

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

PHẠM THỊ KHÁNH CHI

**NGHIÊN CỨU VÀ PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, TÍNH
CHẤT CỦA SẢN PHẨM KHÂU MẠCH NHỰA
EXPOXY BIẾN TÍNH DẦU HẠT CÂY ĐEN BẰNG
POLYISOXYANAT**

HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: TS.ĐÀM XUÂN THẮNG

THÁI NGUYÊN 2018

LỜI CẢM ƠN

Với tấm lòng trân trọng và biết ơn sâu sắc em chân thành cảm ơn TS. Đàm Xuân Thắng đã dành nhiều thời gian, tận tình hướng dẫn nghiên cứu và giúp đỡ tôi trong quá trình thực hiện luận văn.

Em trân trọng cảm ơn các thầy giáo, cô giáo trong Khoa Hóa học, trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên, Tập thể cán bộ Phòng Vật liệu cao su và dầu nhựa thiên nhiên - Viện Kỹ thuật nhiệt đới, Ban giám hiệu Trường THCS Võ Thị Sáu, Lê Chân, Hải Phòng cũng các anh chị học viên cao học K10B, bạn bè và người thân đã luôn động viên, giúp đỡ và tạo mọi điều kiện thuận lợi cho em hoàn thành luận văn.

Mặc dù tôi đã có nhiều cố gắng hoàn thiện luận văn này bằng tất cả năng lực và sự nhiệt tình của mình, tuy nhiên không thể tránh khỏi những thiếu sót. Rất mong nhận được những sự đóng góp quý báu của quý thầy cô và các bạn.

Em xin chân thành cảm ơn!

Học viên

Phạm Thị Khánh Chi

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đề tài luận văn “*Nghiên cứu và phân tích cấu trúc, tính chất của sản phẩm khâu mạch nhựa epoxy biến tính từ dầu hạt cây đen bằng polyisoxianat*” là do tôi thực hiện dưới sự hướng dẫn khoa học của TS. Đàm Xuân Thắng. Các số liệu, kết quả trình bày trong luận án là trung thực và chưa được ai công bố trong bất kỳ công trình khoa học nào khác.

Tác giả luận văn

Phạm Thị Khánh Chi

MỤC LỤC

MỞ ĐẦU	1
<i>1.1. Tính cấp thiết của đề tài luận văn</i>	<i>1</i>
<i>1.2. Mục đích nghiên cứu</i>	<i>2</i>
<i>1.3. Đối tượng nghiên cứu.....</i>	<i>3</i>
<i>1.4. Nhiệm vụ nghiên cứu của đề tài</i>	<i>3</i>
<i>1.5. Phương pháp tiến hành nghiên cứu</i>	<i>3</i>
Chương 1. TỔNG QUAN	4
<i>1.1. Lịch sử nghiên cứu, phát triển các hợp chất epoxy</i>	<i>4</i>
1.1.1. Lịch sử nghiên cứu, phát triển	4
1.1.2. Phân loại hợp chất epoxy	5
<i>2.2. Một số phương pháp tổng hợp các hợp chất epoxy</i>	<i>7</i>
2.2.1. Từ epichlorohydrin	7
2.2.2. Epoxy hoá anken.....	8
<i>2.3. Giới thiệu về nhựa epoxy biến tính dầu thực vật</i>	<i>10</i>
<i>2.4. Tính chất hoá học của nhựa epoxy</i>	<i>11</i>
2.4.1. Cấu tạo hoá học của nhựa epoxy	11
2.4.2. Tính chất hoá học của nhựa epoxy	12
<i>2.5. Khâu mạch các hợp chất epoxy bằng các isocyanat đa chức.....</i>	<i>14</i>
2.5.1. Khâu mạch nhựa epoxy	14
2.5.2. Khâu mạch nhựa epoxy biến tính dầu thực vật	16
Chương 2. THỰC NGHIỆM.....	19

2.1. Nguyên liệu, hóa chất.....	19
2.2. Tạo mẫu nghiên cứu.....	19
2.2.1. Tạo hệ khâu mạch nhựa epoxy biến tính dầu hạt cây đen bằng polyisoxyanat ở nhiệt độ thường.....	19
2.2.2. Tạo hệ khâu mạch nhựa epoxy biến tính dầu hạt cây đen bằng polyisoxyanat ở nhiệt độ cao	20
2.3. Khâu mạch.....	22
2.4. Phương pháp phân tích, thử nghiệm	22
2.4.1. Phương pháp phân tích phổ hồng ngoại	22
2.4.2. Phân tích nhiệt.....	23
2.4.3. Xác định phần gel, độ trương	24
2.4.4. Xác định các tính chất cơ lý.....	24
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	26
3.1. Nghiên cứu phản ứng khâu mạch nhựa epoxy biến tính dầu hạt cây đen bằng polyisoxyanat ở nhiệt độ thường	26
3.1.1. Nghiên cứu phổ hồng ngoại trong quá trình khâu mạch	26
3.1.2. Nghiên cứu biến đổi các nhóm định chức trong quá trình khâu mạch	28
3.1.3. Phân tích một số tính chất của sản phẩm quá trình khâu mạch	31
3.2. Nghiên cứu phản ứng khâu mạch nhựa epoxy biến tính dầu hạt cây đen bằng polyisoxyanat ở nhiệt độ cao	34
3.2.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ tới phản ứng khâu mạch nhựa epoxy biến tính dầu hạt cây đen bằng polyisoxyanat	34

3.2.2. Phân tích ảnh hưởng của tỷ lệ các hợp phần tới phản ứng khâu mạch nhựa epoxy biến tính dầu hạt cây đen ở nhiệt độ cao.....	43
KẾT LUẬN	51
TÀI LIỆU THAM KHẢO	52
PHỤ LỤC	56

BẢNG CHỮ VIẾT TẮT

DGEBA	: Diglyxydyl ete bisphenol A
DHCĐ	: Dầu hạt cây đen
DHCĐE	: Dầu hạt cây đen epoxy hóa
DĐE	: Dầu đậu epoxy hóa
TGA	: Phân tích nhiệt khối lượng

DANH MỤC HÌNH VẼ, ĐỒ THỊ

		Trang
Hình 3.1.	Phổ hồng ngoại của DHCĐE (a), PI (b), màng trên cơ sở PI và DHCĐE trước (c) và sau 160 giờ khô mạch ở nhiệt độ thường (d).	26
Hình 3.2.	Biến đổi hàm lượng nhóm isoxyanat trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở nhiệt độ thường.	28
Hình 3.3.	Biến đổi hàm lượng nhóm hydroxyl trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở nhiệt độ thường.	29
Hình 3.4.	Biến đổi tỷ số mật độ quang của nhóm amit trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở nhiệt độ thường.	30
Hình 3.5.	Biến đổi hàm lượng nhóm epoxy trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở nhiệt độ thường.	31
Hình 3.6.	Biến đổi độ cứng tương đối trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở nhiệt độ thường.	32
Hình 3.7.	Giản đồ phân tích nhiệt TGA và DTG của hệ PI/DHCĐE = 60/40 ở nhiệt độ thường.	33
Hình 3.8.	Phổ hồng ngoại của DHCĐE (a), PI (b), màng trên cơ sở PI và DHCĐE trước (c) và sau 150 phút khô mạch (d) ở 160°C.	35
Hình 3.9.	Ảnh hưởng của nhiệt độ đến biến đổi hàm lượng nhóm hydroxyl trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE = 40/60.	37
Hình 3.10.	Ảnh hưởng của nhiệt độ đến biến đổi hàm lượng nhóm isoxyanat trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE = 40/60.	38
Hình 3.11.	Ảnh hưởng của nhiệt độ đến biến đổi hàm lượng nhóm amit trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE = 40/60.	39

Hình 3.12.	Ảnh hưởng của nhiệt độ đến biến đổi hàm lượng nhóm epoxy trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE = 40/60.	40
Hình 3.13.	Biến đổi độ cứng tương đối của màng trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE = 40/60.	41
Hình 3.14.	Biến đổi hàm lượng nhóm isoxyanat trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở 160°C.	44
Hình 3.15.	Biến đổi hàm lượng nhóm hydroxyl trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở 160°C.	45
Hình 3.16.	Biến đổi tỷ số mật độ quang của nhóm amit trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở 160°C.	46
Hình 3.17.	Biến đổi hàm lượng nhóm epoxy trong quá trình phản ứng của hệ PI/DHCĐE ở 160°C.	47
Hình 3.18.	Biến đổi độ cứng tương đối trong quá trình phản ứng của màng phủ trên cơ sở PI/DHCĐE ở 160°C.	48

DANH MỤC BẢNG, BIỂU

		Trang
Bảng 1.1.	Hàm lượng nhóm epoxy của một số nhựa biến tính.	11
Bảng 2.1.	Tỷ lệ khối lượng các hợp phần của hệ PI/EDHCĐ ở nhiệt độ thường	20
Bảng 2.2.	Tỷ lệ khối lượng các hợp phần của hệ PI/DHCĐE ở các nhiệt độ khác nhau	21
Bảng 2.3.	Tỷ lệ khối lượng các hợp phần của hệ PI/DHCĐE	21
Bảng 3.1.	Biến đổi các hấp thụ đặc trưng cho các nhóm định chức của hệ khâu mạch PI/ DHCĐE trên phổ hồng ngoại trong quá trình khâu mạch ở nhiệt độ thường.	27
Bảng 3.2.	Một số tính chất của sản phẩm khâu mạch trên cơ sở PI/DHCĐE ở nhiệt độ thường.	34
Bảng 3.3.	Biến đổi các hấp thụ đặc trưng cho các nhóm định chức của hệ khâu mạch PI/DHCĐE trên phổ hồng ngoại trong quá trình khâu mạch ở 160°C.	36
Bảng 3.4.	Một số tính chất của sản phẩm khâu mạch trên cơ sở PI/EDV ở nhiệt độ cao.	42
Bảng 3.5.	Một số tính chất của sản phẩm khâu mạch trên cơ sở PI/DHCĐE ở 160°C.	50