TẠP CHÍ HÓA HỌC T. 53(1) 112-116 THÁNG 2 NĂM 2015
DOI: 10.15625/0866-7144.2015-0098

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VẬT LIỆU NANOCOMPOZIT TRÊN CƠ SỞ NHỰA EPOXY DER 331 VÀ NANOCLAY

PHẦN 2. NGHIÊN CỨU ẢNH HƯỞNG CỦA HÀM LƯỢNG NANOCLAY ĐẾN TÍNH CHẤT CỦA VẬT LIỆU

Nguyễn Công Quyền[1*], Bùi Chương[1], Đoàn Thị Yến Oanh[1,2], Nguyễn Tiến Phong[3]

[1]*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*

[3]*Viện Hóa Sinh và Tài liệu nghiệp vụ, Tổng cục Hậu cần - Kỹ thuật, Bộ Công an*

Đến Tòa soạn 26-12-2014; Chấp nhận đăng 13-2-2015

Abstract

The effect of nanoclay on some properties of epoxy resin DER 331 was studied. The results showed that contents of nanoclay up to 8 phr do not effect on curing level of resin. With nanoclay content of 2 phr, the properties of epoxy resin have been improved. The properties of resin as tensile, flexural, compressive, and impact strengths, swear resistance are increased as 30 %, 50-70 %, 40 % and 60-70 % respectively. However, the properties of epoxy resin are decreased with increasing nanoclay (above 3-5 phr) than that of original resin.

Keywords. Epoxy-nanoclay composite, mechanical properties, wear resistance, impact strength.

1. MỞ ĐẦU

Khi nghiên cứu chế tạo vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy và nanoclay, ngoài chế độ phân tán nanoclay vào nhựa epoxy thì hàm lượng nanoclay phân tán trong nhựa cũng là một yếu tố ảnh hưởng rất lớn đến tính chất của vật liệu. Các kết quả nghiên cứu cho thấy, với việc sử dụng một hàm lượng nhỏ nanoclay (thường dưới 5 % khối lượng) vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy-nanoclay đã thể hiện nhiều tính chất ưu việt so với nhựa epoxy nguyên thể như: cải thiện tính chất cơ-nhiệt, tăng khả năng chống cháy, giảm tính hút ẩm, thấm khí … [1- 6].

Bài báo này trình bày các kết quả nghiên cứu, khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến tính chất cơ học của vật liệu nanocompozit.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Hóa chất

Nhựa epoxy DER-331 (Dow Chemicals): hàm lượng nhóm epoxy 22,8 %, độ nhớt ở 25 ^oC 110-140 poise, khối lượng riêng ở 25 ^oC 1,16 g/cm^3.

Nanoclay I30E và I28E (Nanocor).

Anhydrit 4-metylhexahydrophtalic, Jiaxing Alpharm (Trung Quốc): khối lượng riêng ở 25^o C 1,197 g/cm^3, độ tính khiết 99 %, nhiệt độ sôi 297 ^oC, độ nhớt ở 25^o C 0,58÷0,6 poise.

Chất xúc tác đóng rắn 1-metylimidazol (NMI) (BASF).

2.2. Phương pháp thực nghiệm

2.2.1. Chế tạo vật liệu

Vật liệu epoxy-nanoclay được chế tạo theo phương pháp đã trình bày trong [7]. Hỗn hợp epoxy-nanoclay – chất đóng rắn được đóng rắn ở chế độ tối ưu là 110 ^oC trong 90 phút.

Mẫu đã đóng rắn được lưu 7 ngày ở nhiệt độ phòng trước khi đi xác định các tính chất cơ học.

2.2.2. Thực nghiệm

- Xác định hàm lượng phần gel bằng cách trích ly bằng axeton 16 giờ trong bộ soxhlet
- Độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178-1993 (E) trên máy INSTRON 5582-100 kN, tốc độ uốn 2 mm/phút. Độ bền kéo xác định theo tiêu chuẩn ISO 527-1 trên máy INSTRON 5582-100 kN, tốc độ kéo 2 mm/phút. Độ bền va đập theo tiêu

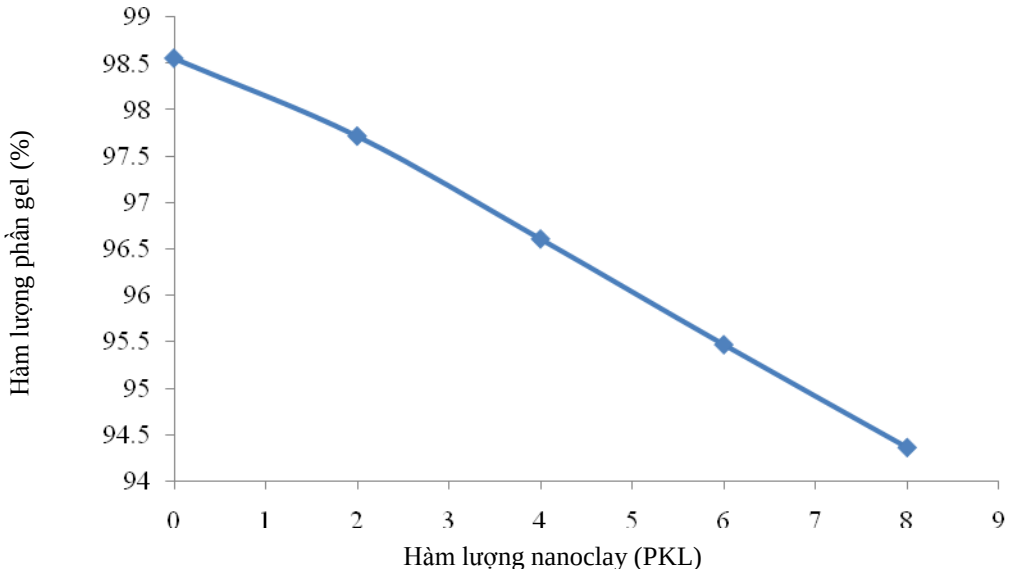
chuẩn ISO 179-1993 (E) trên máy RADMANA ITR-2000 (Úc), tốc độ 3,5 m/giây. Độ bền nén xác định theo tiêu chuẩn ISO 604:1993 (E) trên máy INSTRON 5582100 kN, tốc độ nén 2 mm/phút.

- Độ bền mài mòn theo tiêu chuẩn ISO 9352:1995 trên máy taber type abrasion tester của hãng Chun yen testing machines Co.ltd, bánh mài CS10, số chu kỳ: 1000. Độ bền mài mòn xác định theo công thức $=m_0 - m_s$ trong đó m_0 khối lượng ban đầu (g); m_s khối lượng sau khi mài được 1000 vòng (g).

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến hàm lượng phần gel của nhựa epoxy

Ảnh hưởng của nanoclay đến mức độ đóng rắn của nhựa nền epoxy được đánh giá qua hàm lượng phần gel của epoxy với các hàm lượng nanoclay I28E (hoặc I30E) khác nhau. Kết quả xác định hàm lượng phần theo được trình bày trong hình 1.



Hình 1: Sự thay đổi hàm lượng phần gel theo hàm lượng nanoclay phân tán trong nhựa epoxy

Kết quả ở hình 1 cho thấy khi hàm lượng nanoclay tăng lên thì hàm lượng phần gel giảm đi. Việc giảm phần gel có thể do nanoclay đã tương tác với xúc tác đóng rắn làm giảm mức độ đóng rắn chung của hệ [1].

3.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến tính chất cơ học của vật liệu

Sự phụ thuộc các tính chất cơ học của vật liệu epoxy-nanoclay vào hàm lượng nanoclay được trình bày trong bảng 1.

Bảng 1: Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến tính chất cơ học của vật liệu

Mẫu	Kéo			Uốn		
	Độ bền kéo, MPa	Môđun kéo, GPa	Độ giãn dài khi kéo, %	Độ bền uốn, MPa	Môđun uốn, GPa	Độ giãn dài khi uốn, %
Nhựa epoxy	50,6	2,2	1,6	72,56	4,32	1,9
Epoxy/nanoclay I28E (pkl)						
1	58,32	2,68	2,9	98,09	6,12	3,64
2	68,73	2,96	3,6	124,75	7,43	5,1
3	62,45	2,77	3,3	91,21	5,76	4,12
4	55,36	2,56	2,5	74,42	4,23	2,23
5	48,84	2,25	1,4	58,42	2,68	1,54
Epoxy/nanoclay I30E (pkl)						
1	54,36	2,42	2,4	88,52	5,42	3,24
2	63,87	2,73	3,4	112,84	6,87	4,92
3	58,22	2,66	2,7	82,43	4,88	3,75
4	51,43	2,42	2,1	70,12	3,78	1,78
5	44,51	2,15	1,3	54,46	2,35	1,45

Kết quả thu được từ bảng 1 cho thấy, khi phân tán cả hai loại nanoclay vào nhựa nền epoxy DER 331 thì tính chất cơ học của vật liệu tăng rõ rệt. Tuy nhiên, mức độ tăng cường tính chất là không đồng đều:

- Nanoclay loại I28E cải thiện tính chất cơ học của vật liệu tốt hơn I30E.
- Sự gia cường tính chất đạt mức độ cao nhất với hàm lượng 2 phr đối với cả hai loại nanoclay. Với hàm lượng 3-4 phr, độ bền vật liệu giảm đi nhưng vẫn cao hơn so với vật liệu epoxy không có nanoclay. Tuy nhiên, khi hàm lượng nanoclay lên tới 5 phr, độ bền vật liệu nanocompozit lại thấp hơn cả epoxy ban đầu.

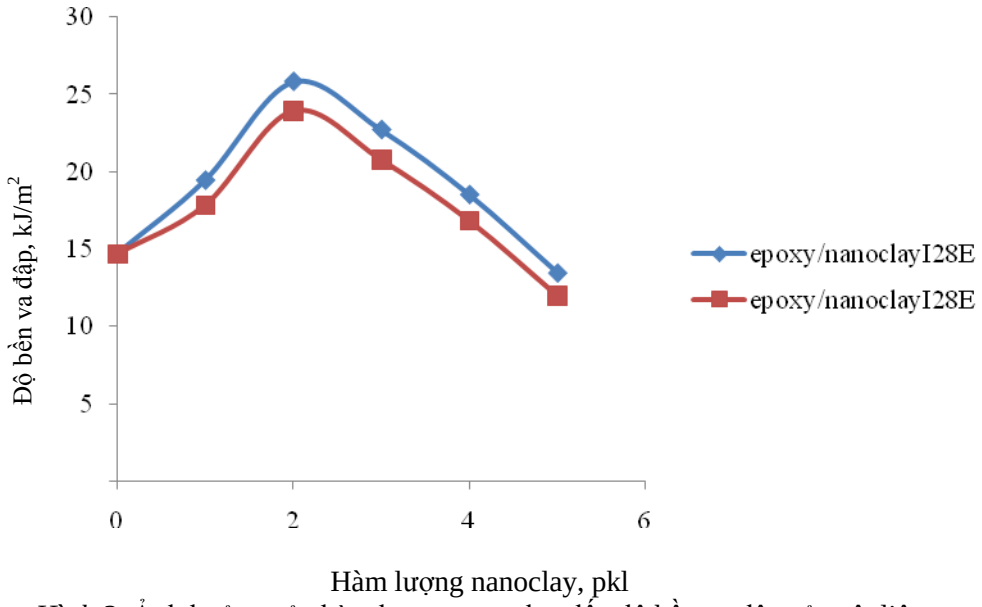
Các kết quả tương tự cũng quan sát thấy khi nghiên cứu độ bền nén và va đập của vật liệu nói trên hình 2, 3 và 4.

Trong các mẫu được khảo sát, mẫu với hàm lượng nanoclay là 2 phr có độ bền cao nhất. Trái lại, mẫu có 5 phr nanoclay có độ bền nhỏ hơn vật liệu epoxy ban đầu. Thậm chí, môđun nén của epoxy-nanoclay 5 phr chỉ còn xấp xỉ 50 % so với epoxy ban đầu, chứng tỏ vật liệu ”bở” đi đáng kể.

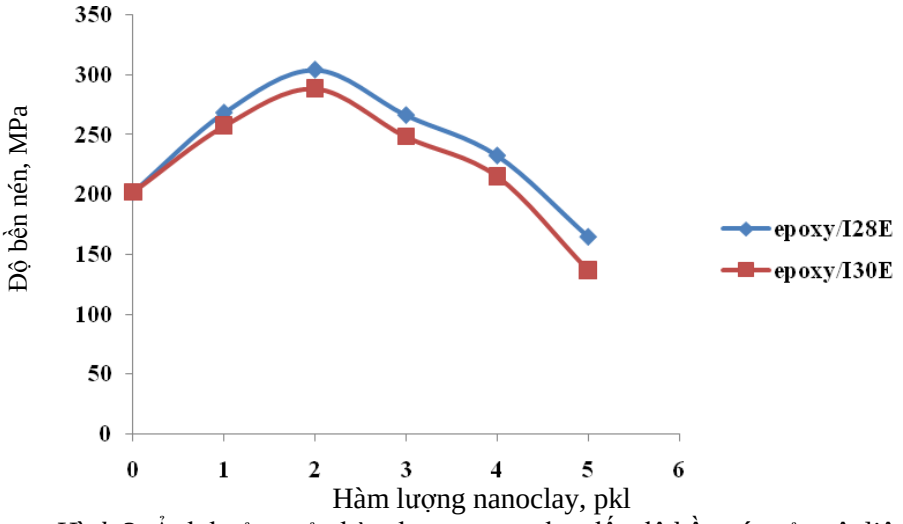
3.3. Ảnh hưởng của nanoclay đến khả năng chịu mài mòn

Nó đặc trưng cho khả năng chống lại sự phá hủy trên bề mặt vật liệu do ma sát và biến dạng cục bộ. Việc đưa nanoclay vào nền nhựa epoxy có thể cải thiện tính chất này cho vật liệu.

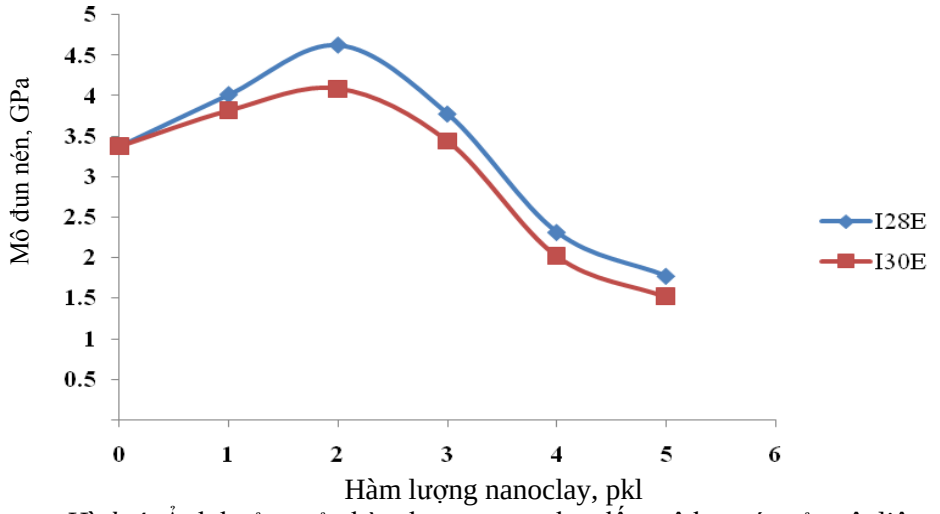
Trong hình 5 là ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến mức độ mài mòn của vật liệu.



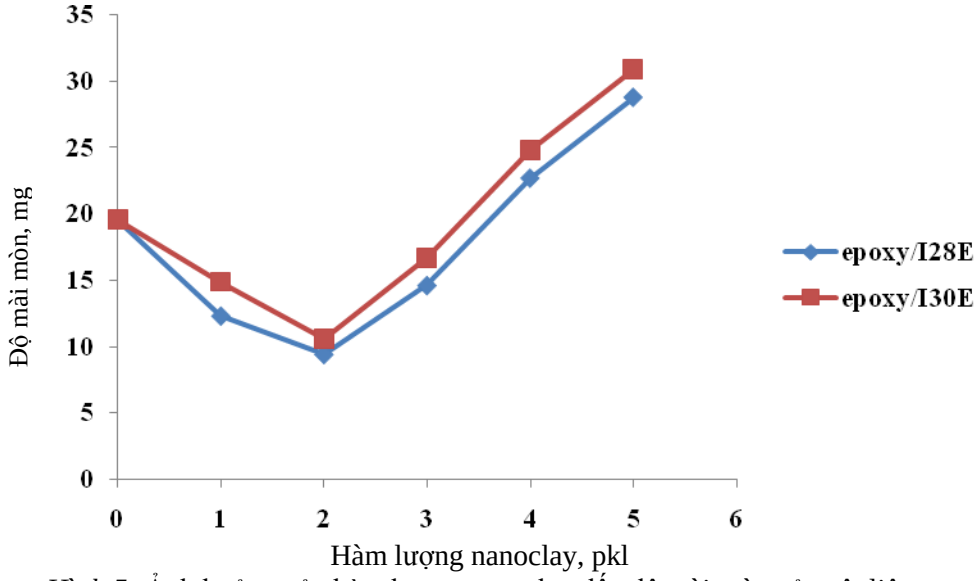
Hình 2: Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến độ bền va đập của vật liệu



Hình 3: Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến độ bền nén của vật liệu



Hình 4: Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến môđun nén của vật liệu



Hình 5: Ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay đến độ mài mòn của vật liệu

Có thể thấy, cũng như các tính chất cơ học khác, mức độ mài mòn của vật liệu epoxy-nanoclay nhỏ nhất khi hàm lượng nanoclay là 2 phr. Nhìn chung, trong khoảng hàm lượng nanoclay 1-3 phr mức độ mài mòn của vật liệu nanocompozit nhỏ hơn vật liệu ban đầu. Nhưng khi hàm lượng nanoclay đạt 4 -5 phr thì độ mài mòn tăng lên, vượt quá giá trị này của vật liệu epoxy ban đầu. Một nhận xét khác là nanoclay I28E tạo ra khả năng chống mài mòn cho vật liệu epoxy DER 331 tốt hơn so với I30E.

So sánh sự thay đổi các tính chất của hệ nhựa epoxy DER 331 – nanoclay như trên cho thấy mức độ ảnh hưởng của hàm lượng nanoclay. Nguyên nhân của sự cải thiện tính chất có mặt nanoclay là do tăng cường tương tác giữa nhựa epoxy với các phần tử nanoclay ở trạng thái xen kẽ hoặc tách lớp [8]. Ngoài ra, sự có mặt của nanoclay có thể ngăn chặn sự phá hủy của bề mặt epoxy khi có lực tác dụng từ bên ngoài, ngăn ngừa sự phát triển các vết nứt tế vi. Tuy nhiên, khi hàm lượng nanoclay tăng cao hơn, sẽ xuất hiện các tập hợp nanoclay dư trong vật liệu. Từ đó các tác dụng gia cường kể trên sẽ giảm đi. Điều này cũng phù hợp với kết quả xác định năng lượng phát triển vết nứt K_{IC} của hệ vật liệu này [8].

4. KẾT LUẬN

- Việc phân tán nanoclay vào nền epoxy không ảnh hưởng đáng kể đến khả năng đóng rắn của nhựa nền: hàm lượng phần gel của nhựa đóng rắn vẫn cao hơn 94 % khi hàm lượng nanoclay đạt tới 8 phr.

- Nanoclay có tác dụng cải thiện rõ rệt tính chất nhựa epoxy. Tác dụng gia cường thể khi rõ rệt nhất khi hàm lượng nanoclay là 2 phr: độ bền kéo tăng khoảng 30 %, độ bền uốn tăng 55-70 %, độ bền nén tăng khoảng 40 %, độ bền va đập tăng 60-70 %, còn

độ mài mòn giảm một nửa. Tuy nhiên, tác dụng gia cường của nanoclay chỉ có khi hàm lượng là 3-4 phr. Với hàm lượng nanoclay tới 5 phr, tính chất vật liệu nanocompozit bị giảm đi so với vật liệu ban đầu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Lê Hoài Anh. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu compozit epoxy đóng rắn bằng anhydrit lỏng gia cường sợi kevlar*, Luận án tiến sĩ hóa học, Hà Nội năm 2011.
2. Trần Vĩnh Diệu, Phan Thị Minh Ngọc, Nguyễn Văn Huynh, Vũ Xuân Bắc. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy mạch vòng no và nanoclay cloisite 20A*, Tạp chí Hóa học, **45(5A)**, 1-6 (2007).
3. Trần Vĩnh Diệu, Phan Thị Minh Ngọc, Nguyễn Văn Huynh, Vũ Xuân Bắc. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy mạch vòng no và nanoclay cloisite 20A*, Tạp chí Hóa học, **45(5A)**, 7-11 (2007.
4. Future Technologies Division of VDI Technologiezentrum GmbH Graf-Recke-Str. *Industrial Application of Nanomaterials - Chances and Risks*, Düsseldorf, Germany (2004).
5. Lê Minh Đức, Mai Thị Phương Chi, Vũ Quốc Trung. *Chế tạo và khảo sát tính chất của nanocompozit clay-epoxy*, Tạp chí Hóa học, **51(1)**, 66-70 (2013).
6. Nguyễn Công Quyền, Bùi Chương *"ứng dụng phương pháp quy hoạch thực nghiệm xác định chế độ đóng rắn tối ưu của quá trình đóng rắn nhựa epoxy DER 331 bằng anydrit4-metylhexahydrophtalic có mặt xúc tác 1-metylimidazol*, Tạp chí Khoa học Công nghệ và Môi trường, số 42, 32-36 (2013).
7. S. R. Ha, S. H. Ryu, D. J. Park, K. Y. Rhee. *Effect of clay surface modification anh concentration on the tensile performance of clay/epoxy nanocomposites*, Materials Science anh Engineering A, **448**, 264-268 (2007).
8. Nguyễn Công Quyền, Bùi Chương, Đoàn Thị Yến Oanh. *Nghiên cứu chế tạo vật liệu nanocompozit trên cơ sở nhựa epoxy và nanoclay. Phần 1: Nghiên cứu chế độ phân tán nanolcay 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 (2014).

Liên hệ: **Nguyễn Công Quyền**
Trung tâm Nghiên cứu vật liệu polyme
Trường Đại học Bách khoa Hà Nội
Số 1, Đại Cồ Việt, Hà Nội, Việt Nam
E-mail: ncquyen2005@yahoo.com.vn.