

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VẬT LIỆU POLYME COMPOZIT TỪ HỆ NHỰA EPOXY/DDS GIA CƯỜNG SỢI THỦY TINH CÓ MẶT VI SỢI XENLULO

PHẦN 4. ẢNH HƯỞNG CỦA VI SỢI XENLULO HÌNH THÀNH DO VI KHUẨN ĐẾN TÍNH CHẤT CƠ HỌC VÀ ĐỘ BỀN MỎI CỦA VẬT LIỆU POLYME COMPOZIT TỪ NHỰA EPOXY

Phan Thị Minh Ngọc¹, Vũ Minh Đức^{1*}, Phạm Thị Lánh¹, Đoàn Thị Yến Oanh^{1,2}, Ngô Huy Đô¹

Trung tâm Nghiên cứu vật liệu Polyme, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

²*Nhà xuất bản Khoa học tự nhiên và Công nghệ, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam*

Đến Tòa soạn 7-10-2014; Chấp nhận đăng 20-6-2015

Abstract

The aim of this study is to investigate the influence of bacterial cellulose (BC) content on the damage mechanisms of glass fibers reinforced epoxy under fatigue loading cycles and some other mechanical properties. Specimens were manufactured from prepregs to keep exact glass fibers/epoxy ratio. The mechanical properties of the materials such as tensile strength, flexible strength were affected slightly by the adding of BC. The fatigue life, however, increased significantly for 0.3% BC content of glass fibers reinforced epoxy. Scanning electron microscopy-analysis revealed the different deformation of the matrix due to the BC.

Keywords. Epoxy, fatigue, bacterial cellulose.

1. MỞ ĐẦU

Trong những năm gần đây, độ bền mỏi của vật liệu polyme compozit là đối tượng thu hút được sự tập trung nghiên cứu của nhiều nhà khoa học vì mỗi chịu trách nhiệm chính trong phá hủy các thành phần cấu trúc vật liệu polyme compozit. Độ bền mỏi của vật liệu polyme compozit sử dụng chất gia cường dạng sợi là yếu tố quan trọng trong thiết kế các kết cấu thường xuyên phải chịu tải trọng có chu kỳ, liên tục hay ngẫu nhiên. Các tính chất mỏi của vật liệu compozit sử dụng chất gia cường dạng sợi thông thường với các nhựa nền epoxy, polyeste, polycarbonat có thể được tìm thấy nhiều trong các tài liệu nghiên cứu [1].

Nhựa epoxy có nhược điểm là khá giòn, có khả năng chống lại sự hình thành và phát triển vết nứt kém. Những nhược điểm trên có ảnh hưởng xấu tới độ bền mỏi của vật liệu compozit nền nhựa epoxy. Gần đây, nhiều nghiên cứu đã được đặt ra nhằm tăng cường các tính chất mỏi của vật liệu polyme compozit nền epoxy gia cường sợi bằng cách sử dụng các chất độn kích thước nano [2].

Vi sợi xenlulo hình thành từ vi khuẩn (BC) là vật liệu nano có đường kính khoảng vài nanomet, có độ bền cơ học và độ tinh khiết cao đã được sử dụng trong vật liệu polyme compozit gia cường sợi cacbon và đã làm tăng đáng kể độ bền mỏi của vật liệu [2].

Cùng với xu hướng trên trong công trình này đã nghiên cứu những ảnh hưởng của BC đến tính chất cơ học và độ bền mỏi của vật liệu polyme compozit từ hệ nhựa epoxy/DDS.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Nguyên liệu

- Nhựa epoxy epikote 828, Shell Chemicals có hàm lượng nhóm epoxy 22,63 %, độ nhớt 12-14 Pas (25 °C).

- 4,4'-diamino diphenyl sunfon (DDS) 97%, MERCK (Đức) có khối lượng phân tử 248,31 g/mol, điểm chảy 174-177 °C.

- Thạch dừ của công ty Thạch rau câu Long Hải, Gia Lộc, Hải Dương có hàm lượng phần khô 10 %.

- Dung môi: axeton, etanol loại phân tích (Trung Quốc).

- Vải thủy tinh thô: 450 g/m² (Trung Quốc).

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Các tính chất cơ học của vật liệu compozit được xác định theo các tiêu chuẩn sau:

Độ bền kéo: được xác định theo tiêu chuẩn ISO 527-1993 trên máy INSTRON 5582-100 KN (Mỹ) với tốc độ kéo 2 mm/phút.

Độ bền uốn: được xác định theo tiêu chuẩn ISO

178 trên máy INSTRON 5582-100 KN (Mỹ) với tốc độ 2mm/phút, khoảng cách giữa hai gối đỡ bằng 60 mm.

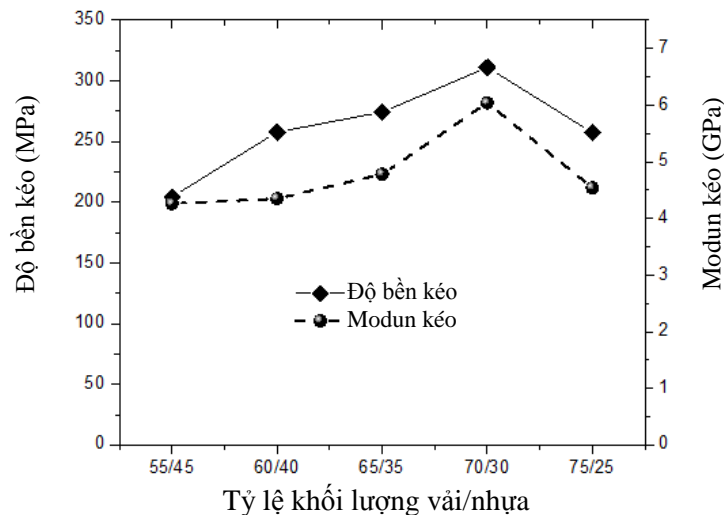
Độ bền mỏi động: theo phương pháp kéo được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D3479-96 trên thiết bị MTS 810 Material Test System (Mỹ), lực kéo đặt vào mẫu tương đương 70 % độ bền kéo của vật liệu, tần số dao động 5 Hz.

Để nghiên cứu bề mặt phá hủy của vật liệu đã dùng phương pháp kính hiển vi điện tử quét (SEM-Scanning Electron Microscopy) ở các độ phóng đại khác nhau. Mẫu được phủ một lớp mỏng platin trước khi quan sát trên kính hiển vi điện tử.

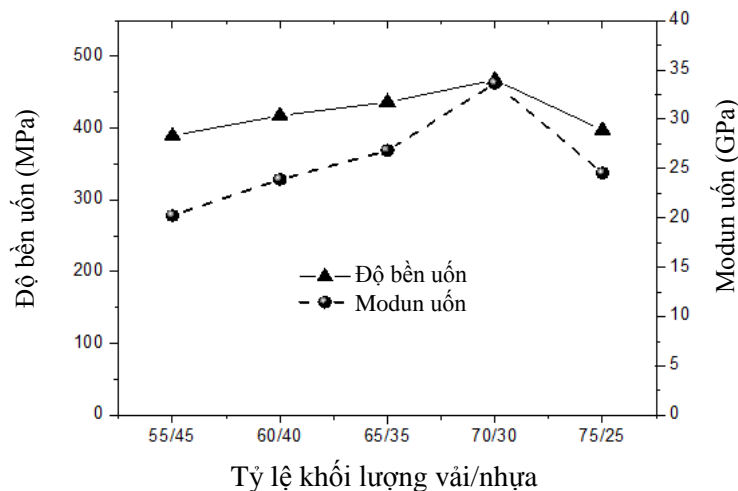
3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của tỷ lệ nhựa epoxy/vải thủy tinh đến tính chất cơ học của vật liệu composit

Để khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ về khối lượng nhựa epoxy/vải thủy tinh đến độ bền cơ học của vật liệu composit đã tiến hành chế tạo vật liệu composit từ hệ nhựa epoxy/DDS là 100/30 PTL, hàm lượng xúc tác HX 7 % mol (tính theo nhóm epoxy) ở chế độ nhiệt từng bậc [8]. Kết quả được thể hiện trên hình 1 và 2.



Hình 1: Ảnh hưởng của tỷ lệ vải/nhựa đến tính chất kéo của VLPC đóng rắn DDS



Hình 2: Ảnh hưởng của tỷ lệ vải/nhựa đến tính chất uốn của vật liệu composit đóng rắn DDS

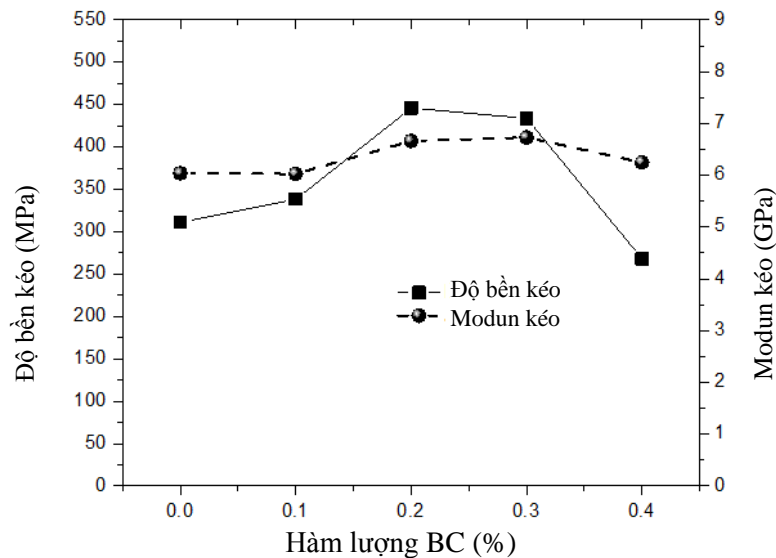
Từ các số liệu trong hình 1 và 2 nhận thấy, tỷ lệ về khối lượng của nhựa nền epoxy và vải thủy tinh có ảnh hưởng rất lớn đến các tính chất cơ học của vật liệu. Đã tiến hành khảo sát các tỷ lệ vải thủy tinh/nhựa epoxy khác nhau, kết quả cho thấy, khi tỷ lệ khối lượng vải/nhựa là 70/30, vật liệu composit thu được có các tính chất cơ học như độ bền kéo,

modun đàn hồi kéo, độ bền uốn và modun đàn hồi uốn là tốt nhất, cao hơn so với các tỷ lệ còn lại (độ bền kéo đạt 311,1 MPa, modun đàn hồi kéo đạt 6,04 GPa, độ bền uốn đạt 467,4 MPa và modun đàn hồi uốn đạt 33,7 MPa). Vì vậy đã chọn tỷ lệ khối lượng vải thủy tinh/nhựa là 70/30 cho các nghiên cứu tiếp theo.

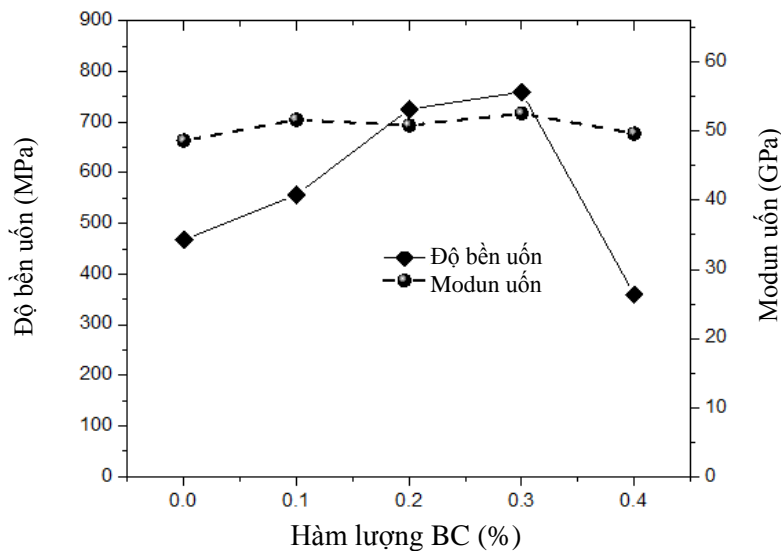
3.2. Ảnh hưởng của BC đến tính chất cơ học của vật liệu compozit

Để khảo sát ảnh hưởng của BC đến tính chất cơ học của vật liệu compozit từ nhựa epoxy gia cường vải thủy tinh đã tiến hành chế tạo vật liệu compozit

từ hệ nhựa epoxy/DDS = 100/30 PTL, hàm lượng xúc tác HX 7 % mol (tính theo nhóm epoxy), hàm lượng BC trong nhựa epoxy thay đổi từ 0 đến 0,4 % so với nhựa epoxy. Kết quả được trình bày trong hình 3 và 4.



Hình 3: Ảnh hưởng của hàm lượng BC đến tính chất kéo của VLPC đóng rắn DDS



Hình 4: Ảnh hưởng của hàm lượng BC đến tính chất uốn của VLPC đóng rắn DDS

Từ kết quả trên hình 3 nhận thấy, cả độ bền kéo và modun đàn hồi kéo của vật liệu epoxy compozit gia cường vải thủy tinh đóng rắn bằng DDS đều tăng nhẹ khi hàm lượng BC tăng từ 0 tới 0,3 %. Vật liệu epoxy compozit chứa 0,3 % BC có độ bền kéo và modun đàn hồi kéo tăng lần lượt là 11,9 % và 11,4 % so với khi không có BC. Tuy nhiên nếu tiếp tục tăng hàm lượng BC lên 0,4 % thì độ bền kéo của vật liệu giảm xuống.

Độ bền uốn cũng có quy luật tương tự như độ bền kéo (hình 4), vật liệu epoxy compozit có 0,3 %

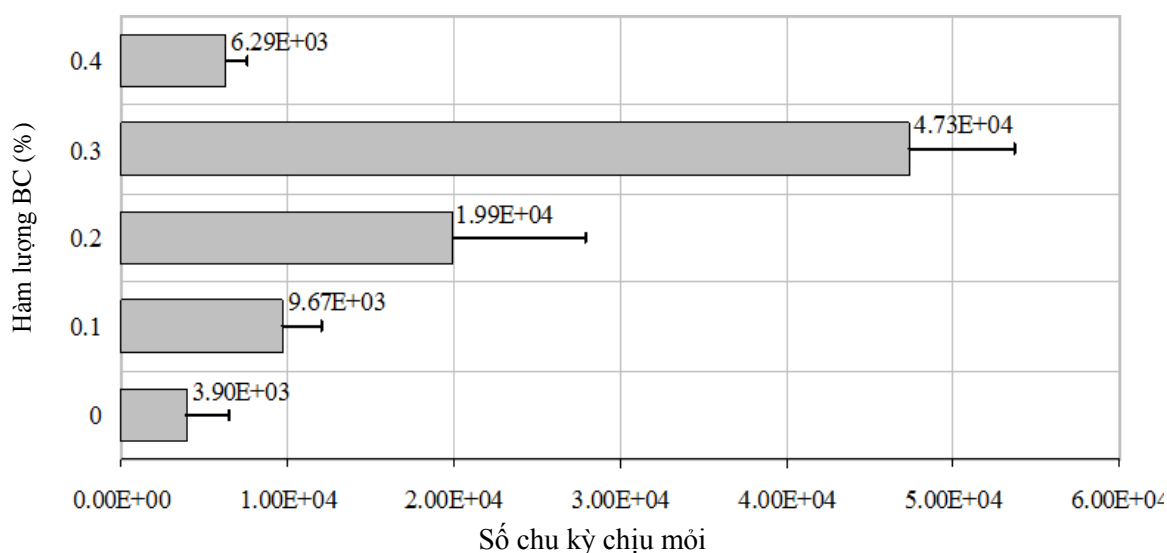
BC có độ bền uốn tăng 62,5 % so với compozit không có BC. Tuy nhiên, modun đàn hồi uốn của vật liệu có BC với hàm lượng khác nhau hầu như không khác nhiều so với compozit không có BC.

Các kết quả nghiên cứu về độ bền kéo, uốn của vật liệu epoxy compozit cho thấy khi tỷ lệ nhựa epoxy/vải thủy tinh là 70/30 PTL, hàm lượng BC trong nhựa epoxy là 0,3 %, các tính chất cơ học của vật liệu là tốt nhất (độ bền kéo tăng 11,9 %, độ bền uốn tăng 62,5 % so với vật liệu epoxy compozit không có BC).

3.3. Ảnh hưởng của BC đến độ bền mỏi động của vật liệu compozit

Đã khảo sát ảnh hưởng của BC đến độ bền mỏi động của vật liệu epoxy compozit gia cường vải thủy tinh đã tiến hành chế tạo vật liệu compozit từ nhựa epoxy epikote 828, đóng rắn bằng DDS với tỷ lệ nhựa epoxy/DDS = 100/30 PTL, hàm lượng xúc tác HX 7 % mol (tính theo nhóm epoxy). Lực đặt vào

mẫu vật liệu được chọn ở 2 mức độ khác nhau là 210,0 MPa (tương đương khoảng 70 % giá trị độ bền kéo đứt của vật liệu compozit) và 240,0 MPa (tương đương khoảng 80 % giá trị độ bền kéo đứt của vật liệu compozit). Mẫu đo được kéo ở giá trị lực kéo cố định như trên với tần số 10 Hz tới khi mẫu bị phá hủy hoàn toàn, kết quả được thể hiện trên hình 5 và 6.



Hình 5: Ảnh hưởng của hàm lượng BC đến độ bền mỏi động của vật liệu epoxy compozit cốt vải thủy tinh đóng rắn DDS

Đồ thị trên hình 5 cho thấy khi lực đặt vào mẫu bằng 70 % giá trị độ bền kéo, các vật liệu có vi sợi BC đều có độ bền mỏi cao hơn so với vật liệu không có vi sợi. Số chu kỳ chịu mỏi của compozit epoxy/vải thủy tinh có 0,3 % BC tăng hơn 12 lần, mẫu có 0,2 % BC tăng hơn 5 lần, và mẫu có 0,1 % BC tăng 2,5 lần so với mẫu không có BC. Với mẫu có 0,4 % BC, độ bền mỏi hầu như không thay đổi nhiều so với mẫu không chứa BC.

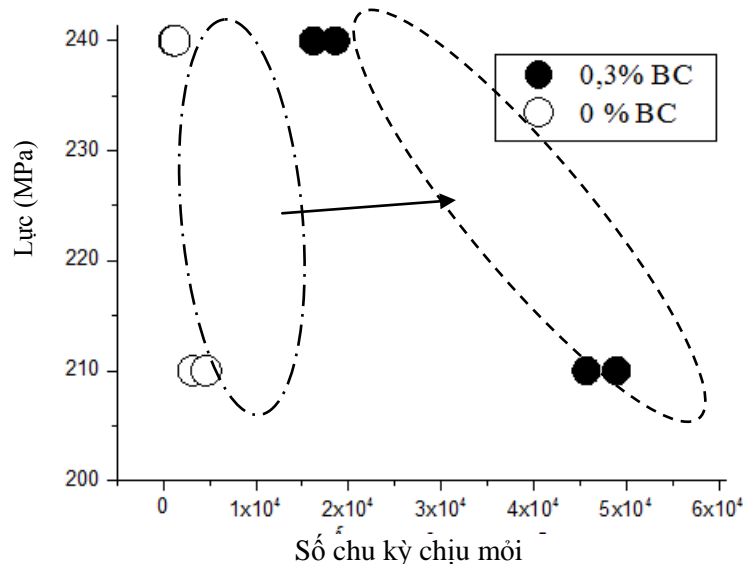
Các số liệu hình 6 cho thấy, trong cả hai chế độ đặt tải, vật liệu có 0,3 % vi sợi BC đều có độ bền mỏi cao hơn so với vật liệu không có vi sợi. Ở chế độ đặt tải thấp (70 %), độ bền mỏi của vật liệu có 0,3 % vi sợi cao hơn của vật liệu không có vi sợi khoảng 12 lần. Tuy nhiên, ở chế độ đặt tải cao (80 % độ bền kéo đứt), mức độ chênh lệch này giảm xuống còn 10 lần. Khi lực đặt vào mẫu thử mỏi tăng lên, mức độ suy giảm khả năng chịu mỏi của vật liệu có vi sợi BC và không có vi sợi có sự khác biệt đáng kể: Vật liệu có 0,3 % vi sợi giảm 2,7 lần, trong khi vật liệu không có vi sợi độ bền mỏi giảm tới 3,3 lần khi tăng lực đặt vào từ 70 lên 80 % độ bền kéo đứt

của vật liệu.

4. KẾT LUẬN

Khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng BC đến độ bền mỏi động và một số tính chất cơ học khác của vật liệu nanocompozit epoxy/sợi thủy tinh đóng rắn DDS cho thấy, khi có 0,3 % BC, vật liệu có độ bền kéo, uốn và độ bền mỏi tăng lần lượt là 11,9 %, 62,5 % và 12 lần so với khi không có BC. Khi thay đổi chế độ đặt tải: lực đặt vào bằng 80 % độ bền kéo đứt của vật liệu, độ bền mỏi của mẫu compozit 0,3 % BC chỉ tăng 10 lần so với mẫu không có BC.

Lời cảm ơn. Các tác giả trân trọng cảm ơn Phòng thí nghiệm trọng điểm Vật liệu Polyme và Compozit - Trường Đại học Bách khoa Hà Nội và đề tài Nâng cao tính chất cơ học của vật liệu compozit nền nhựa nhiệt rắn (epoxy, polyeste không no PEKN) có mặt vi sợi xenlulo, mã số ĐT-PTNTĐ. 2011-C/01 đã hỗ trợ về cơ sở vật chất và tài trợ kinh phí để thực hiện nghiên cứu này.



Hình 6: Ảnh hưởng của lực đặt vào đến độ bền mỗi thử kéo vật liệu epoxy composit cốt sợi thủy tinh đóng rắn bằng DDS

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Pizhong Qiao, Mijia Yang. *Fatigue Life Prediction of Pultruded E-Glass/Polyurethane Composites*, Journal of Composite Materials, **40**, 815-837 (2006).
- C. M. Manjunatha, Ramesh Bojja, N. Jagannathan, A. J. Kinloch, A. C. Taylor. *Enhanced fatigue behavior of a glass fiber reinforced hybrid particles modified epoxy nanocomposite under WISPERX spectrum load sequence*, International Journal of Fatigue, **54**, 25-31 (2013).
- J. B. Knoll, B. T. Riecken, N. Kosmann, S. Chandrasekaran, K. Schulte, B. Fiedler. *The effect of carbon nanoparticles on the fatigue performance of carbon fibre reinforced epoxy*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, **67**, 233-240 (2014).
- Ekram A. Ajaj, Najwa J. Jubier, Kawakib J. Majeed. *Fatigue behavior of epoxy/SiO₂ nanocomposites reinforced with E-glass fiber*, International Journal of Application or innovation in Engineering and Management (IJIEM), **2(9)** (2013).
- H. Mohamed Gabr, Kazuya Okubo, Mostafa Abd Elrahman, Toru Fujii. *Effect of microfibrillated cellulose on mechanical properties of plain woven CFRP reinforced epoxy*, Compos Struct., **92(9)**, 1999-2006 (2010).
- Mohamed H. Gabr, Mostafa Abd Elrahman, Kazuya Okubo, Toru Fujii. *A study on mechanical properties of bacterial cellulose/epoxy reinforced by plain woven carbon fiber modified with liquid rubber*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, **41(9)**, 1263-1271 (2010).
- ASTM D 5528-01 (Reapproved 2007). *Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites*, ASTM International, W. Conshohocken, Pa. (first issued in 1994).
- Phan Thị Minh Ngọc, Vũ Minh Đức, Phạm Thị Lánh, Đoàn Thị Yến Oanh, Quân Mai Anh, Hà Thị Hà. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu polyme composit từ hệ nhựa epoxy/DDS gia cường sợi thủy tinh có mặt vi sợi xenlulo. Phần 1. Khảo sát quá trình đóng rắn nhựa epoxy bằng 4,4'-diamino diphenyl sunfon*, Tạp chí Hóa học, **51(6ABC)**, 259-263 (2012).

Liên hệ: **Vũ Minh Đức**

Trung tâm NCVL Polyme, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội
Số 1, Đại Cồ Việt, Hai Bà Trưng, Hà Nội
E-mail: duc.vuminh@hust.edu.vn; Điện thoại: 0945467576.