

## TÍNH CHẤT CƠ HỌC CỦA VẬT LIỆU POLYME COMPOZIT TỪ NHỰA EPOXY DER-331 GIA CƯỜNG BẰNG MAT LAI TẠO DỨA DẠI/THỦY TINH

Đến Tòa soạn 6-12-2008

TRẦN VĨNH DIỆU<sup>1</sup>, PHAN THỊ MINH NGỌC<sup>1</sup>, NGUYỄN ĐẮC THÀNH<sup>2</sup>,  
NGUYỄN PHẠM DUY LINH<sup>1</sup>, BÙI VĂN TIẾN<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Trung tâm Nghiên cứu Vật liệu Polyme, Trường ĐHBK Hà Nội

<sup>2</sup>Trung tâm Nghiên cứu Vật liệu Polyme, Trường ĐHBK, ĐHQG Tp. HCM

### ABSTRACT

*Sisal fiber is an effective reinforcement for epoxy resin. Mechanical properties of a sisal fiber mat reinforced epoxy resin composite are higher in comparison with those of epoxy resin, especially in impact strength, which is 369% higher. The effect of alkali treatment of sisal fiber on the interfacial shear strength (IFSS) and mechanical properties of sisal fiber mat reinforced epoxy DER-331 resin composites were studied. It has shown that average IFSS is 94% higher, tensile strength and flexural strength of composite are 72% and 31% higher respectively in comparison with those of untreated fibers. In order to improve mechanical properties of composite material, sisal fiber mat was replaced partly by glass fiber mat. Owing to the superior properties of glass fibers, the mechanical properties of the hybrid composites increase with the increasing of weight fraction of glass fibers. The observation has shown that optimum glass fiber mat loadings for the hybrid composite was 50 wt.%. Water absorption of the hybrid composite was reduced from 8.5 to 2.4% in comparison with non-hybridized sisal fiber mat reinforced epoxy resin composite. Scanning electron microscopic studies were carried out to study the fiber-matrix adhesion.*

### I - MỞ ĐẦU

Sự phát triển mạnh mẽ và ứng dụng rộng rãi của vật liệu polyme compozit (PC) trên cơ sở sợi hóa học đã dẫn tới những vấn đề về môi trường trong việc xử lý chúng sau khi loại thải.

Chính vì lý do trên, vật liệu PC gia cường bằng sợi tự nhiên được quan tâm, đẩy mạnh nghiên cứu và ứng dụng trong vòng 15 năm trở lại đây [1, 3].

Tuy nhiên, nếu chỉ sử dụng sợi tự nhiên làm chất gia cường, vật liệu PC có tính năng cơ lý không cao, lại có độ hút ẩm lớn. Những điểm nêu trên đã hạn chế lĩnh vực ứng dụng của chúng [4].

Để khắc phục nhược điểm trên đã tiến hành lai tạo sợi dứa dại với sợi thủy tinh để gia cường cho vật liệu PC từ nhựa epoxy DER-331.

### II - THỰC NGHIỆM

#### 1. Nguyên liệu và hóa chất

Sợi dứa dại của tỉnh Ninh Thuận do Trung tâm NCVL Polyme, Trường ĐHBK, ĐHQG Tp. HCM cung cấp.

NaOH 96% (Trung Quốc).

Mat thủy tinh loại 450 g/m<sup>2</sup> (Trung Quốc).

Nhựa epoxy DER-331 (Hãng DOW).

Chất đóng rắn dietyltri-amin (DETA)

(Trung Quốc).

## 2. Phương pháp chế tạo mẫu

### a) Chế tạo mat sợi dứa dại

Sợi được cắt thành các đoạn nhỏ dài 2 cm và 5 cm rồi đem xử lý bằng dung dịch kiềm có nồng độ 0,1 N trong vòng 72h ở nhiệt độ phòng [5]. Sợi sau xử lý được rửa đến pH = 7 và được sấy ở 70°C đến hàm lượng ẩm khoảng 12% để bảo quản hoặc dùng trực tiếp để chế tạo mat thì không cần sấy. Mat sợi dứa dại được chế tạo bằng phương pháp sa lắng ngẫu nhiên trong nước. Mat tạo thành được phơi khô tự nhiên rồi ép sơ bộ trên máy ép. Mat sợi dứa dại nhận được có khối lượng trên đơn vị diện tích khoảng 330 g/m<sup>2</sup>.

### b) Chế tạo vật liệu PC

Vật liệu PC nền nhựa epoxy gia cường bằng mat lai tạo dứa dại/thủy tinh theo cấu trúc vỏ cốt và xen kẽ được chế tạo theo phương pháp lăn ép bằng tay.

Các tấm mat từ các sợi ngắn được tẩm hỗn hợp nhựa epoxy và chất đóng rắn DETA, dùng con lăn để đuổi bọt khí và tăng khả năng thấm ướt của nhựa lên bề mặt sợi. Tiếp tục lăn các lớp tiếp theo đến khi đạt độ dày cần thiết.

## 3. Phương pháp phân tích

Ảnh kính hiển vi điện tử quét được chụp trên máy JEOL 6360 LV (Nhật Bản).

Độ hấp thụ nước được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D5229 và được tính theo công thức:

$$M = \frac{M_t - M_0}{M_0} \times 100$$

Trong đó:

M: Độ hấp thụ nước, %.

M<sub>t</sub>: Khối lượng mẫu tại thời điểm t, g.

M<sub>0</sub>: Khối lượng mẫu ban đầu, g.

## 4. Các phương pháp xác định tính chất vật liệu PC

### a) Phương pháp xác định độ bền bám dính sợi-nhựa

Độ bền bám dính sợi-nhựa (Interfacial Shear Strength-IFSS) được xác định thông qua lực cắt giữa các pha [6]. Chuẩn bị mẫu thử bằng cách lấy nhựa epoxy với hàm lượng chất đóng rắn xác định, trộn đều rồi được nhỏ lên sợi dứa dại tạo thành các giọt hình cầu, để ổn định ở nhiệt độ phòng cho đến khi nhựa đóng rắn hoàn toàn.

IFSS được đo trên máy LLOYD 0,5 KN của Anh với tốc độ kéo 5 mm/phút và được tính theo công thức:

$$IFSS = \frac{F}{L_1 \cdot L_2}$$

Trong đó:

F là lực rút sợi khỏi nhựa, N.

L<sub>1</sub> là chiều dài sợi bị nhựa bọc, mm.

L<sub>2</sub> là chu vi sợi, mm.

### b) Phương pháp xác định tính chất cơ học vật liệu PC

#### + Độ bền kéo

Độ bền kéo được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178-1993 trên máy INSTRON 100 KN của Mỹ với tốc độ kéo 5 mm/phút, nhiệt độ 26°C và độ ẩm 75%.

#### + Độ bền uốn

Độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn ISO 178-1993 trên máy INSTRON 100 KN của Mỹ với tốc độ uốn 5 mm/phút, nhiệt độ 26°C và độ ẩm 75%.

#### + Độ bền va đập

Độ bền va đập được xác định theo tiêu chuẩn ISO 179-1993 trên máy Radmana ITR-2000 của Úc với tốc độ 3,5 m/s.

## III - KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### 1. Khảo sát ảnh hưởng của quá trình xử lý kiềm đến IFSS của sợi-nhựa và tính chất cơ học của vật liệu PC

#### a) Khảo sát ảnh hưởng của quá trình xử lý kiềm đến IFSS của sợi và nhựa nền epoxy

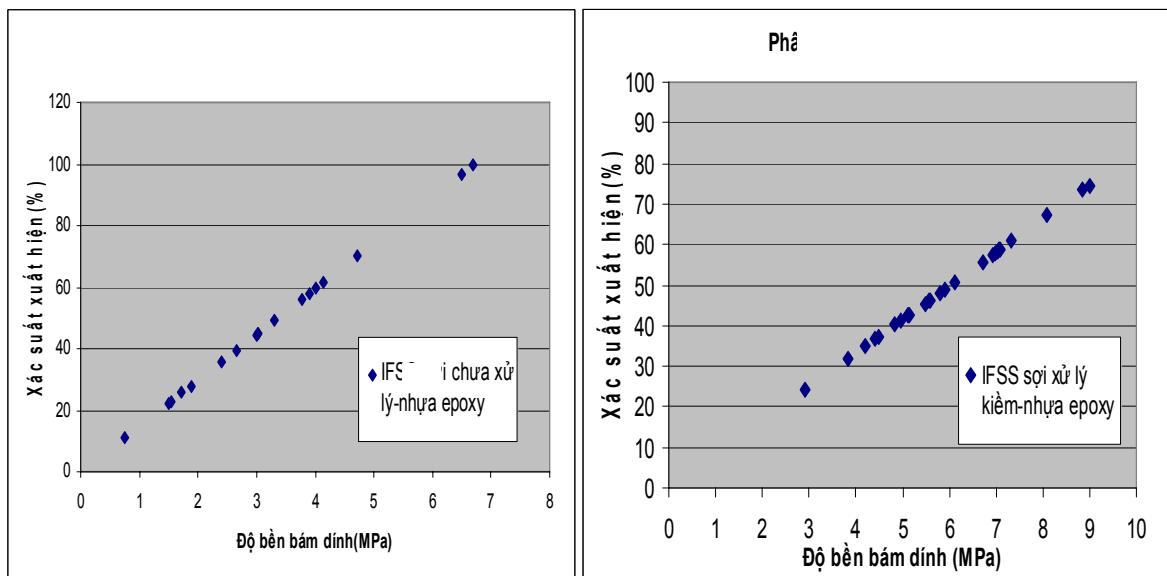
IFSS của sợi và nhựa nền có ý nghĩa quan trọng trong việc đánh giá hiệu quả quá trình xử lý sợi và dự đoán một số tính chất của vật liệu PC tạo thành. IFSS của sợi-nhựa càng cao thì tính chất cơ học của vật liệu composit nhận được càng tốt.

Để khảo sát ảnh hưởng của quá trình xử lý kiềm đến IFSS của sợi-nhựa epoxy đã tiến hành xử lý sợi ở nhiệt độ phòng với nồng độ dung dịch kiềm 0,1 N và thời gian xử lý 72 giờ, sau đó tạo mẫu với nhựa epoxy DER-331.

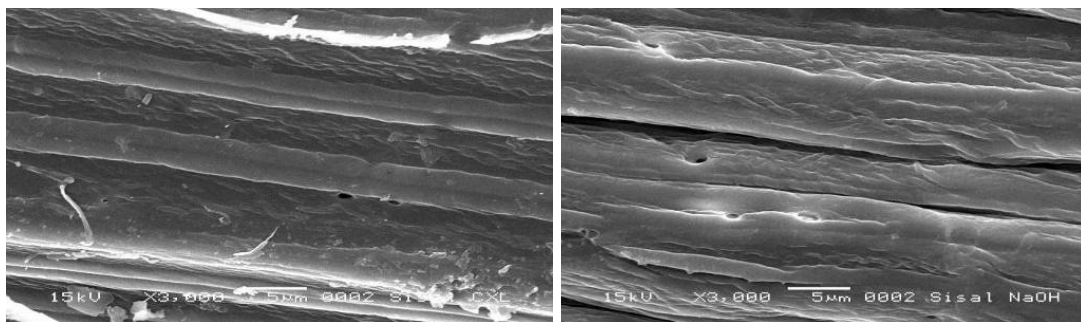
Kết quả về phân bố IFSS của sợi nhựa được trình bày trên hình 1.

Từ hình 1 cho thấy, IFSS của sợi-nhựa của sợi đã xử lý kiềm tập trung trong khoảng (4 - 7,8 MPa) cao hơn hẳn so với sợi chưa xử lý (1,5 - 4,5 MPa) và IFSS trung bình của sợi qua xử lý (6,3 MPa) tăng 94% so với sợi chưa xử lý (3,5 MPa).

Điều này có thể được giải thích qua ảnh chụp SEM của sợi đã và chưa xử lý (hình 2).



Hình 1: Phân bố độ bền bám dính sợi-nhựa của sợi dứa dại trước và sau khi xử lý kiềm



(a)

(b)

Hình 2: Ảnh SEM của sợi chưa xử lý (a) và xử lý kiềm (b)

Quan sát bề mặt sợi trước và sau khi xử lý nhận thấy xuất hiện các lỗ hốc, khe rãnh làm tăng bề mặt tiếp xúc sợi-nhựa và điều này dẫn đến tăng độ bền bám dính sợi-nhựa nền.

*Khảo sát ảnh hưởng của quá trình xử lý kiềm đến tính chất cơ học của vật liệu PC*

Để khảo sát ảnh hưởng của xử lý kiềm đến tính chất của vật liệu PC đã tiến hành chế tạo vật liệu PC trên cơ sở nhựa epoxydian gia cường tới đa 60% (theo khối lượng) sợi dứa dại. Kết quả

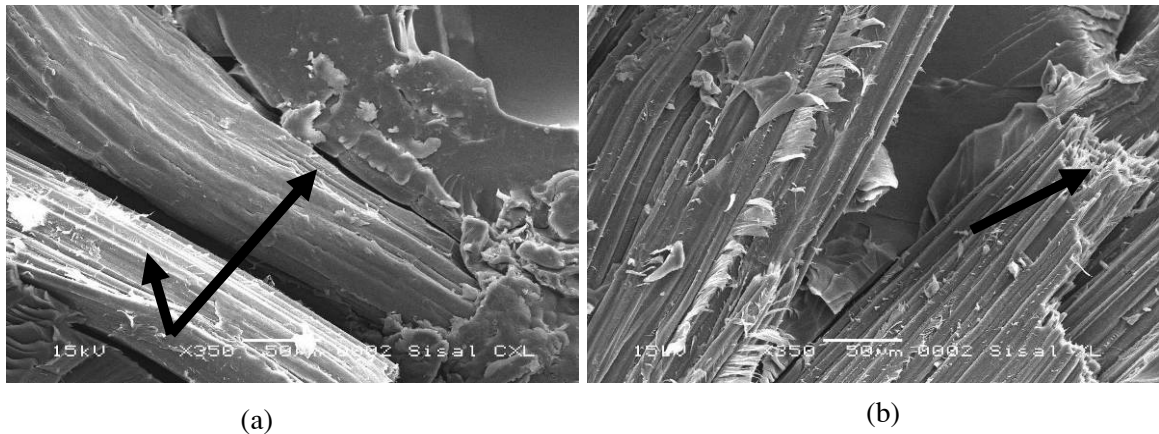
xác định tính chất cơ học được trình bày trên bảng 1.

Số liệu trên bảng 1 cho thấy vật liệu PC sợi dứa dại xử lý kiềm có tính chất cơ học cao hơn vật liệu PC sợi chưa xử lý. Mức độ tăng độ bền của vật liệu của sợi sau xử lý kiềm: độ bền kéo tăng 72%, độ bền uốn tăng 31%.

Tính chất cơ học của vật liệu PC của sợi sau xử lý kiềm tăng có thể lý giải qua ảnh SEM chụp bề mặt phá hủy vật liệu composit sợi dứa dại trước và sau khi xử lý kiềm ở hình 3.

*Bảng 1: Tính chất cơ học của vật liệu PC gia cường bằng sợi dứa dại*

Vật liệu PC	Độ bền kéo, MPa	Mô đun, GPa	Độ bền uốn, MPa	Mô đun uốn, GPa
Sợi dứa dại chưa xử lý	39,83	1,40	67,4	3,29
Sợi dứa dại đã xử lý kiềm	68,44	2,89	88,3	5,21



*Hình 3: Ảnh SEM chụp bề mặt phá hủy composit sợi chưa xử lý (a) và xử lý kiềm (b)*

Quan sát ảnh SEM (3a) và (3b) nhận thấy ở vật liệu PC với sợi chưa xử lý (3a), trên bề mặt phá hủy sợi dứa dại vẫn còn nguyên vẹn chứng tỏ liên kết kém giữa bề mặt sợi-nhựa. Đối với vật liệu PC gia cường bằng sợi đã xử lý, vật liệu bị phá hủy do sợi gia cường bị đứt gãy. Điều này minh chứng cho sự liên kết tốt giữa sợi với nhựa nền.

**2. Nghiên cứu chế tạo vật liệu PC gia cường bằng mat lai tạo dứa dại/thủy tinh**

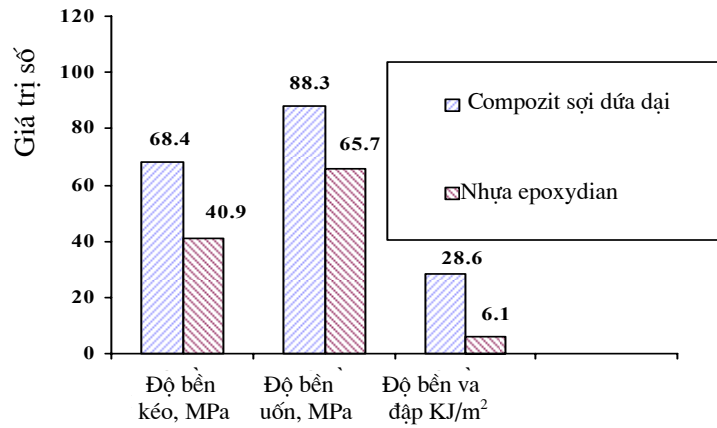
*Khảo sát khả năng gia cường của sợi dứa dại cho nhựa nền epoxy*

Để khảo sát khả năng gia cường của sợi dứa dại đã tiến hành chế tạo vật liệu PC trên cơ sở nhựa epoxy DER-331 và 60% (theo khối lượng) sợi dứa dại. Kết quả xác định tính chất cơ học của vật liệu PC và nhựa epoxy được trình bày trên hình 4.

Các số liệu nhận được trên hình 4 cho thấy sợi dứa dại có tác dụng gia cường cho nhựa nền

epoxy. Tính chất cơ học của vật liệu PC tăng đáng kể so với nhựa epoxy: Độ bền kéo tăng

68%, độ bền uốn tăng 35%, đặc biệt độ bền va đập tăng 369%.



Hình 4: Tính chất cơ học của nhựa epoxy và vật liệu PC

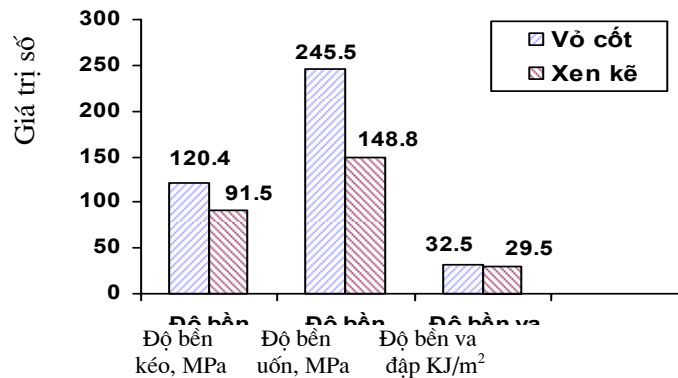
Khảo sát ảnh hưởng của cách sắp xếp mat đũa đại thủy tinh đến tính chất cơ học của vật liệu PC

Do khả năng tương hợp hạn chế giữa sợi thực vật và nhựa nên vật liệu PC sợi thực vật có tính năng cơ học chưa cao, ngoài ra độ hút ẩm lớn của sợi thực vật cũng hạn chế ứng dụng của chúng trong những kết cấu đòi hỏi tính năng cao và làm việc ngoài trời. Để khắc phục các nhược điểm trên đã tiến hành chế tạo vật liệu PC gia cường bằng mat lai tạo đũa đại/thủy tinh.

Để khảo sát ảnh hưởng của cách sắp xếp mat đũa đại/thủy tinh đến tính chất cơ học của vật liệu PC đã tiến hành chế tạo vật liệu PC trên

cơ sở nhựa epoxy DER-331 gia cường bằng 60% (theo khối lượng) mat với tỷ lệ mat đũa đại/thủy tinh: 50/50 theo cách sắp xếp vỏ cốt và xen kẽ. Kết quả xác định tính chất cơ học của vật liệu PC được trình bày trên hình 5.

Từ số liệu trên hình 5 nhận thấy tính chất cơ học của vật liệu PC lai tạo kiểu vỏ cốt vượt trội hơn hẳn so với composit chế tạo theo phương pháp xen kẽ khi ở cùng điều kiện gia công. Đặc biệt khả năng chịu uốn của vật liệu composit vỏ cốt cao hơn hẳn composit xen kẽ. Điều này có thể giải thích rằng khi chịu lực uốn thì phần bề mặt ngoài bao giờ cũng chịu lực uốn cao hơn phần bên trong.



Hình 5: Tính chất cơ học vật liệu PC lai tạo mat đũa đại/thủy tinh

Compozit vô-cốt có độ bền kéo và độ bền uốn tăng tương ứng là 32% và 65% so với compozit kiểu xen kẽ. Do đó, kiểu sắp xếp vô cốt được lựa chọn cho các nghiên cứu tiếp theo.

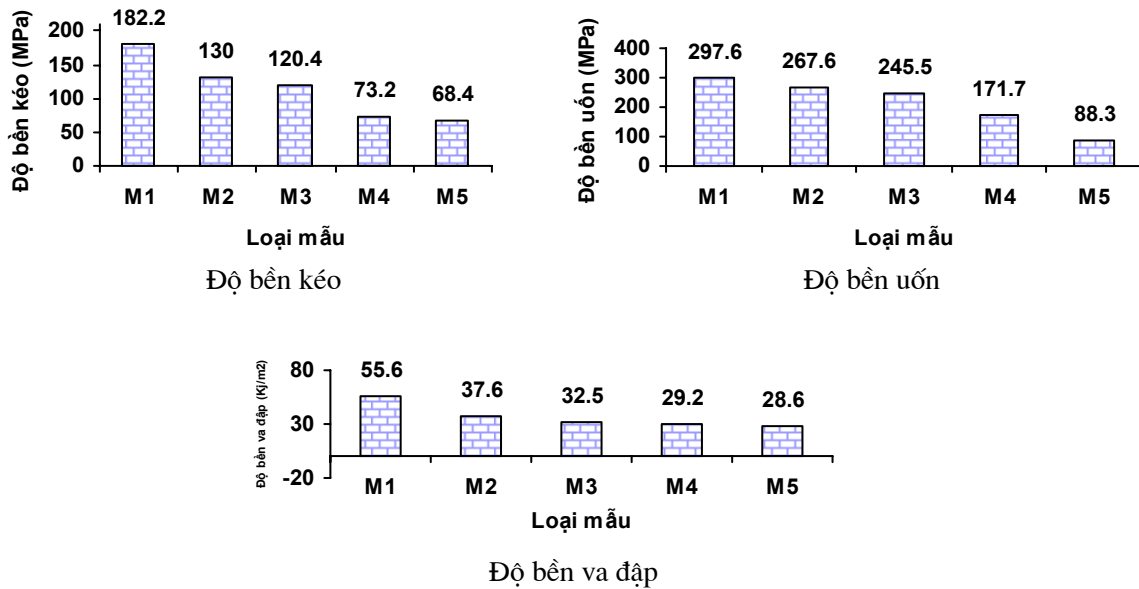
*Khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ mat đũa đại/ thủy tinh đến tính chất cơ học của vật liệu PC*

Để khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng mat đũa đại/thủy tinh đến tính chất cơ học của vật liệu PC đã tiến hành chế tạo vật liệu PC từ nhựa epoxy DER-331 gia cường 60% (khối lượng) mat lai tạo với các tỷ lệ mat đũa đại/thủy tinh thay đổi 25/75, 50/50 và 75/25 theo cấu trúc vô-cốt. Ký hiệu của các mẫu được trình bày ở bảng 2.

**Bảng 2:** Tỷ lệ khối lượng giữa mat đũa đại và mat thủy tinh

Mẫu	Hàm lượng mat (khối lượng)	
	Đũa đại	Thủy tinh
M1	0	100
M2	25	75
M3	50	50
M4	75	25
M5	100	0

Tính chất cơ học của vật liệu PC với các tỷ lệ mat đũa đại/thủy tinh khác nhau được trình bày trên hình 6.



**Hình 6:** Ảnh hưởng của hàm lượng mat đũa đại/thủy tinh đến tính chất cơ học của vật liệu PC

Kết quả xác định tính chất cơ học của vật liệu PC trên hình 6 cho thấy tính chất cơ học của vật liệu giảm khi tăng hàm lượng mat đũa đại. Ở tỷ lệ mat đũa đại/thủy tinh = 50/50 tính chất cơ học của vật liệu không giảm nhiều mà hàm lượng sợi mat đũa đại đạt khá cao.

Vật liệu composit có tỷ lệ sợi đũa đại/thủy tinh = 50/50 là lựa chọn tốt nhất để chế tạo vật liệu PC.

### 3. Khảo sát khả năng chịu nước của vật liệu PC

#### a) Khảo sát mức độ suy giảm tính chất của vật liệu PC sau khi ngâm nước

Một trong những tính chất sử dụng quan trọng của vật liệu PC là khả năng chịu ẩm và chịu nước. Để khảo sát mức độ suy giảm tính chất cơ học của vật liệu sau khi ngâm nước đã tiến hành chế tạo vật liệu PC từ nhựa epoxy DER-331 gia cường bằng 60% (khối lượng) mat lai tạo đũa đại/thủy tinh với tỷ lệ 50/50 theo phương pháp vô cốt.

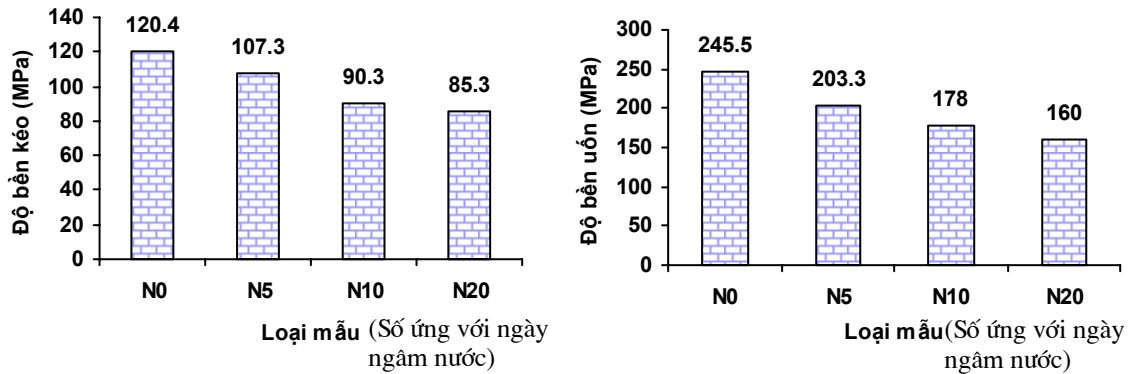
Sau khi để ổn định 7 ngày các mẫu vật liệu

được ngâm trong nước 5 (N5), 10 (N10) và 20 (N20) ngày, rồi xác định các tính chất cơ học.

Kết quả xác định tính chất cơ học trình bày trên hình 7 cho thấy độ bền kéo và độ bền uốn đều giảm sau khi ngâm nước và thời gian càng dài, mức độ suy giảm càng lớn: Độ bền kéo sau

5, 10, 20 ngày ngâm mẫu giảm tương ứng là 11, 25 và 29%; đối với độ bền uốn thì các con số đó là 17, 27 và 35%.

Điều này là do nước khuếch tán vào vật liệu làm sợi thực vật trương nở và làm giảm liên kết giữa sợi và nhựa nền.



Hình 7: Ảnh hưởng của thời gian ngâm nước đến độ bền kéo và độ bền uốn của vật liệu PC (No - mẫu không ngâm nước)

#### b) Khảo sát độ hấp thụ nước của vật liệu PC

Để khảo sát độ hấp thụ nước của vật liệu PC đã tiến hành chế tạo vật liệu PC từ nhựa epoxy DER-331 với 60% (theo khối lượng) mat dứa dại (1), mat thủy tinh (2), mat lai tạo dứa dại/thủy tinh (50/50) theo phương pháp vỏ cốt (3) và xen kẽ (4). Các mẫu được ngâm trong nước cất ở nhiệt độ phòng.

Kết quả xác định độ hấp thụ nước của các hệ vật liệu nói trên được trình bày trên hình 8.

Các số liệu trên hình 8 cho thấy độ hấp thụ nước của nhựa epoxy và PC gia cường bằng mat thủy tinh là thấp nhất, sau 28 ngày ngâm mẫu độ tăng khối lượng < 0,5%, trong khi đó PC với mat dứa dại tăng tới 8,5%. Thay thế 50% mat dứa dại bằng mat thủy tinh độ hấp thụ nước giảm đáng kể (còn khoảng 2,4%) và khi lai tạo theo phương pháp vỏ cốt, vật liệu có độ hấp thụ nước thấp hơn vật liệu lai tạo xen kẽ.

### IV - KẾT LUẬN

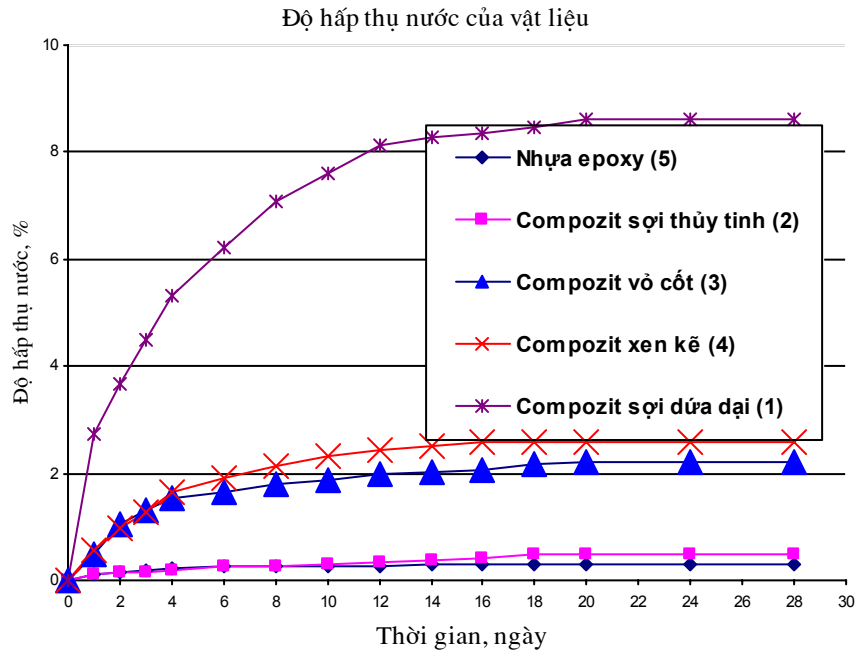
1. Đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của

phương pháp xử lý kiềm đến độ bám dính sợi-nhựa epoxy và tính chất cơ học của vật liệu PC. Kết quả là sau khi xử lý kiềm độ bền bám dính trung bình tăng từ 3,5 MPa lên 6,3 MPa, độ bền kéo tăng 72% và độ bền uốn tăng 31% so với vật liệu PC sợi chưa xử lý.

2. Đã khảo sát ảnh hưởng của cách sắp xếp mat lai tạo trong vật liệu PC và cho thấy cấu trúc kiểu vỏ cốt cho tính chất cơ học cao hơn (độ bền kéo cao hơn 32%, độ bền uốn cao hơn 65%) so với PC cấu trúc xen kẽ.

3. Khi lai tạo mat dứa dại/thủy tinh, hàm lượng mat dứa dại càng cao tính chất cơ học của vật liệu càng giảm. Tỷ lệ mat dứa dại/thủy tinh = 50/50 là tối ưu để chế tạo vật liệu PC.

4. Đã khảo sát khả năng chịu nước của vật liệu PC mat lai tạo dứa dại/thủy tinh với tỷ lệ 50/50 theo kiểu vỏ cốt và cho thấy tính chất cơ học suy giảm đáng kể sau 10 ngày ngâm mẫu trong nước. Khi thay thế 50% mat dứa dại bằng mat thủy tinh đã làm giảm 72% độ hấp thụ nước của vật liệu PC so với vật liệu PC chỉ gia cường bằng mat dứa dại.



Hình 8: Độ hấp thụ nước của vật liệu PC theo thời gian

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. A. K. Bledzki, J. Gassan. Prog. Polym. Sci., Vol. 24, 221 - 274 (1999).
2. Yan Li, Yiu Wing Mai, Lin Ye. Comp. Sci. Tech., Vol. 60(11), 2037 - 2055 (2000).
3. P. A. Sreekumar, Kuruvilla Joseph, G. Unnikrishnan, Sabu Thomas. Comp. Sci. Tech., Vol. 67(3&4), 453 - 461 (2007).
4. S. Mishra, A. K. Mohanty, L. T. Drzal, M. Misra, S. Parija. Comp. Sci. Tech., Vol. 63 (10), 1377 - 1385 (2003).
5. Abhijit P. Deshpande, M. Bhaskar Rao, C. Lakshmana Rao. J. App. Polym. Sci, Vol. 76, 83 - 92 (2000).
6. Nguyen Huy Tung, Hiroshi Yamamoto, Takashi Matsuoka and Toru Fujii. JSME International Journal, Vol. 47(4), Oct, 501-565 (2004).

Tác giả liên hệ: **Trần Vĩnh Diệu**

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