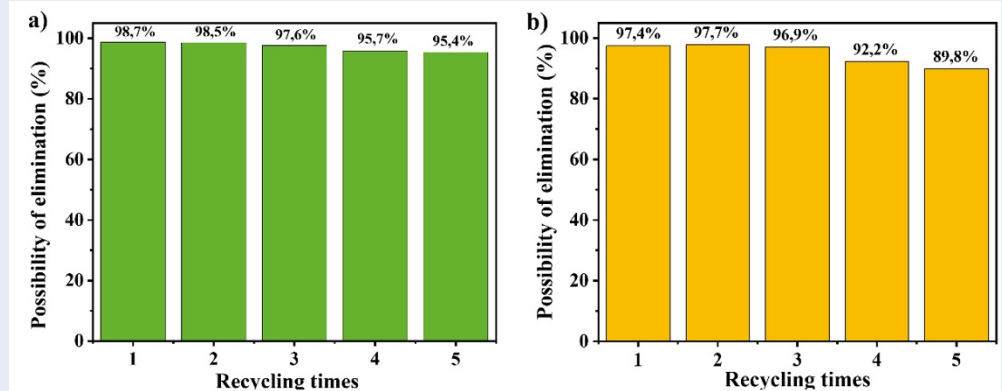
**Hình 9:** Kết quả đường đẳng nhiệt hấp phụ - giải hấp  $N_2$  (a) và phân bố kích thước lỗ xốp (b) của aerogel CNF/GO/PVA và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>.

426 ta có thể thấy rằng tốc độ hấp phụ của aerogel  
 427 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> nhanh hơn aerogel  
 428 CNF/GO/PVA trong khoảng thời gian từ 0 phút tới  
 429 15 phút đầu tiên và cả hai mẫu aerogel đều đạt được  
 430 trạng thái cân bằng khi hấp phụ methylene xanh  
 431 (MB) trong vòng 50 phút. Aerogel CNF/GO/PVA  
 432 hiệu suất loại bỏ gần như đã đạt bão hòa đạt 97,2%  
 433 sau 30 phút và đạt cực đại là 98,7% sau 90 phút tương  
 434 đương dung lượng hấp phụ tối đa là 9,8725 mg/g.  
 435 Aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> gần như đã đạt  
 436 bão hòa với hiệu suất loại bỏ đạt 96,4% ở 50 phút và  
 437 sau 90 phút hiệu suất chỉ tăng lên đạt 97,4% tương  
 438 đương dung lượng hấp phụ tối đa là 9,7421 mg/g.  
 439 Việc loại bỏ dần MB ra khỏi mẫu nước bị nhiễm  
 440 cũng được thể hiện qua sự nhạt dần màu xanh đặc  
 441 trưng của MB theo thời gian thể hiện như trong  
 442 Hình 10c. Điều này chứng tỏ rằng cả hai aerogel  
 443 đều cho kết quả loại bỏ MB với hiệu suất loại bỏ  
 444 là gần như nhau, trong đó aerogel CNF/GO/PVA/  
 445 NaHCO<sub>3</sub> có tốc độ hấp phụ nhanh hơn. Kết quả  
 446 hấp phụ cũng phù hợp với kết quả thế bề mặt Zeta  
 447 của aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có giá trị là  
 448  $-182,7$  mV thấp hơn aerogel CNF/GO/PVA có  
 449 giá trị là  $-118,1$  mV) khi giá trị điện tích bề mặt  
 450 càng âm (do nhóm chức trên mẫu aerogel mang  
 451 điện tích anion) thì tốc độ hấp phụ các điện tích  
 452 cation càng nhanh (MB). Tuy nhiên, hiệu suất loại  
 453 bỏ MB của aerogel CNF/GO/PVA cao hơn aerogel  
 454 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> điều này là do đường  
 455 kính mao quản của aerogel CNF/GO/PVA lớn hơn  
 456 aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> và hệ thống mao  
 457 quản của aerogel CNF/GO/PVA không bị che lấp  
 458 bởi các hạt tinh thể muối NaHCO<sub>3</sub> như aerogel  
 459 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>, cản trở việc phân tán các  
 460 phân tử MB vào bên trong cấu trúc vật liệu.  
 461 Trong aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có chứa muối  
 462 NaHCO<sub>3</sub> là một muối rất dễ bị thủy phân khi gặp

nước tạo muối trung hòa, quá trình này có kèm theo  
 sinh ra khí CO<sub>2</sub> nên rất dễ làm phá vỡ cấu trúc  
 của aerogel tạo thành. Do đó để khảo sát khả năng  
 tái sử dụng của hai aerogel CNF/GO/PVA và aerogel  
 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> chúng tôi tiến hành cho  
 hai aerogel hấp phụ thông qua túi lọc từ vải không  
 dệt. Thí nghiệm tiến hành trong 5 chu kỳ hấp và  
 giải hấp trên hai aerogel CNF/GO/PVA và aerogel  
 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> trên dung dịch MB 20 ppm  
 ở nhiệt độ phòng. Quá trình thí nghiệm được tiến  
 hành với sự ảnh hưởng của các yếu tố như nhiệt độ  
 và sự hấp phụ của túi vải không dệt rất ít, khối lượng  
 của aerogel và túi lọc gần như không thay đổi trước  
 mỗi chu kỳ hấp phụ và giải hấp phụ MB. Hình 11a,  
 cho thấy hiệu suất loại bỏ MB chu kỳ đầu tiên của  
 aerogel CNF/GO/PVA là 98,7%, lần hai là 98,5% và  
 sau năm lần hấp phụ - giải hấp thì hiệu suất ở lần thứ  
 năm còn 95,4%. Hình 11b, cho thấy hiệu suất loại bỏ ở  
 chu kỳ đầu tiên của aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>  
 là 97,4% và sau năm lần hấp phụ - giải hấp thì hiệu  
 suất ở lần thứ năm còn 89,8%. Điều này cho thấy  
 có sự giảm nhẹ trong hiệu quả loại bỏ MB khoảng  
 3,4% cho aerogel CNF/GO/PVA và 7,5% cho aerogel  
 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> sau năm lần hấp phụ và  
 giải hấp. Như vậy, việc cho thêm chất chống cháy  
 NaHCO<sub>3</sub> có làm giảm nhẹ khả năng tái sử dụng để  
 loại bỏ MB của aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>.  
 Từ Hình 12a,b, aerogel CNF/GO/PVA cho thấy kết  
 quả tính toán từ mô hình động học biểu kiến bậc  
 hai có giá trị tính toán ( $q_e = 10,6157$  mg/g) và giá  
 trị tương quan ( $R^2 = 0,9958$ ) phù hợp với kết quả  
 thực nghiệm hơn mô hình động học biểu kiến bậc  
 một (Bảng 3). Aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> cho  
 thấy rằng kết quả tính toán từ mô hình động học biểu  
 kiến bậc hai có giá trị tính toán ( $q_e = 9,8522$  mg/g)  
 và giá trị tương quan ( $R^2 = 0,9999$ ) phù hợp với kết



**Hình 10:** Đường chuẩn MB (a), khả năng loại bỏ MB (b), sự thay đổi màu sắc nước nhiễm MB của aerogel CNF/GO/PVA (c) và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> theo thời gian (phút) (d).



**Hình 11:** Sơ đồ biểu diễn khả năng loại bỏ MB của aerogel CNF/GO/PVA (a) và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> (b) sau năm chu kì tái sử dụng.

499 quả thực nghiệm hơn. Vì thế mô hình động học biểu  
 500 kiến bậc hai phù hợp hơn với sự hấp phụ loại bỏ MB  
 501 trong nước của cả aerogel CNF/GO/PVA và aerogel  
 502 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>. Điều này cho thấy rằng sự  
 503 hấp phụ thuốc nhuộm được kiểm soát bởi bước xác  
 504 định tốc độ, bên cạnh đó nó còn cho thấy cơ chế  
 505 hấp phụ vật lý của cả hai aerogel đều dựa trên tương  
 506 tác tĩnh điện giữa các cation của thuốc nhuộm MB  
 507 với các nhóm chức mang điện tích anion trên aerogel  
 508 CNF/GO/PVA và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>.  
 509 Aerogel chống cháy CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> cho  
 510 thấy những tiềm năng trong việc ứng dụng làm vật  
 511 liệu hấp phụ có độ ổn định nhiệt cao.

## 512 KẾT LUẬN

513 Aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> tạo thành có sự  
 514 có mặt NaHCO<sub>3</sub> cho thấy những cải thiện trong  
 515 tính chất nhiệt và khả năng chống cháy với thời  
 516 gian bắt cháy lâu hơn 25 lần. Ngoài ra, aerogel  
 517 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> có thể chịu nén cao  
 518 hơn khoảng 192 lần so với aerogel CNF/GO/PVA.

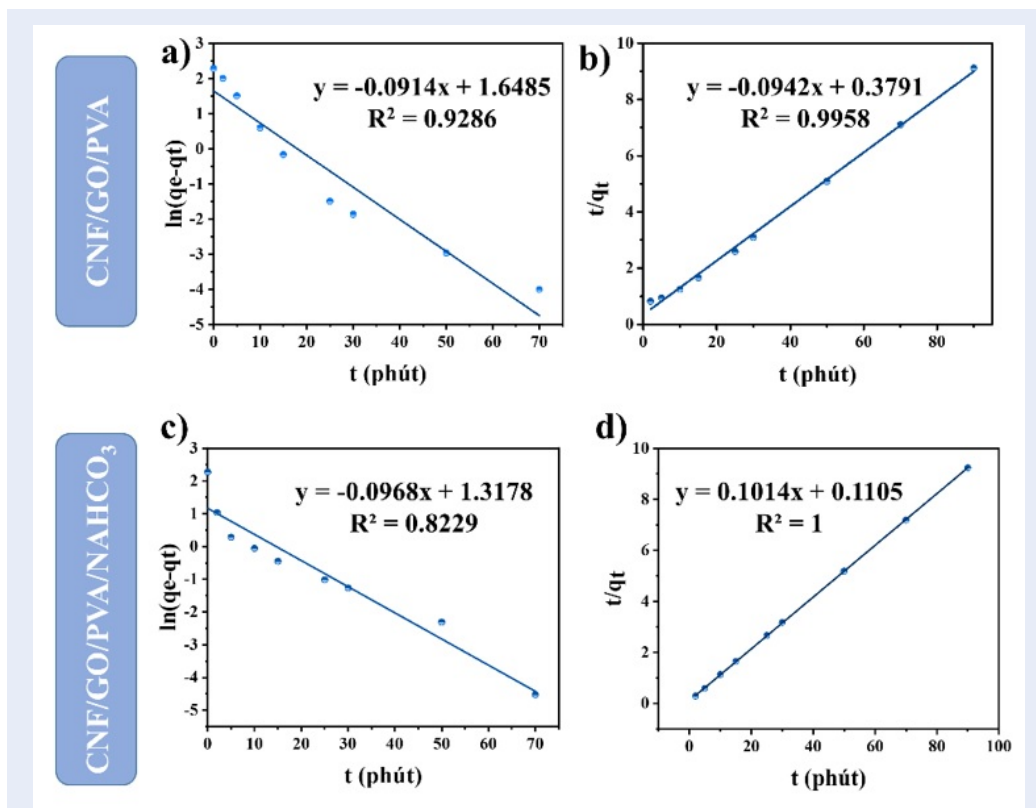
519 Đồng thời, khả năng loại bỏ thuốc nhuộm methy-  
 520 lene xanh của aerogel nanocellulose và graphene ox-  
 521 ide gần như không thay đổi khi có thêm NaHCO<sub>3</sub>,  
 522 với phần trăm loại bỏ và liều hấp phụ của hai  
 523 aerogel là gần như nhau. Hiệu suất hấp phụ của  
 524 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> vẫn duy trì ở mức hơn  
 525 95,4% sau 5 chu kì hấp và giải hấp thuốc nhuộm  
 526 methylene xanh. Nghiên cứu đã mở ra thêm khả  
 527 năng tái chế bằng phương pháp nhiệt cho aerogel  
 528 CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> trong lĩnh vực hấp phụ xử  
 529 lý vấn đề ô nhiễm nguồn nước hiện nay.

## XUNG ĐỘT LỢI ÍCH

531 Nhóm tác giả xin cam đoan không có bất kì xung đột  
 532 lợi ích khi công bố bài báo cáo.

## ĐÓNG GÓP CỦA CÁC TÁC GIẢ

534 Khổng Bảo Duy, Dương Thụy Trúc Hân và Lý Hiếu  
 535 Phương cùng thực hiện các thí nghiệm chế tạo, phân  
 536 tích kết quả, viết bản thảo và hoàn thiện bài báo.  
 537 Nguyễn Tường Vy định hướng nghiên cứu và thảo



**Hình 12:** Mô hình động học giả bậc một (a,c) và mô hình động học giả bậc hai (b,d) của aerogel CNF/GO/PVA và aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub> hấp phụ MB.

**Bảng 3:** Bảng thông số động hấp phụ MB của aerogel CNF/GO/PVA/NaHCO<sub>3</sub>

Mẫu	Phương trình động học biểu kiến bậc một				Phương trình động học biểu kiến bậc hai			
	q <sub>e</sub> thực nghiệm (mg/g)	q <sub>e</sub> đồ thị (mg/g)	K <sub>1</sub> (ph <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	q <sub>e</sub> thực nghiệm (mg/g)	q <sub>e</sub> đồ thị (mg/g)	K <sub>1</sub> (ph <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>
CNF/GO/P	9,8725	5,1992	0,0914	0,9286	9,8725	10,6157	0,0234	0,9958
CNF/GO/P	9,7421	3,2111	0,0798	0,9309	9,7421	9,8522	0,0938	0,9999

538 luận chuyên môn trong quá trình nghiên cứu, viết bản  
539 thảo và hoàn thiện bài báo.

540 **TÀI LIỆU THAM KHẢO**

541 1. Oladoye PO, Ajiboye TO, Omotola EO, Oyewola OJ. Methylene  
542 blue dye: Toxicity and potential elimination technology from  
543 wastewater. Results in Engineering. 2022;16:100678; Available  
544 from: <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2022.100678>.  
545 2. Zhang Z, Yuan T, Miao Y, Liu Q, Mu J, Yao C. Carboxyl-  
546 functionalized graphene oxide/cellulose nanofiber as  
547 adsorbents toward methylene blue. Chem Phys Lett.  
548 2024;837:141064; Available from: [https://doi.org/10.1016/](https://doi.org/10.1016/j.cplett.2024.141064)  
549 [j.cplett.2024.141064](https://doi.org/10.1016/j.cplett.2024.141064).  
550 3. Yan C, Wu F, Zhou X, Luo J, Jiang K. Superadsorbent aerogel  
551 based on sunflower stem pith cellulose and layered  
552 double hydroxides modified montmorillonite for methy-

lene blue removal from water solution. Int J Bio Macro-  
553 mol. 2024;257:128749; Available from: [https://doi.org/10.1016/](https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.128749)  
554 [j.ijbiomac.2023.128749](https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.128749).  
555 4. Mi H-Y, Jing X, Politowicz AL, Chen E, Huang H-X, Turng  
556 L-S. Highly compressible ultra-light anisotropic cellu-  
557 lose/graphene aerogel fabricated by bidirectional freeze  
558 drying for selective oil absorption. Carbon. 2018;132:199-  
559 209; Available from: [https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.02.](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.02.033)  
560 [033](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.02.033).  
561 5. El Kaim Billah R, Islam MA, Nazal MK, Bahsis L, Soufiane  
562 A, Abdellaoui Y, et al. A novel glutaraldehyde cross-linked  
563 chitosan@acid-activated bentonite composite for effective Pb  
564 (II) and Cr (VI) adsorption: Experimental and theoretical stud-  
565 ies. Sep Purif Technol. 2024;334:126094; Available from: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.126094>.  
566 <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.126094>.  
567 6. Liu C, Huang C, Li Y, Liu Y, Bian H, Xiang Z, et al. Freeze-  
568 casting production of thermal insulating and fire-retardant  
569

- 570 lightweight aerogels based on nanocellulose and boron ni-  
571 tride. *Int J Bio Macromol.* 2023;252:126370;Available from:  
572 <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126370>.
- 573 7. Nguyen VT, Ha LQ, Nguyen TDL, Ly PH, Nguyen DM, Hoang  
574 D. Nanocellulose and Graphene Oxide Aerogels for Adsorp-  
575 tion and Removal Methylene Blue from an Aqueous Environ-  
576 ment. *ACS Omega.* 2022;7(1):1003-13;Available from: <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c05586>.
- 577 8. Chengran Cao, Bihe Yuan. Thermally induced fire early  
578 warning aerogel with efficient thermal isolation and flame-  
579 retardant properties. *Polym adv technol.*2021;32:2159-  
580 2168;Available from: <https://doi.org/10.1002/pat.5246>.
- 581 9. Hualing He, Yushu Wang, Zhicai Yu, Jinru Liu, Yuhang  
582 Zhao, Yushi Ke. Ecofriendly flame-retardant compos-  
583 ite aerogel derived from polysaccharide: Preparation,  
584 flammability, thermal kinetics, and mechanism. *Cacbohydr Polym.* 2021;269:118291;Available from:  
585 <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118291>.
- 586 10. Muhammad Farooq, Mika H. Sipponen, Ari Seppälä, and  
587 Monika Österberg. Eco-friendly Flame-Retardant Cellulose  
588 Nanofibril Aerogels by Incorporating Sodium Bicarbonate.  
589 *ACS Appl Mater Interfaces.*2018;10:27407-27415;Available  
590 from: <https://doi.org/10.1021/acsami.8b04376>.
- 591 11. Alkhouzaam A, Qiblawey H, Khraisheh M, Atieh M, Al-Ghouti  
592 M. Synthesis of graphene oxides particle of high oxida-  
593 tion degree using a modified Hummers method. *Ceram*  
594 *Int.* 2020;46(15):23997-4007;Available from: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.06.177>.
- 595 12. Li J, Alamdari NE, Aksoy B, Parit M, Jiang Z. Integrated en-  
596 zyme hydrolysis assisted cellulose nanofibril (CNF) fabrica-  
597 tion: A sustainable approach to paper mill sludge (PMS) manage-  
598 ment. *Chemosphere.* 2023;334:138966;Available from: <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.138966>.
- 599 13. Zhao J, Yuan X, Wu X, Liu L, Guo H, Xu K, et al. Preparation  
600 of Nanocellulose-Based Aerogel and Its Research Progress in  
601 Wastewater Treatment. *Molecules.* 2023;28(8):3541;Available  
602 from: <https://doi.org/10.3390/molecules28083541>.
- 603 14. Zhao H., Su P, Xu M, Wang C, Li Y. Macromolecule crosslinked  
604 composite PVA membranes for pervaporation desalination.  
605 *Desalination.* 2024;573:117211;Available from: <https://doi.org/10.1016/j.desal.2023.117211>.
- 606 15. Zhou T, Cheng X, Pan Y, Li C, Gong L. Mechanical performance  
607 and thermal stability of polyvinyl alcohol-cellulose aere-  
608 gels by freeze drying. *Cellulose.* 2019;26(3):1747-55;Available  
609 from: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.12.146>.
- 610 16. Jin Y, Huang S, Zhang M, Jia M, Hu D, A green and efficient  
611 method to produce graphene for electrochemical capacitors  
612 from graphene oxide using sodium carbonate as a reducing  
613 agent, *Appl Surf Sci.* 2013;268:541-46;Available from: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.01.004>.
- 614 17. Chaiwang P, Chalernsinuwan B, Piumsomboon P, Ther-  
615 mogravimetric Analysis and Chemical Kinetic for Regen-  
616 eration of Sodium Carbonate Solid Sorbent, *Adv Mater*  
617 *Res.* 2015;1101:40-5;Available from: <https://doi.org/10.1080/00986445.2015.1078796>.
- 618 18. Teng R, Shi D, Pan Y, Jiang J, Song H, Tan W. Synthesis of meso-  
619 porous MIL-100(Fe) from acid mine drainage sludge for nor-  
620 floxacin removal: Industrial sludge high value utilization, ad-  
621 sorbent performance and contaminant removal mechanisms.  
622 *Colloids Surf A: Physicochem Eng Asp.* 2024;684:133032;Avail-  
623 able from: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2023.133032>.
- 624 625 626 627 628 629 630



# Improving thermal properties and flame characteristics of aerogel from nanocellulose and graphene oxide by sodium bicarbonate

Khong Bao Duy, Duong Thuy Truc Han, Ly Hieu Phuong, Nguyen Tuong Vy\*



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

## ABSTRACT

In this study, an environmentally friendly aerogel derived from nanocellulose fibers (CNF) combined with graphene oxide (GO), polyvinyl alcohol (PVA), and sodium bicarbonate ( $\text{NaHCO}_3$ ) was synthesized with the aim of improving the thermal properties and flame characteristics of aerogels made from nanocellulose and graphene oxide. Aerogel obtained by freeze-drying technique has a low density ( $0.2236 \text{ g/cm}^3$ ), a high porosity of 85.92%, a specific surface area when adsorbing and desorbing nitrogen gas is approximately  $44.6 \text{ m}^2/\text{g}$  and  $67.05 \text{ m}^2/\text{g}$ , respectively. Additionally, the resulting aerogel was structurally analyzed using X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), and scanning electron microscopy (SEM). The research shows that the presence of  $\text{NaHCO}_3$ , a green and low-cost flame retardant additive, has significantly improved the thermal stability and flammability of the nanocellulose-based aerogels. In addition, the presence of this flame retardant additive has almost no effect on the MB adsorption and removal ability of the resulting aerogel, with the removal efficiency remaining stable at over 95% after 5 reuse cycles. The results show that the CNF/GO/PVA/ $\text{NaHCO}_3$  aerogel is a lightweight material with low density and a large surface area, making it favorable for adsorption applications in environmental treatment. Additionally, the CNF/GO/PVA/ $\text{NaHCO}_3$  aerogel has significantly improved in thermal stability, which opens up new possibilities for the thermal recycling of this adsorbent.

**Key words:** Aerogel, adsorbent, flame retardant additive, eco-friendly, wastewater treatment

Faculty of Materials Science and Technology, University of Science, Vietnam National University Ho Chi Minh City, Vietnam

## Correspondence

**Nguyen Tuong Vy**, Faculty of Materials Science and Technology, University of Science, Vietnam National University Ho Chi Minh City, Vietnam

Email: ntvyy@hcmus.edu.vn

## History

- Received: 31-01-2024
- Revised: 13-6-2024
- Accepted: 19-9-2024
- Published Online:

DOI :



## Copyright

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



**Cite this article :** Duy K B, Han D T T, Phuong L H, Vy N T. **Improving thermal properties and flame characteristics of aerogel from nanocellulose and graphene oxide by sodium bicarbonate.** *Sci. Tech. Dev. J. - Nat. Sci.* 2024; (0):1-1.