

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

---

**VŨ THU THỦY**

**NGHIÊN CỨU PHÂN TÍCH CẤU TRÚC,  
TÍNH CHẤT CỦA VẬT LIỆU COMPOZIT CACBON-CACBON**

**Chuyên ngành: Hóa phân tích**

**Mã số: 8440118**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

**NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: TS. Lê Văn Thụ**

**THÁI NGUYÊN – 2018**

## LỜI CẢM ƠN

Với lòng kính trọng và biết ơn sâu sắc, em xin chân thành cảm ơn tiến sĩ Lê Văn Thụ đã tận tình hướng dẫn em trong suốt thời gian thực hiện đề tài.

Em xin chân thành cảm ơn các cán bộ Phòng Hóa lý, Viện Hóa học - Vật liệu, Viện Khoa học và Công nghệ quân sự, Trung tâm Phát triển Công nghệ cao, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam đã giúp đỡ em rất nhiều trong quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Em xin cảm ơn các thầy cô khoa Hóa học - Trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên đã trang bị cho em kiến thức để tiếp cận với các vấn đề nghiên cứu khoa học.

Tôi xin cảm ơn các bạn học viên lớp K10B<sub>1</sub> - lớp cao học Hóa phân tích đã trao đổi và giúp đỡ tôi trong suốt thời gian thực hiện đề tài.

Cuối cùng, tôi xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới gia đình tôi, bạn bè và đồng nghiệp của tôi - những người đã luôn bên cạnh động viên và giúp đỡ tôi trong suốt thời gian học tập và thực hiện luận văn này.

*Hải Phòng, ngày 10 tháng 5 năm 2018*

**Tác giả luận văn**

***Vũ Thu Thủy***

## MỤC LỤC

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VIẾT TẮT .....	5
DANH MỤC CÁC HÌNH .....	5
DANH MỤC BẢNG .....	9
MỞ ĐẦU .....	9
CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN .....	1
1.1. Tổng quan về vật liệu compozit cacbon-cacbon.....	1
1.1.1. Nguyên liệu chế tạo .....	1
1.1.1.1. Cốt vải cacbon .....	2
1.1.1.2. Vật liệu gia cường tính chất cơ lý.....	6
1.1.1.3. Nhựa nền phenolfomandehit .....	10
1.1.2. Công nghệ chế tạo vật liệu compzit cacbon-cacbon.....	12
1.1.2.1. Phương pháp pha khí.....	12
1.1.2.2. Phương pháp pha lỏng .....	14
1.1.2.3. Phương pháp kết hợp .....	15
1.1.3. Tính chất của vật liệu compozit cacbon-cabon .....	16
1.2. Các phương pháp phân tích vật liệu .....	18
1.2.1. Phương pháp phổ hồng ngoại biến đổi Fourier .....	18
1.2.2. Các loại kính hiển vi điện tử .....	19
1.2.3. Phân tích nhiệt vi sai (Differential Thermal Analysis - DTA).....	24
1.2.4. Phân tích nhiệt lượng vi sai quét (Differential Scanning Calorimetry - DSC).....	27
1.2.5. Phổ Raman .....	32
CHƯƠNG 2: THỰC NGHIỆM .....	33

<b>2.1. Nguyên liệu, hóa chất và thiết bị.....</b>	<b>33</b>
<b>2.1.1. Nguyên liệu, hóa chất .....</b>	<b>33</b>
<b>2.1.2. Thiết bị.....</b>	<b>33</b>
<b>2.2. Quy trình thực nghiệm .....</b>	<b>34</b>
<b>2.2.1. Biến tính bề mặt CNT.....</b>	<b>34</b>
<b>2.2.2. Phân tán CNT vào nhựa nền .....</b>	<b>35</b>
<b>2.2.3. Xử lý bề mặt vải cacbon bằng phương pháp nhiệt.....</b>	<b>35</b>
<b>CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN .....</b>	<b>37</b>
<b>3.1. Phân tích tính chất của vật liệu chế tạo compozit cacbon-cacbon .....</b>	<b>37</b>
<b>3.1.1. Phân tích tính chất của vải cacbon.....</b>	<b>37</b>
<b>3.1.2. Phân tích tính chất của bột graphit .....</b>	<b>38</b>
<b>3.1.3. Phân tích tính chất ống nanocarbon .....</b>	<b>40</b>
<b>3.1.4. Phân tích tính chất nhựa nền phenolfomaldehit dạng novolac....</b>	<b>42</b>
<b>3.2. Phân tích tính chất vật liệu sau khi biến tính, xử lý .....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.1. Phân tích vải cacbon sau xử lý bề mặt bằng oxi hóa nhiệt .....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.2. Phân tích tính chất ống nanocarbon sau khi biến tính .....</b>	<b>50</b>
<b>3.2.3. Phân tích tính chất nhựa nền PF sau khi phân tán MWCNT.....</b>	<b>55</b>
<b>3.2.3.1. Phân tích độ nhớt và tính chất nhiệt.....</b>	<b>55</b>
<b>3.2.3.3. Phân tích cấu trúc.....</b>	<b>58</b>
<b>3.2.3.4. Xác định nhiệt độ đóng rắn .....</b>	<b>59</b>
<b>3.2.3.5. Xác định thời gian đóng rắn .....</b>	<b>60</b>
<b>3.2.3.6. Phân tích khả năng bám dính với cốt sợi cacbon .....</b>	<b>61</b>
<b>KẾT LUẬN .....</b>	<b>62</b>
<b>TÀI LIỆU THAM KHẢO .....</b>	<b>64</b>

## DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VIẾT TẮT

<b>Ký hiệu</b>	<b>Chữ viết tắt</b>	<b>Ý nghĩa</b>
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
CCC	Composites carbon - carbon	Vật liệu composit cacbon – cacbon
PA	Pure Analysis	Tinh khiết phân tích
PAN	Polyacrylonitrile	Sợi polyacrylonitril
PF	Phenolformaldehyde	Nhựa phenolformandehit
TEM	Tranmission Electron Microscopy	Kính hiển vi điện tử truyền qua
TGA	Thermogravimetric analysis	Phương pháp phân tích nhiệt khối lượng
MWCNT	Multi - Walled carbon nanotubes	Ống nanocacbon đa tường
SWCNT	Single - Walled carbon nanotubes	Ống nanocacbon đơn tường
CNT	Carbon nanotubes	Ống nanocacbon
SEM	Scanning Electron Microscope	Kính hiển vi điện tử quét
DSC	Differential Scanning Calorimetry	Phân tích nhiệt lượng vi sai quét
DTA	Differential Thermal Analysis	Phân tích nhiệt vi sai

## DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Sơ đồ quy trình chế tạo sợi cacbon .....	3
Hình 1.2. Sự phụ thuộc của mô đun đàn hồi E (a) và giới hạn bền $\sigma_B$ (b) của sợi cacbon trên cơ sở PAN vào nhiệt độ quá trình xử lý nhiệt .....	4
Hình 1.3. Ống nanocacbon đơn tường (SWCNT) và đa tường (MWCNT) .....	6
Hình 1.4. Quá trình ghép nối nhóm chức lên thành ống nanocacbon.....	8
Hình 1.5. Sơ đồ quá trình biến tính CNT bằng axit .....	9
Hình 1.6. Công thức tổng quát của nhựa phenolic.....	10
Hình 1.7. Sơ đồ buồng lò phương pháp đẳng nhiệt thu lắng pirocacbon .....	13
Hình 1.8. Sơ đồ buồng lò phương pháp giảm nhiệt thu lắng pirocacbon .....	14
Hình 1.9. Kính hiển vi điện tử truyền qua.....	19
Hình 1.10. Sơ đồ nguyên lý cấu tạo của kính hiển vi điện tử truyền qua.....	20
Hình 1.11. Kính hiển vi điện tử quét SEM .....	22
Hình 1.12. Sơ đồ hệ đo DTA .....	25
Hình 1.13. Các thông số cơ bản của giản đồ DTA .....	26
Hình 1.14 . Nguyên lý kỹ thuật phân tích nhiệt lượng vi sai quét DSC .....	27
Hình 1.15. Giản đồ DSC dạng 3 trục tọa độ (Dữ liệu từ thiết bị NETZSCH STA 409 PC/PG, Viện Hóa học - Vật liệu).....	28
Hình 1.16. Giản đồ DSC dạng 2 trục tọa độ .....	28
Hình 1.17. Sơ đồ nguyên lý DSC bù trừ nhiệt.....	29
Hình 1.18. Detector DSC dòng nhiệt .....	30
Hình 1.19. Chương trình điều biến nhiệt cho MDSC .....	31
Hình 3.1. Ảnh SEM sợi cacbon với độ phóng đại khác nhau .....	37

Hình 3.2. Giảm đồ phân tích nhiệt trong môi trường không khí của mẫu sợi cacbon .....	38
Hình 3.3. Ảnh SEM mẫu bột graphit (độ phóng đại 500 lần).....	39
Hình 3.4. Giảm đồ phân tích nhiệt trong không khí của mẫu bột graphit .....	39
Hình 3.5. Ảnh TEM cấu trúc của MWCNT ban đầu .....	41
Hình 3.6. Phổ Raman của MWCNT ban đầu.....	41
Hình 3.7. Giảm đồ phân tích nhiệt mẫu nhựa PF trong môi trường N <sub>2</sub> , với tốc độ nâng nhiệt 20 °C/phút, đến 1200°C .....	43
Hình 3.8. Giảm đồ phổ hồng ngoại của sợi cacbon trước xử lý (Cf), xử lý ở 300; 400; 500; 600 và 700°C trong môi trường không khí .....	45
Hình 3.9. Giảm đồ phân tích nhiệt vi sai của mẫu sợi cacbon trong môi trường không khí.....	46
Hình 3.10. Ảnh FeSEM bề mặt của sợi cacbon trước xử lý (Cf), xử lý ở 300; 400; 500; 600 và 700°C trong môi trường không khí.....	47
Hình 3.11. Giảm đồ phân tích thành phần hoá học bề mặt của sợi cacbon trước xử lý (Cf), xử lý ở 300; 400; 500; 600 và 700 °C trong môi trường không khí.....	49
Hình 3.16. Phổ EDX của MWCNT sau khi biến tính bằng axit.....	53
Hình 3.17. Giảm đồ phân tích nhiệt của mẫu MWCNT ban đầu (2) và mẫu MWCNT sau khi biến tính bằng axit (1) .....	54
Hình 3.18. Trạng thái của MWCNT ban đầu và MWCNT sau biến tính bằng axit trong etanol sau 1 giờ .....	55
Hình 3.19. Ảnh hưởng của hàm lượng MWCNT đến độ nhớt của hỗn hợp 50% nhựa PF trong cồn ở 25°C .....	56
Hình 3.20. Giảm đồ phân tích nhiệt các hỗn hợp nhựa PF chứa MWCNT trong môi trường N <sub>2</sub> , với tốc độ nâng nhiệt 20 °C/phút, đến 1200°C.....	57

Hình 3.21. Ảnh SEM mẫu nhựa PF chứa 1% MWCNT.....	59
Hình 3.22. Ảnh SEM bề mặt mẫu PF/1%MWCNT/sợi cacbon với độ phóng đại khác nhau.....	61



## DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1. Tính chất của một số vật liệu composit cacbon-cacbon.....	17
Bảng 3.1. Một số tính chất của ống nanocarbon đa tường (MWCNT) .....	40
Bảng 3.2. Tính chất của nhựa nền phenolfomandehit dạng novolac .....	42
Bảng 3.3. Ảnh hưởng của hàm lượng MWCNT đến hàm lượng cốc hóa của nhựa PF.....	57
Bảng 3.4. Sự phụ thuộc HLPG của hỗn hợp nhựa PF chứa 1% MWCNT .....	59
Bảng 3.5. Sự phụ thuộc HLPG của hỗn hợp nhựa PF chứa 1% MWCNT vào thời gian đóng rắn ở nhiệt độ 165°C.....	60

## MỞ ĐẦU

Trong thời gian gần đây, sự phát triển vượt bậc của công nghệ nano cho phép sản xuất vật liệu nano số lượng lớn và ứng dụng rộng hơn trong chế tạo các vật liệu kết cấu. Các vật liệu nano, đặc biệt là ống nano cacbon (CNT) được sử dụng rất nhiều làm chất gia cường trong chế tạo vật liệu nanocomposit. Do các tính chất cơ, lý điện đặc biệt và diện tích bề mặt lớn nên khi CNT phân tán vào vật liệu nền sẽ tạo ra những tính chất ưu việt của vật liệu nanocomposit. Cùng với xu hướng đó thì rất nhiều loại vật liệu mới cũng được nghiên cứu, trong đó vật liệu composit cacbon-cacbon (CCC) giữ một vị trí then chốt trong cuộc cách mạng về vật liệu mới và là một trong những lĩnh vực đang thu hút được nhiều nhà khoa học trên thế giới quan tâm nghiên cứu nhằm nâng cao chất lượng composit để có thể ứng dụng chúng trong ngành kỹ thuật cao như: y tế, thể thao, xây dựng cho đến các ngành công nghiệp nặng, hàng không vũ trụ, năng lượng hạt nhân.

Đặc biệt trong lĩnh vực hàng không vũ trụ thì vật liệu composit cacbon-cacbon giữ vai trò quyết định, do có tính năng vượt trội với khối lượng riêng nhỏ, khả năng làm việc ở nhiệt độ cao mà tính chất cơ lý ít thay đổi, khả năng chịu sốc nhiệt và khả năng chịu hoá chất tốt. Tuy nhiên, để nâng cao hơn nữa chất lượng của hệ vật liệu này thì việc kiểm soát chất lượng của vật liệu là hết sức cần thiết.

Xuất phát từ yêu cầu đó, luận văn "*Nghiên cứu phân tích cấu trúc, tính chất của vật liệu composit cacbon-cacbon*" có ý nghĩa quyết định góp phần vào thành công của quá trình chế tạo vật liệu.