

NGHIÊN CỨU ẢNH HƯỞNG CỦA NANOCAY I128E ĐẾN TÍNH CHẤT CƠ HỌC CỦA POLYME TRÊN CƠ SỞ NHỰA EPOXY ED-20 VÀ FUJICURE FDX 822

RESEARCH ON EFFECTS OF NANOCAY I128E ON MECHANICAL PROPERTIES OF POLYMER BASIS OF EPOXY ED-20 AND FUJICURE FDX 822

Nguyễn Văn Đức¹, Ma Thái Học¹, Hà Thanh Sơn¹,
Hoàng Thị Mai Quỳnh¹, Vũ Thị Thu Uyên¹, Đặng Hữu Trung^{2,*}

TÓM TẮT

Từ bức tranh đa dạng về vật liệu nano, nghiên cứu ảnh hưởng của Nanoclay I28E đến tính chất cơ học của polyme trên cơ sở nhựa Epoxy ED-20 và Fujicure FXD 822 là cần thiết góp phần vào việc phát triển ngành công nghệ vật liệu nano. Kết quả cho thấy tổ hợp vật liệu có hàm lượng 2% nanoclay I28E phân tán vào nền nhựa epoxy ED-20 cho độ bền cơ lý hóa tốt nhất.

Từ khóa: Vật liệu nano, polyme.

ABSTRACT

From the diverse picture of nano materials, studying the effects of Nanoclay I28E on the mechanical properties of polymers based on epoxy resins ED-20 and Fujicure FXD 822 is necessary to contribute to the development of materials technology industry nano. The results show that the material combination containing 2% nanoclay I28E dispersed into epoxy resin ED-20 has the best physico-chemical strength.

Keywords: nano materials, polyme.

¹Lớp ĐH Kỹ thuật Hóa học 01- K14, Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

²Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

*Email: trungsms.02@gmail.com

1. MỞ ĐẦU

Một nhóm các nhà khoa học ở Đức, Hoa Kỳ và Trung Quốc đã chế tạo thành công loại vải bông sợi mới siêu bền. Loại vải này có khả năng thay thế các loại vật liệu được sử dụng làm áo chống đạn hiện nay. Ưu điểm của chúng là nhẹ, độ đàn hồi cao, chịu nhiệt tốt và rất bền. Loại vải này được sản xuất bằng cách ngâm vải bông sợi có kích thước nano trong dung dịch borium có chứa niken. Sau đó vải bông sợi được hấp nóng ở nhiệt độ 1160°C. Nhờ nhiệt độ cực lớn mà các sợi kết hợp với các tinh thể borium cacbua và hình thành một loại vật liệu nano siêu bền.

Viện Khoa học vật liệu thuộc Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam đã công bố thành tựu nổi bật là chế tạo được ống nano carbon với giá thành chỉ bằng một nửa nhập ngoại.

Từ bức tranh về vật liệu nano như vậy, việc nghiên cứu ảnh hưởng của Nanoclay I28E đến tính chất cơ học của polyme trên cơ sở nhựa Epoxy ED-20 và Fujicure FXD 822 là cần thiết góp phần vào việc phát triển ngành công nghệ vật liệu nano trong nước.

2. HÓA CHẤT VÀ THỰC NGHIỆM

- Nhựa epoxy ED-20 của (Nga) có khối lượng phân tử 390 g/mol
- Chất đóng rắn Fujicure FXD 822 (Đài Loan)
- Nanoclay I28E của hãng Nanocor (Mỹ) dạng montmorillonit, biến tính bằng 25-30 % trimethyl stearyl amoni
- Axeton (Trung Quốc)
- Khuôn thép đúc mẫu
- Máy khuấy
- Bể rung siêu âm
- Tủ sấy
- Bơm chân không

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Đánh giá mức độ phân tán của nanoclay I128E trong nền nhựa epoxy ED-20

3.1.1. Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay I128E tới độ nhớt của hệ

Nanoclay khi phân tán tốt trong hệ nhựa lỏng thì độ nhớt của hệ ổn định và hầu như không thay đổi khi tăng thời gian khuấy. Đã phân tán nanoclay I28E vào nền nhựa epoxy ở các hàm lượng 1%, 2%, 3% và 4% bằng cách khuấy cơ học trong thời gian 4 giờ với tốc độ khuấy 2000 vòng/phút và tiếp tục khuấy siêu âm trong thời gian 6 giờ [35]. Kết thúc việc phân tán nanoclay I28E vào hệ nhựa cho thấy hỗn hợp đồng nhất, không kết tủa. Hỗn hợp sau đó được xác định độ nhớt động học ở 50°C, kết quả nhận được trình bày trong bảng 1.

Bảng 1. Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay I28E đến độ nhớt của nhựa epoxy ED-20

Mẫu	Thời gian chảy (s)	Độ nhớt động học (mm ² /s)
Mẫu trống	190	57,0
Mẫu 1%	231	69,3
Mẫu 2%	275	82,5
Mẫu 3%	336	100,8
Mẫu 4%	410	123,0

Kết quả trên bảng 1 cho thấy, khi tăng hàm lượng nanoclay I28E thì độ nhớt của hệ tăng. Nếu tiếp tục tăng hàm lượng nanoclay I28E lớn hơn 4% thì độ nhớt của hệ lớn dẫn đến khả năng gia công mẫu sau này và việc phân tán nanoclay I28E vào hệ nhựa sẽ gặp khó khăn.

3.1.2. Xác định mức độ sa lắng

Mục đích của nghiên cứu này là đánh giá tính hiệu quả của việc khuấy cơ học kết hợp với khuấy siêu âm. Ở đây được lấy hai mẫu làm thí nghiệm, mẫu thứ nhất chỉ khuấy cơ học thông thường trong thời gian 4 giờ, mẫu thứ hai khuấy cơ học trong 4 giờ và tiếp tục khuấy siêu âm trong 6 giờ. Kết quả nhận được trình bày trên hình 1.



(a) ngay sau khi phân tán



(b) sau phân tán 2 tuần

Hình 1. Mức độ sa lắng của nanoclay theo thời gian của mẫu khuấy cơ học và khuấy cơ học kết hợp với khuấy siêu âm

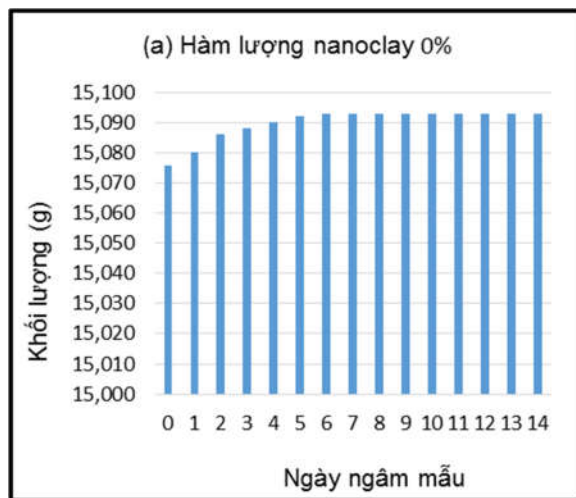
Từ hình 1a cho thấy sự khác nhau giữa việc khuấy cơ học và khuấy cơ học kết hợp với khuấy siêu âm sau khi phân tán. Ở mẫu khuấy cơ học thông thường cho thấy màu trắng đục gần giống với màu của nanoclay, còn ở mẫu khuấy cơ học kết hợp với khuấy siêu âm cho ta độ trong suốt hơn rất nhiều và gần giống với màu nhựa epoxy. Tiếp tục để lắng sau 2 tuần trong ống nghiệm (hình 1b) cho thấy, ở mẫu khuấy cơ học kết hợp với khuấy siêu âm không thấy thay đổi nhiều về màu sắc, còn ở mẫu chỉ khuấy cơ học cho thấy màu trắng đục hơn, có sự phân lớp và cặn giống với màu nanoclay ban đầu. Điều này cho thấy sau thời gian 2 tuần ở mẫu chỉ khuấy cơ học đã có sự phân lớp và sa lắng của nanoclay xuống đáy ống nghiệm, còn ở mẫu khuấy cơ học kết hợp với khuấy siêu âm hầu như không xuất hiện phân lớp và sa lắng xuống đáy ống nghiệm.

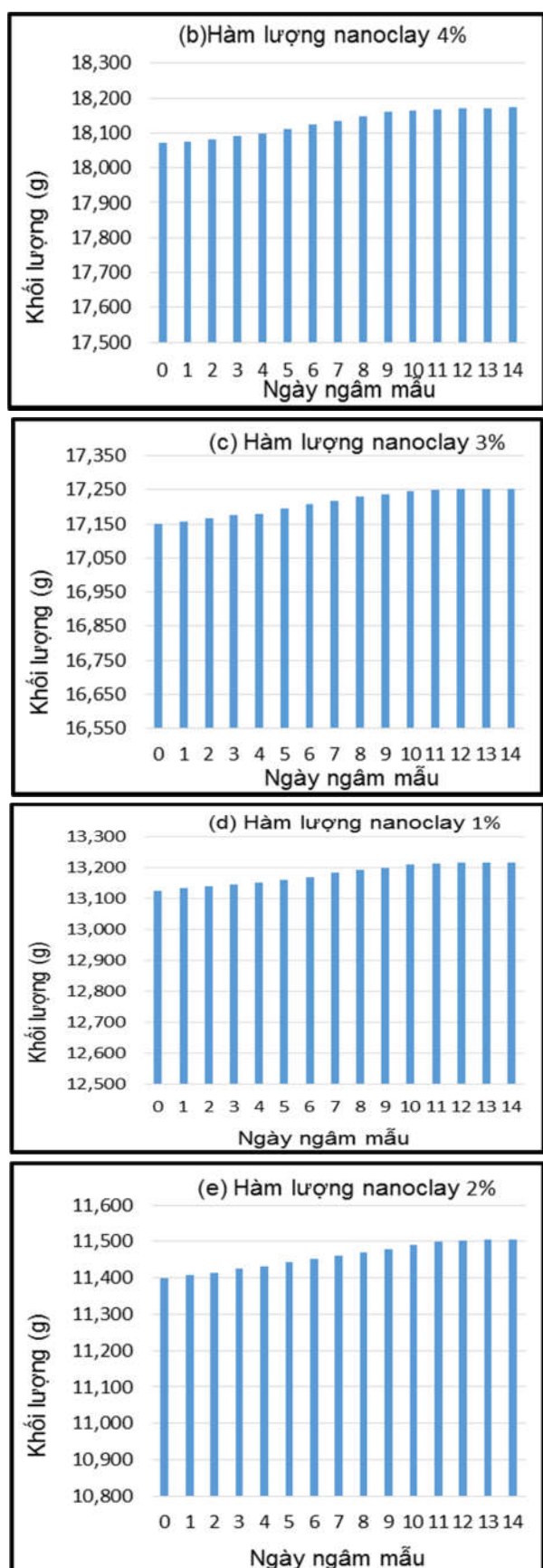
Như vậy, việc kết hợp khuấy siêu âm sau khi khuấy cơ học giúp phân tán nanoclay I28E vào nền nhựa epoxy ED-20 rất tốt và chính phương pháp phân tán này được nhóm nghiên cứu sử dụng để chế tạo mẫu cho các nghiên cứu tiếp theo.

3.2. Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay I28E đến khả năng hút nước của vật liệu

Mức độ hút nước của mẫu vật liệu khi có mặt nanoclay I28E ở các hàm lượng khác nhau như trên hình 2. Sự hút nước của các mẫu có sự khác nhau, ở mẫu có sự tham gia của nanoclay đều có khả năng hút nước cao hơn so với mẫu không có nanoclay.

Cụ thể ở mẫu không có mặt nanoclay (hình 2a) sau 5 ngày mẫu có khối lượng ổn định và mức độ hút nước tăng từ 15,076g lên 15,093g (tăng 0,112%). Mẫu có sự tham gia của 1% nanoclay (hình 2b) sau 12 ngày có khối lượng ổn định và mức độ hút nước tăng từ 18,072g lên 18,171g (tăng 0,547%). Với mẫu 2% nanoclay (hình 2c) sau 12 ngày mức độ hút nước ổn định và tăng từ 17,150g lên 17,252g (tăng 0,594%). Ở mẫu 3% nanoclay (hình 2d) sau 12 ngày mức độ hút nước ổn định và tăng từ 13,126g lên 13,215g (tăng 0,678%). Mẫu có hàm lượng nanoclay lớn nhất 4% (hình 2e) sau 12 ngày mức độ hút nước ổn định và tăng từ 11,400g lên 11,500g (tăng 0,877%).





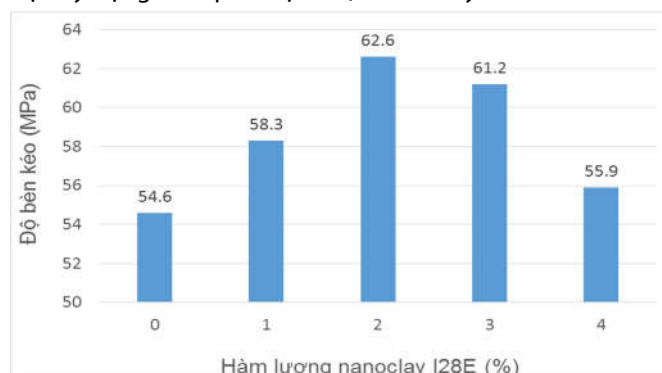
Hình 2. Mức độ hút nước của mẫu vật liệu ở các hàm lượng nanoclay khác nhau

Từ kết quả trên cho thấy mức độ hút nước tăng khi tăng hàm lượng nanoclay và ổn định sau 12 ngày ngâm mẫu.

3.3. Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay I28E đến tính chất cơ học của vật liệu

3.3.1. Độ bền kéo

Mẫu xác định độ bền kéo được đổ trong khuôn kim loại theo tiêu chuẩn ASTM D638, sau 1 tuần mẫu đông rắn hoàn toàn được tháo ra và đem đi xác định độ bền kéo trên máy INSTRON 5582-100KN (Hoa Kỳ) tại viện Vật liệu Xây dựng - Bộ Xây dựng. Kết quả nhận được trình bày trên hình 3.



Hình 3. Ảnh hưởng của nanoclay I28E đến độ bền kéo của vật liệu

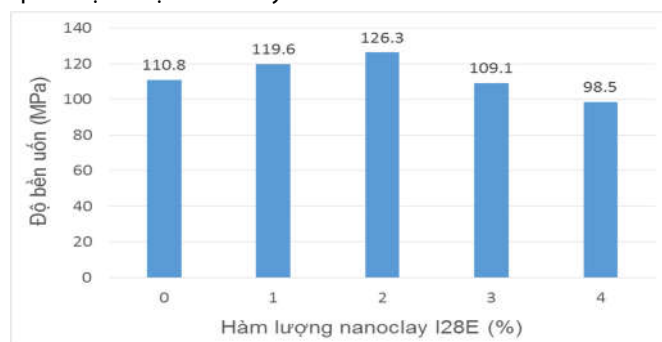
Kết quả trên hình 3 cho thấy, hàm lượng nanoclay I28E có ảnh hưởng đáng kể đến độ bền kéo. Cụ thể khi tăng hàm lượng nanoclay ở các mẫu từ 0% đến 2% thì độ bền kéo tăng từ 54,6MPa lên 62,6MPa (tăng 14,65%). Nếu tiếp tục tăng lên 3% và 4% nanoclay thì độ bền kéo của vật liệu giảm xuống tỷ lệ nghịch với tăng hàm lượng nanoclay.

Điều này xảy ra là do khi có mặt 2% nanoclay phân tán vừa đủ trong cấu trúc vật liệu đã ngăn chặn được các vết nứt tế vi khi có lực phá hủy tác động vào. Nếu lượng nanoclay tăng lên 3% hay 4% dẫn tới trong cấu trúc của vật liệu tạo ra các tập hợp hạt nanoclay chụm lại với kích thước lớn hơn nên bên trong vật liệu có khuynh hướng tách pha và làm cho độ bền kéo giảm xuống [35].

Như vậy, ở hàm lượng 2% nanoclay I28E cho độ bền kéo của vật liệu tốt nhất và đạt giá trị 62,6MPa.

3.3.2. Độ bền uốn

Đã xác định độ bền uốn của mẫu ở các hàm lượng nanoclay I28E khác nhau, theo tiêu chuẩn ASTM D790, kết quả nhận được trình bày trên hình 4.

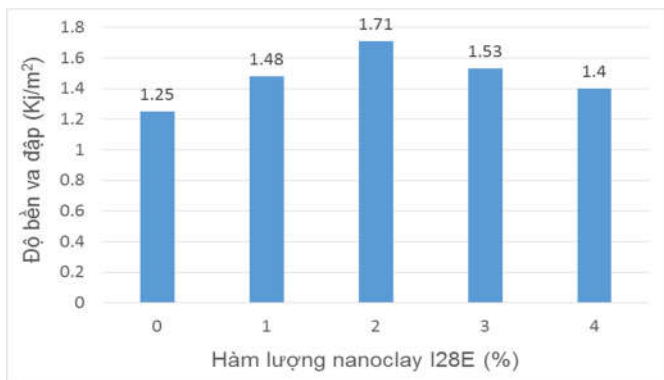


Hình 4. Ảnh hưởng của nanoclay I28E đến độ bền uốn của vật liệu

Kết quả trên hình 4 cho thấy, nanoclay có ảnh hưởng đến độ bền uốn. Cụ thể khi tăng hàm lượng nanoclay từ 0% lên 2% thì độ bền uốn tăng nhẹ từ 110,8MPa lên 126,3MPa (tăng 13,9%) ở hàm lượng nanoclay 2%. Nếu tiếp tục tăng hàm lượng nanoclay lên 3% và 4% thì độ bền uốn giảm xuống. Như vậy, ở hàm lượng 2% nanoclay cho độ bền uốn của vật liệu tốt nhất và đạt giá trị 126,3MPa.

3.3.3. Độ bền va đập

Đã xác định độ bền va đập Izod có khía của mẫu theo tiêu chuẩn ASTM D256, kết quả được trình bày trên hình 5.



Hình 5. Ảnh hưởng của nanoclay I28E đến độ bền va đập của vật liệu

Kết quả trên hình 5 cho thấy, sự có mặt của nanoclay đã cải thiện đáng kể độ bền va đập. Cụ thể khi tăng hàm lượng nanoclay từ 0% lên 2% độ bền va đập tăng từ 1,25kJ/m² lên 1,71kJ/m² (tăng 36,8%). Nếu tiếp tục tăng hàm lượng nanoclay thì độ bền va đập giảm xuống. Xảy ra điều này là do khi lượng nanoclay vừa đủ phân tán trong vật liệu đã ngăn chặn và làm trì hoãn các vết nứt tế vi khi có lực phá huỷ tác động vào. Tuy nhiên, lượng nanoclay quá nhiều dẫn tới trong cấu trúc của vật liệu tạo ra các tập hợp hạt nanoclay chụm lại với kích thước lớn hơn nên có khuynh hướng tách pha và làm cho độ bền va đập giảm xuống. Như vậy, với 2% nanoclay I28E cho độ bền va đập đạt giá trị tốt nhất và đạt 1,71kJ/m².

4. KẾT LUẬN

Đã phân tán được nanoclay I28E vào nền nhựa epoxy với các thông số kỹ thuật:

- Sấy nanoclay I28E ở 130°C trong thời gian 3 giờ.
- Trộn nanoclay vào nhựa epoxy và khuấy cơ học trong 4 giờ với tốc độ 2000 vòng/phút.
- Hỗn hợp tiếp tục được rung siêu âm trong thời gian 6 giờ bằng máy rung siêu âm ultrasonic clearer DC400H.

Đã đánh giá mức độ phân tán nanoclay vào nhựa epoxy, kết quả cho thấy việc khuấy cơ học và kết hợp rung siêu âm cho kết quả phân tán tốt hơn so với chỉ khuấy cơ học thông thường và độ nhớt của hệ tăng khi tăng hàm lượng nanoclay.

Đã chế tạo được 4 loại mẫu vật liệu với sự có mặt của nanoclay I28E ở hàm lượng tương ứng 1%, 2%, 3% và 4%.

Đã khảo sát mức độ thấm nước của 4 loại mẫu vật liệu ở các hàm lượng nanoclay khác nhau. Kết quả cho thấy mức

độ hút nước tăng khi tăng hàm lượng nanoclay và sau 12 ngày tất cả các mẫu đều ổn định.

Đã xác định tính chất cơ học gồm độ bền kéo, độ bền uốn và độ bền va đập của 4 loại mẫu ở các hàm lượng nanoclay khác nhau, kết quả cho thấy mẫu vật liệu ở hàm lượng nanoclay 2% cho độ bền cơ học tốt nhất.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1]. Alireza Bozorgian, Navid Majdi Nasab, Hassan Mirzazadeh, 2011. *Overall effect of nano clay on the physical mechanical properties of epoxy resin*. International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering Vol:5, No:1, pp 20-24.

[2]. S.K. Pal, 2014. *Effect of nano-additives on epoxy composites*. National Institute of technology Rourkela, India.

[3]. A.J. Kinloch, K. Masania, A.C. Taylor, 2009. *The Fracture of Nanosilica and Rubber Toughened Epoxy Fibre Composites*. Composites & Polym. pp .15-17.

[4]. http://en.wikipedia.org/wiki/Epoxy_History.

[5]. NEXANT Chem., 2006. *Systems Process Evaluation/Research Planning Program-Epoxy Resins*. New Report Alert, p.8

[6]. C. A. May, 1998. *Epoxy resins, Chemistry and technology*. Marcel Dekker, Inc. USA.

[7]. P. K. Mallick, 2008. *Fiber-Reinforced Composites. Materials, Manufacturing and Design*. Third Edition. CRS Press. Taylor & Francis. Group Boca Raton London New york.

[8]. Copyright John Wiley & Sons, 2001. *Encyclopedia of polymer Science and Technology*. Inc All rights reserved. Vol.9.

[9]. <http://www.transparencymarketresearch.com/epoxy-resins-market.html>.

[10]. <http://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/epoxy-resins-market-762.html>.

[11]. Nguyễn Công Quyền, Bùi Chương, Đoàn Thị Yến Oanh, 2014. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy và nanoclay. Phần 1: Nghiên cứu chế độ phân tán nanoclay vào nhựa epoxy. Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến tính chất cơ học của vật liệu*. Tạp chí Hóa học, 52(1), 76-80.

[12]. Trần Vinh Diệu, Phan Thị Minh Ngọc, Nguyễn Văn Huỳnh, Vũ Xuân Bắc, 2007. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy mạch vòng no và nanoclay cloisite 20A. Phần 1- Ảnh hưởng của phương pháp chế tạo và hàm lượng nanoclay đến cấu trúc và tính chất cơ học của vật liệu*. Tạp chí Hóa học, 45(5A), 1-6.

[13]. Trần Vinh Diệu, Phan Thị Minh Ngọc, Nguyễn Văn Huỳnh, Vũ Xuân Bắc, 2007. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy mạch vòng no và nanoclay cloisite 20A. Phần 2- Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến tính chất nhiệt và độ hấp thụ nước, axit của vật liệu*. Tạp chí Hóa học, 45(5A), 7-11.

[14]. Lê Minh Đức, Mai Thị Phương Chi, Vũ Quốc Trung, 2013. *Chế tạo và khảo sát tính chất của nanocompozit clay - epoxy*. Tạp chí Hóa học, 51(1), 66-70.

[15]. Đỗ Thị Thùy Trang, 2018. *Nghiên cứu chế tạo nhựa epoxy biến tính bằng thiokol lỏng dùng để sản xuất keo dán trong ngành hàng không*. Tạp chí Khoa học và Công nghệ nhiệt đới, số 17, tr 63-74.

[16]. Hồ Ngọc Minh, 2016. *Nghiên cứu chế tạo keo dán trên cơ sở nhựa epoxy biến tính bằng thiokol sử dụng làm vật tư tiêu hao trong kỹ thuật tên lửa*. Tạp chí Nghiên cứu KH&CN quân sự, số 45, tr 140-146.

- [17]. Nguyễn Duy Lôi, 2009. *Nghiên cứu chế tạo sơn điện di catot bảo vệ kim loại trên cơ sở vật liệu màng tổ hợp - nhựa epoxy biến tính*. Luận án tiến sĩ.
- [18]. Trần Vĩnh Diệu, Nguyễn Phi Sơn, Lê Thị Phái, 1998. *Tính chất của sơn lót epoxy đóng rắn bằng adduct epoxy-amoniac EA₁ và EA₂*. Tạp chí Hóa học, T.36, số 1, tr.26-29.
- [19]. Đào Công Minh, 1996. *Nghiên cứu biến tính epoxy bằng dầu thực vật Việt Nam để chế tạo sơn điện di và sơn phủ cách điện khô nhanh bền nhiệt ẩm*. Luận án tiến sĩ.
- [20]. Trần Vĩnh Diệu, 2012. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu composit epoxy gia cường bằng sợi thủy tinh có độ bền và đập cao và trong suốt điện từ ứng dụng cho hệ thống bay không người lái*. Đề tài cấp bộ GD&ĐT mã số; B2012-01-35.
- [21]. G. Tegart, 2002. *Nanotechnology. The technology for the 21st century*, Bangkok, Thailand, p.75-76
- [22]. G. C. Hawley, 2004. *Nanoparticles: new products, markets and challenges*, <http://www.GeoHawleyMinerals.com>.
- [23]. *Nanocomposites and organoclays increase product performance and lower production costs*. <http://www.cmt.anl.gov/>.
- [24]. Y. Kojima, A. Usuki, M. Kawasumi, A. Okada, Y. Fukushima, T. Karauchi, O. Kamigaito, 1993. *Mechanical properties of nylon-6/clayhybrid*. Journal of Materials Research; No.6, 1185-1189.
- [25]. AME Info URL, 2004. <http://www.ameinfo.com/227436.html>. *Global Demand for Epoxy to Reach 1,655 thousand tons in 2010 and 1,810 thousand tons in 2014*.
- [26]. Y. T. Wang, C. S. Wang, H. Y. Yin, L. L. Wang, H. F. Xie, R. S Cheng, 2012. *Carboxyl-Terminated Butadiene-Acrylonitrile-Toughened Epoxy/Carboxyl-Modified Carbon Nanotube Nanocomposites: Thermal and Mechanical Properties*. Express Polymer Letters Vol.6, No. 9, pp. 719-729.
- [27]. Trần Vĩnh Diệu, Bạch Trọng Phúc, 1992. *Tổng hợp adduct và khảo sát ảnh hưởng của chúng đến quá trình khâu mạch nhựa epoxy*. Tạp chí Hóa học, 30(4), tr. 1-4.
- [28]. Đặng Hữu Trung, 2019. *Ảnh hưởng của laccol và OELO đến tính chất cơ học của vật liệu polyme trên cơ sở nhựa epoxy Epikote 828, sử dụng chất đóng rắn dietylenti-amin*. Tạp chí Hoá học, 57 (6E1,2), tr 54-58.
- [29]. Phan Thị Minh Ngọc, Bạch Trọng Phúc, Ngô Thị Thanh Vân, 1999. *Phản ứng xyanetyl hóa dietylenti-amin bằng acrylonitril*. Tạp chí Hóa học, 37(4), tr. 64-69.
- [30]. Phan Thị Minh Ngọc, Bạch Trọng Phúc, Ngô Thị Thanh Vân, 2000. *Tổng hợp và ứng dụng adduct dietylenti-amin-acrylonitril làm chất đóng rắn cho nhựa epoxy trong vật liệu polyme composit gia cường bằng sợi thủy tinh*. Tạp chí Hóa học, 38(3),tr. 45-49.
- [31]. Trần Vĩnh Diệu, Nguyễn Phi Sơn, Lê Thị Phái, 1996. *Tổng hợp chất khâu mạch cho vật liệu epoxy trên cơ sở nhựa epoxy và amoni- ac*. Tạp chí Hóa học, 34(ĐB), tr. 29-34.
- [32]. Trần Vĩnh Diệu, Nguyễn Phi Sơn, Lê Thị Phái, 1998. *Hoàn thiện phương pháp tổng hợp adduct từ amoni- ac và nhựa epoxy*. Tạp chí Hóa học, (36), tr. 37-40.
- [33]. Trần Vĩnh Diệu, Nguyễn Thế Long, Lê Thị Phái, Trần Thị Kim Dung, 1993. *Sử dụng Ketimin làm chất khâu mạch cho nhựa epoxy-laccol ở điều kiện độ ẩm cao*. Tạp chí Hóa học, 31(ĐB), tr. 62-64.
- [34]. Copyright Future Pipe Industries Group 2011, All rights reserved.
- [35]. Nguyễn Công Quyên, 2016. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu composit trên cơ sở nhựa epoxy gia cường bằng sợi thủy tinh và nanoclay*. Luận án tiến sĩ Trường Đại học Bách khoa Hà Nội.
- [36]. Dương Quang Tuấn, Cao Duy Đạt, 2020. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu composit trên cơ sở nhựa epoxy ED-20, ứng dụng bột, bọc các chi tiết điện-điện tử dưới đáy biển phục vụ cho ngành khai thác dầu khí*. Đề tài nghiên cứu khoa học của sinh viên cấp Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội.