ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VI THỊ CHUYÊN

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC VÀ TÍNH CHẤT CỦA VẬT LIỆU ĐIỆN LI Ở DẠNG KEO TRÊN CƠ SỞ OXIT SILIC SỬ DỤNG CÁC PHỤ GIA HỮU CƠ

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2020

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VI THỊ CHUYÊN

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC VÀ TÍNH CHẤT CỦA VẬT LIỆU ĐIỆN LI Ở DẠNG KEO TRÊN CƠ SỞ OXIT SILIC SỬ DỤNG CÁC PHỤ GIA HỮU CƠ

Chuyên ngành: Hóa Phân tích

Mã số: 8.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: 1. PGS.TS. Phan Thị Bình

2. TS Bùi Minh Quý

THÁI NGUYÊN - 2020

LỜI CẢM ƠN

Trong thời gian thực hiện nghiên cứu này tôi nhận thấy mình là người thật may mắn được dìu dắt bởi các thầy cô – các học giả uyên bác trong các lĩnh vực nghiên cứu.

Em muốn bầy tỏ sự kính trọng và lời cảm ơn sâu sắc tới **PGS.TS. Phan Thị Bình** và **TS. Bùi Minh Quý** - hai người thầy đã luôn sẵn sàng dành tất cả tâm huyết và nguồn lực cho học trò của mình là tôi vì sự thành công của nghiên cứu.

Tôi xin trân trọng gửi lời cảm ơn đến TS. Mai Thị Thanh Thùy, ThS. Nguyễn Thị Vân Anh, ThS. Mai Thị Xuân là các cán bộ nghiên cứu phòng Điện hóa ứng dụng – Viện Hóa Học - Viện hàn lâm khoa học và công nghệ Việt Nam,

Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn chân thành tới tập thể các thầy, cô giáo Khoa Hóa học - Trường Đại học Khoa học – Đại học Thái Nguyên đã quan tâm tạo điều kiện giúp đỡ tôi trong quá trình học tập và hoàn chỉnh luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn sự động viên, giúp đỡ của gia đình, bạn bè và đồng nghiệp.

Tôi xin chân thành cảm ơn!

Tác giả luận văn

Vi Thị Chuyên

MỤC LỤC

Nội dung	Trang
THÔNG TIN CHUNG	i-vii
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	3
1.1. Cơ chế hình thành điện li keo trên cơ sở oxit silic	3
1.1.1. Khái niệm về điện li keo	3
1.1.2.Cơ chế hình thành điện li keo trên cơ sở oxit silic	3
1.2. Phản ứng tạo keo trên cơ sở oxit silic	4
1.3. Một số yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chế tạo điện li keo	4
1.4. Ứng dụng của điện li keo trên cơ sở oxit silic trong ắc qui chì axít	10
1.5. Điện li keo trên cơ sở oxit silic sử dụng phụ gia hữu cơ tạo keo	12
1.5.1. Tình hình nghiên cứu trên thế giới	12
1.5.2. Tình hình nghiên cứu ở trong nước	14
1.5.3. Phụ gia tạo keo sử dụng trong luận văn	15
1.6.. Phương pháp nghiên cứu	18
1.6.1. Đánh giá trạng thái vật lý của điện li keo	18
1.6.2. Phương pháp đo tổng trở	18
1.6.3. Phương pháp quét thế tuần hoàn	20
1.6.4. Phương pháp phân tích hồng ngoại FTIR	21
1.6.5. Phương pháp nhiễu xạ tia X (X-Ray)	21
1.6.6. Phương pháp phân tích ảnh SEM	22
1.6.7. Phương pháp phân tích nhiệt TGA	22
Chương 2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU VÀ THỰC NGHIỆM	18
2.1. Hóa chất – Dụng cụ	23
2.1.1. Hóa chất	23

2.1.2. Dụng cụ và thiết bị	23
2.2. Tổng hợp vật liệu chất điện li keo	
2.3. Chuẩn bị các phép đo phân tích điện hóa	28
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	29
3.1. Trạng thái vật lý của điện li keo	29
3.2. Xác định độ dẫn điện ion	30
3.3. Nghiên cứu sự khuếch tán của ion HSO_4^- trong môi trường điện li	32
3.4. Kết quả phân tích hồng ngoại FTIR	36
3.5. Kết quả phân tích nhiễu xạ tia X	38
3.6. Phân tích ảnh SEM	39
3.7. Kết quả phân tích tích nhiệt	40
KẾT LUẬN	43
TÀI LIỆU THAM KHẢO	44

DANH MỤC CÁC TỪ VIẾT TẮT

PPG:	Phụ gia hữu cơ polypropylen Glycol
PAM:	Phụ gia hữu cơ polyacrylamid
FTIR:	Phương pháp quang phổ biến đổi hồng ngoại Fourier
SEM:	Kính hiển vi điện tử quét
VA:	Vanilin
PMMA:	polymetyl metacrylat
PPY:	polyyrol
PASP:	Polyaspartat natri
PANi:	polyanilin
PAG:	polyalkylen glycol
NFS:	Nano fumed silica

DANH MỤC BẢNG BIỂU

Nội dung	Trang
Bảng 1.1.Cấu trúc của điện li keo là hàm của nồng độ silica	7
Bảng 2.1. Các thông tin về điều kiện đầu vào khi chế tạo điện li keo	26
Bảng 3.1. Trạng thái vật lý của điện li keo chứa các phụ gia tạo keo khác nhau	29
Bảng 3.2. Độ dẫn điện ion của điện li keo sử dụng chất tạo keo khác	31
Bảng 3.3. Các thông số xác định từ đồ thị trên hình 3.3	35
Bảng 3.4. Phân tích phổ FTIR của điện li keo sử dụng (a) PAM 0,2 wt%, (b) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt%, (c) PAM 0,2 wt% & NFS0,6wt%, (d) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt% & NFS 0,6 wt%	38
Bảng 3.5. Các thông số trong phân tích nhiệt từ hình 3.7 của điện li keo sử dụng phụ gia khác nhau (1) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt% & NFS 0,6 wt%,(2) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt%, (3) PAM 0,2 wt% & NFS 0,6 wt%,(4) PAM 0,2 wt%	42

DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ

Nội dung	Trang
Hình 1.1. Cầu mixen của SiO_2	3
Hình 1.2. Mô phỏng sự hấp phụ nước trên bề oxit silic SiO_2	4
Hình 1.3. Sự tương tác lẫn nhau giữa các hạt SiO_2	5
Hình 1.4. Mô tả cấu trúc kết hợp của điện li keo	6
Hình 1.5. Độ dốc của đường thẳng i_p phụ thuộc căn bậc hai của tốc độ quét thế	8
Hình 1.6. Phổ quét thế tuần hoàn của điện cực chì trong môi trường điện li chứa nồng độ F-SiO_2 khác nhau (a) và mối quan hệ dòng điện với nồng độ F-SiO_2 (b)	9
Hình 1.7. Mô phỏng quá trình hoạt động trong ắc quy chì kín khí sử dụng điện li keo	11
Hình 1.8. Sơ đồ cấu trúc của điện li keo (a) không có chất phụ gia và (b) bổ sung 1 wt.% pentaerytritol	12
Hình 1.9. Sơ đồ tái kết hợp O_2 trong ắc qui điện li keo (a) không có chất phụ gia và (b) bổ sung 1 wt.% pentaerytritol	12
Hình 1.10. Cấu tạo của polyaspartat natri	13
Hình 1.11. Cấu tạo hóa học của PAM	15
Hình 1.12.Sơ đồ tổng hợp NFS	17
Hình 1.13. Tín hiệu nguyên lý đo tổng trở (trái) và phổ tổng trở dạng Bode (phải)	19
Hình 1.14. Phổ tổng trở dạng Nyquist	19
Hình 1.15. Nguyên lý của phép đo quét thế tuần hoàn	20

Hình 1.16. Phổ quét thế tuần hoàn	21
Hình 1.17. Thiết bị điện hóa IM6 của hãng Zahner Elektrik - Đức	25
Hình 2.1. Máy khuấy từ sử dụng trong quá trình tổng hợp mẫu điện li keo	24
Hình 2.2. Một số hình ảnh các mẫu điện ly keo sau khi chế tạo xong	27
Hình 3.1. Phổ Nyquist đo trong điện li keo sử dụng (A) 0,2 wt% PAM bổ sung PPG ở hàm lượng khác nhau, (B) 0,2 wt% PAM bổ sung NFS ở hàm lượng khác nhau, (C) 0,2 wt% PAM và 0,1 wt% PPG bổ sung NFS ở hàm lượng khác nhau.	31
Hình 3.2.Ảnh hưởng của tốc độ quét thế đến phổ quét thế tuần hoàn của điện cực chì trong môi trường điện li keo khác nhau	34
Hình 3.3.Đồ thị sự phụ thuộc của i_p vào căn bậc 2 của tốc độ quét thế	35
Hình 3.4: Phổ FTIR của điện li keo sử dụng (a) PAM0,2 wt%, (b) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt%, (c) PAM 0,2 wt% & NFS0,6wt%, (d) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt% & NFS0,6 wt%.	37
Hình 3.5. Giản đồ nhiễu xạ tia X của điện li keo sử dụng các phụ gia khác nhau (a) PAM0,2 wt%, (b) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt%, (c) PAM 0,2 wt% & NFS 0,6wt%, (d) PAM 0,2 wt% & PPG 0,1 wt% & NFS0,6 wt%	39
Hình 3.6. Ảnh SEM của điện li keo sử dụng các tổ hợp phụ gia khác nhau	40
Hình 3.7. Đồ thị TGA của điện li keo sử dụng phụ gia khác nhau	41

MỞ ĐẦU

Trong những năm gần đây do nhu cầu phát triển của một số ngành đặc thù như Bưu chính viễn thông, công nghiệp quốc phòng, ngành hàng không, … ắc qui chì kín khí ngày càng được quan tâm nghiên cứu và cải tiến. Một trong các vấn đề liên quan mật thiết đến ắc qui chì kín khí là điện li keo nhằm hạn chế sự rò rỉ dung dịch axit sunfuric ra môi trường xung quanh cũng như cải thiện quá trình tái tổ hợp khí trong ắc qui khi nạp quá tải dẫn đến tuổi thọ của ắc qui được kéo dài hơn. Điện li keo trên cơ sở oxit silic và axit sunfuric đã được nghiên cứu từ nhiều thập niên qua [1-3], song những hạn chế của nó như thời gian hình thành keo còn chưa phù hợp, hiện tượng tách nước vẫn còn xảy ra, nên đòi hỏi các nhà khoa học cần phải nghiên cứu cải tiến vật liệu để đáp ứng nhu cầu ứng dụng vào thực tế. Một số phụ gia vô cơ cũng như hữu cơ được đề cập đến đã làm tăng thời gian tạo keo, cải thiện độ cứng và độ dẫn điện ion của điện li keo [4-7]. Chìa khóa của điện li keo là tính chất đàn hồi và tạo ra các khe nứt siêu nhỏ đủ để O_2 có thể di chuyển được mà không làm ảnh hưởng tới độ dẫn điện ion của khối keo.Tuy nhiên, sự co dãn của điện li keo phụ thuộc rất nhiều vào việc lựa chọn phụ gia tạo keo và công nghệ chế tạo nó.

Trong khuôn khổ của luận văn thạc sĩ ***"Phân tích cấu trúc và tính chất của vật liệu điện li ở dạng keo trên cơ sở oxit silic sử dụng các phụ gia hữu cơ"*** cặp phụ gia hữu cơ polypropylen oxit (hay còn gọi là polypropylen glycol, PPG) và polyacrylamid (PAM) được sử dụng để điều chế vật liệu điện li keo trên cơ sở oxit silic SiO_2. Việc nghiên cứu kết hợp, ứng dụng các phương pháp phân tích cấu trúc vật liệu có vai trò quan trọng trong nghiên cứu vật liệu điện li keo, do đó luận văn có ý nghĩa khoa học và thực tiễn.