

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

NGUYỄN THỊ BÍCH NGỌC

**NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC CỦA VẬT
LIỆU COMPOZIT CACBON - HẮC ÍN
VÀ ỨNG DỤNG**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2019

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THỊ BÍCH NGỌC

**NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC CỦA VẬT
LIỆU COMPOZIT CACBON - HẮC ÍN
VÀ ỨNG DỤNG**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 8440118

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: *TS. Vũ Minh Thành*

THÁI NGUYÊN - 2019

LỜI CẢM ƠN

Để thực hiện và hoàn thành đề tài luận văn này, tôi đã nhận được sự hỗ trợ, giúp đỡ từ nhiều cơ quan và cá nhân. Với lòng biết ơn sâu sắc cho phép tôi gửi lời cảm ơn chân thành nhất tới:

Viện Khoa học và Công nghệ quân sự, đã tạo điều kiện về trang thiết bị, phòng thí nghiệm, tài liệu nghiên cứu trong quá trình thực hiện đề tài cùng các thầy giáo, cô giáo đã tham gia giảng dạy lớp CH Hóa phân tích K11C2 - Trường Đại học khoa học, Đại học Thái Nguyên đã tận tình chỉ dạy và tạo điều kiện giúp đỡ tôi trong quá trình học tập, nghiên cứu và hoàn thành luận văn.

Đặc biệt tôi xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc đến **TS. Vũ Minh Thành** – Trưởng phòng Hóa lý, Viện Hóa học - Vật liệu, Viện Khoa học và Công nghệ quân sự đã dành nhiều thời gian, công sức hướng dẫn tận tình đầy trách nhiệm để tôi hoàn thành luận văn này.

Cuối cùng Cảm ơn gia đình, bạn bè và đồng nghiệp đã luôn khích lệ, động viên và giúp đỡ tôi trong quá trình học tập và nghiên cứu.

Mặc dù đã cố gắng rất nhiều, nhưng luận văn không tránh khỏi những thiếu sót. Kính mong nhận được sự thông cảm và đóng góp ý kiến của các thầy cô giáo để luận văn được hoàn chỉnh và ý nghĩa hơn.

Xin chân thành cảm ơn!

Thái Nguyên, tháng 06 năm 2019

Tác giả luận văn

Nguyễn Thị Bích Ngọc

MỤC LỤC

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VIẾT TẮT	a
DANH MỤC CÁC HÌNH	b
DANH MỤC CÁC BẢNG BIỂU	d
DANH MỤC PHỤ LỤC	e
MỞ ĐẦU	1
CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN	3
1.1. Các phương pháp nghiên cứu đặc trưng, cấu trúc của vật liệu.....	3
1.1.1. Phương pháp cân thủy tĩnh.....	3
1.1.2. Phương pháp chụp ảnh hiển vi điện tử quét kết hợp phổ tán sắc năng lượng tia X (SEM – EDX)	3
1.1.3. Phương pháp nhiễu xạ tia X.....	5
1.1.4. Phương pháp phân tích phổ hồng ngoại Fourier biến đổi đều (FTIR).....	7
1.1.5. Phương pháp phân tích nhiệt khối lượng	7
1.1.6. Phương pháp đánh giá khả năng cách nhiệt của vật liệu	8
1.2. Tổng quan về vật liệu composit cacbon - hấp ín	11
1.2.1. Giới thiệu chung.....	11
1.2.2. Nguyên liệu chế tạo composit cacbon - hấp ín	12
1.2.3. Phương pháp chế tạo vật liệu composit cacbon - hấp ín.....	18
1.2.4. Ứng dụng của vật liệu composit cacbon – hấp ín	20
CHƯƠNG 2. THỰC NGHIỆM	23
2.1. Đối tượng, nội dung nghiên cứu	23
2.2. Nguyên liệu, hóa chất, thiết bị sử dụng.....	23
2.2.1. Nguyên liệu, hóa chất.....	23
2.2.2. Thiết bị	23
2.3. Quy trình thực nghiệm	25
2.3.1. Phân tích đặc trưng tính chất của nguyên liệu chế tạo.....	25

2.3.2. Phân tích ảnh hưởng của quá trình chế tạo phôi tới tính chất vật liệu compozit cacbon – hắc ín.....	26
2.3.3. Phân tích ảnh hưởng của công nghệ thấm hắc ín đến tính chất vật liệu compozit cacbon – hắc ín.....	27
CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	29
3.1. Phân tích tính chất của nguyên liệu ban đầu.....	29
3.1.1. Vải cacbon.....	29
3.1.2. Nhựa novolac	31
3.1.3. Bột graphit.....	34
3.1.4. Hắc ín	35
3.2. Phân tích chế tạo phôi composít cacbon - hắc ín.....	43
3.2.1. Thiết lập quy trình ép mẫu	43
3.2.2. Ảnh hưởng của hàm lượng nguyên liệu phối trộn	46
3.2.3. Ảnh hưởng của công nghệ ép mẫu.....	47
3.3. Phân tích ảnh hưởng của công nghệ thấm hắc ín đến tính chất vật liệu compozit cacbon – hắc ín.....	49
3.3.1. Ảnh hưởng của cấu trúc mẫu ban đầu.....	49
3.3.2. Ảnh hưởng của số chu kỳ thấm hắc ín.....	52
3.4. Phân tích cấu trúc, tính chất của composít cacbon - hắc ín hoàn thiện ...	54
3.4.1. Phân tích cấu trúc	54
3.4.2. Phân tích tính chất.....	55
KẾT LUẬN	57
TÀI LIỆU THAM KHẢO	59
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VIẾT TẮT

	<i>Chữ viết tắt</i>	<i>Ý nghĩa</i>
% vol	% volume	Phần trăm thể tích
% wt	% weight	Phần trăm khối lượng
ASTM	Association for Testing Materials	Hiệp hội Vật liệu thử nghiệm quốc tế Mỹ
CCC	Compozit cacbon - cacbon	Vật liệu composit cacbon - cacbon
CCH	Compozit cacbon - hắc ín	Vật liệu composit cacbon - hắc ín
CCP	Compozit cacbon - phenolic	Vật liệu composit cacbon – phenolic
DSC	Differential Scanning Calorimetry	Phân tích quét nhiệt lượng vi sai
DTA	Differential thermal analysis	Phân tích nhiệt vi sai
EDX	Energy-dispersive X-ray spectroscopy	Phổ tán sắc năng lượng tia X
FE-SEM	Field Emission Scanning Electron Microscopy	Kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường
FTIR	Fouriertransform infrared spectroscopy	Phổ hồng ngoại biến đổi đều Fourier
ICTAC	International Confederation for Thermal Analysis and Calorimetry	Hiệp hội quốc tế về phân tích nhiệt và đo nhiệt lượng
PAN	Polyacrylonitrile	Sợi polyacrylonitril
PAHs	Polycyclic Aromatic Hydrocabons	Thành phần của hắc ín
PF	Phenolformaldehyd	Nhựa phenolformandehit
PA	Pure Analysis	Tinh khiết phân tích
SEM	Scanning Electron Microscope	Kính hiển vi điện tử quét
TGA	Thermogravimetric analysis	Phân tích nhiệt khối lượng
XRD	X-ray Diffraction	Phổ nhiễu xạ tia Ronghen (X - Ray)

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Sơ đồ nguyên lý phương pháp ảnh hiển vi điện tử quét	5
Hình 1.2. Sơ đồ nguyên lý của nhiễu xạ tia X.	6
Hình 1.3. Nguyên lý thiết bị TGA.	8
Hình 1.4. Sơ đồ mô phỏng phương án bố trí thử nghiệm khả năng cách nhiệt của vật liệu CCH.....	9
Hình 1.5. Giảm đồ nhiệt độ của ngọn lửa đèn khò oxy – axetylen.....	10
Hình 1.6. Cấu trúc sợi cacbon được đan dệt theo các hướng khác nhau [9] ..	11
Hình 1.7. Tương quan giữa giới hạn độ bền kéo σ_B và mô đun đàn hồi E của sợi cacbon trên cơ sở sợi xenlulôzơ	12
Hình 1.8. Sự phụ thuộc của giới hạn bền kéo σ_B và mô đun đàn hồi của sợi cacbon trên cơ sở hắc ín vào nhiệt độ xử lý nhiệt	13
Hình 1.9. Vải cacbon được sản xuất từ sợi PAN	14
Hình 1.10. Hắc ín để chế tạo vật liệu CCH.....	14
Hình 1.11. Một số Polycyclic aromatic hydrocarbons [12]	15
Hình 1.12. Công thức tổng quát của nhựa phenolic.....	17
Hình 1.13. Hình ảnh nhựa nền novolac	17
Hình 1.14. Ứng dụng của vật liệu compozit cacbon - hắc ín.....	20
Hình 1.15. Các chi tiết trong lò nung nhiệt độ cao làm từ vật liệu CCC.....	22
Hình 1.16. Bộ phận loa phụt làm từ vật liệu CCC.....	22
Hình 3.1. Phổ X-ray của vải cacbon: a) T500, b) vải Cacbon Trung Quốc M1, c) vải Cacbon Trung Quốc M2.....	30
Hình 3.2. Ảnh SEM mẫu vải cacbon T500 trước và sau xử lý nhiệt.....	31
Hình 3.3. Giảm đồ phân tích nhiệt mẫu nhựa PF trong môi trường N ₂ , với tốc độ nâng nhiệt 20 °C/phút, đến 1200 °C	32
Hình 3.4. Sơ đồ quá trình nhiệt phân phi CCH ban đầu	34
Hình 3.5. Giảm đồ phân bố kích cỡ hạt của bột graphit	34
Hình 3.6. Phổ XRD của mẫu bột graphit	35

Hình 3.7. Giảm đồ phân tích nhiệt vi sai của mẫu hắc ín	36
Hình 3.8. Giảm đồ X-ray mẫu hắc ín sau khi cacbon hóa	37
Hình 3.9. Giảm đồ X-ray mẫu hắc ín sau khi xử lý nhiệt ở 2200°C.....	37
Hình 3.10. Giảm đồ X-ray mẫu hắc ín sau khi xử lý nhiệt ở 2700°C.....	38
Hình 3.11. Phổ IR của mẫu hắc ín ban đầu.....	39
Hình 3.12. Phổ EDX mẫu hắc ín trước và sau oxy hóa 1, 3 và 5 giờ.....	40
Hình 3.13. Sự thay đổi của hàm lượng oxy của hắc ín theo thời gian oxy hóa ..	41
Hình 3.14. Kết quả DSC của hắc ín trước khi oxy hóa.....	42
Hình 3.15. Kết quả DSC của hắc ín sau oxy hóa 5 giờ.....	42
Hình 3.16. Giảm đồ phân tích nhiệt TGA mẫu composit.....	43
Hình 3.17. Phản ứng của nhựa novolac với tác nhân đóng rắn urotropin	44
Hình 3.18. Giảm đồ ép chế tạo mẫu composit cacbon - phenolic	45
Hình 3.19. Ảnh hưởng của hàm lượng nguyên liệu phối trộn đến đặc trưng tính chất của vật liệu CCH sau giai đoạn ép.....	47
Hình 3.20. Ảnh SEM của hai mẫu phối CCH có cấu trúc vải khác nhau.....	49
Hình 3.21. Ảnh hưởng của cấu trúc vải đến một số tính chất của mẫu CCH sau quá trình thấm hắc ín và cacbon hóa	51
Hình 3.22. Ảnh hưởng của số chu kỳ thấm hắc ín đến tính chất vật liệu CCH..	53
Hình 3.23. Ảnh SEM của mẫu CCH qua các giai đoạn.....	55
Hình 3.24. Mô phỏng hệ thống thử khả năng cách nhiệt của vật liệu	56

DANH MỤC CÁC BẢNG BIỂU

Bảng 1.1. Thành phần chính trong hắc ín than đá [13, 14].....	16
Bảng 3.1. Một số thông số kỹ thuật của nhựa nền phenolic dạng novolac	32
Bảng 3.2. Thành phần trong mẫu hắc ín trước và sau oxy hóa 1, 3 và 5 giờ..	40
Bảng 3.3. Ảnh hưởng của hàm lượng nguyên liệu phối trộn đến một số tính chất của mẫu CCH trước khi cacbon hóa.....	46
Bảng 3.4. Ảnh hưởng của áp lực ép đến tính chất mẫu composit	48
Bảng 3.5. Ảnh hưởng của áp lực ép đến tính chất mẫu sau cacbon hóa.....	48
Bảng 3.6. Ảnh hưởng của cấu trúc vải đến hàm lượng cốc hóa của mẫu CCH sau quá trình thấm hắc ín và cacbon hóa	50
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của cấu trúc vải đến mật độ và độ xốp của mẫu CCH sau quá trình thấm hắc ín và cacbon hóa	51
Bảng 3.8. Ảnh hưởng của số chu kỳ thấm hắc ín đến tính chất vật liệu CCH53	
Bảng 3.9. Kết quả thử độ cách nhiệt của vật liệu.....	56

DANH MỤC PHỤ LỤC

Phụ lục 1. Phổ X-ray của vải cacbon: T500 của Nhật Bản.....	62
Phụ lục 2. Phổ X-ray của vải Cacbon Trung Quốc M1	62
Phụ lục 3. Phổ X-ray của vải Cacbon Trung Quốc M2	63
Phụ lục 4. Ảnh SEM mẫu vải cacbon T500 trước và sau xử lý nhiệt.....	63
Phụ lục 5. Giảm đồ phân tích nhiệt mẫu nhựa PF trong môi trường N ₂ , với tốc độ nâng nhiệt 20 °C/phút, đến 1200 °C	64
Phụ lục 6. Phổ XRD của mẫu bột graphit	64
Phụ lục 7. Giảm đồ phân tích nhiệt vi sai của mẫu hắc ín	65
Phụ lục 8. Giảm đồ X-ray mẫu hắc ín sau khi cacbon hóa	65
Phụ lục 9. Giảm đồ X-ray mẫu hắc ín sau khi xử lý nhiệt ở 2200°C.....	66
Phụ lục 10. Giảm đồ X-ray mẫu hắc ín sau khi xử lý nhiệt ở 2700°C.....	66
Phụ lục 11. Phổ IR của mẫu hắc ín ban đầu.....	67
Phụ lục 12. Phổ EDX mẫu hắc ín trước oxy hóa	67
Phụ lục 13. Phổ EDX mẫu hắc ín sau oxy hóa 1 giờ	68
Phụ lục 14. Phổ EDX mẫu hắc ín sau oxy hóa 3 giờ	68
Phụ lục 15. Phổ EDX mẫu hắc ín sau oxy 5 giờ.....	69
Phụ lục 16. Kết quả DSC của hắc ín trước khi oxy hóa	69
Phụ lục 17. Kết quả DSC của hắc ín sau oxy hóa 5 giờ.....	70
Phụ lục 18. Giảm đồ phân tích nhiệt TGA mẫu composit.....	70
Phụ lục 19. Ảnh SEM của hai mẫu phôi CCH có cấu trúc vải khác nhau.....	71
Phụ lục 20. Ảnh SEM của mẫu CCH sau chu kì 1 và 2.....	71
Phụ lục 21. Ảnh SEM của mẫu CCH sau chu kỳ 3 và sau graphit hóa	72