

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN

TRƯỜNG ĐẠI HỌC SỰ PHẠM

BÁO CÁO TỔNG KẾT  
ĐỀ TÀI KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ CẤP ĐẠI HỌC

**KHẢO SÁT QUÁ TRÌNH ĐIỀU CHẾ SÉT HỮU CƠ TỪ  
BENTONIT VÀ MUỐI AMIN BẬC 4,  
BƯỚC ĐẦU THĂM DÒ ỨNG DỤNG CỦA CHÚNG**

Mã số: DH2011-04-11

Chủ nhiệm đề tài: ThS. Phạm Thị Hà Thanh

**Thái Nguyên, năm 2012**

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SỰ PHẠM

BÁO CÁO TỔNG KẾT  
ĐỀ TÀI KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ CẤP ĐẠI HỌC

**KHẢO SÁT QUÁ TRÌNH ĐIỀU CHẾ SÉT HỮU CƠ TỪ  
BENTONIT VÀ MUỐI AMIN BẬC 4,  
BƯỚC ĐẦU THĂM DÒ ỨNG DỤNG CỦA CHÚNG**

Mã số: ĐH2011-04-11

Chủ nhiệm đề tài: ThS. Phạm Thị Hà Thanh

Người tham gia thực hiện: TS . Đỗ Trà Hương

Ths. Nguyễn Văn Trung

Ths. Nghiêm Thị Hương

Ths. Nguyễn Văn Thọ

Xác nhận của cơ quan chủ trì đề tài

*(ký, họ tên, đóng dấu)*

Thái Nguyên, năm 2012

# MỤC LỤC

	Trang
<b>Mở đầu</b>	<b>1</b>
<b>Chương 1. Tổng quan</b>	<b>3</b>
<b>1.1. Sét hữu cơ</b>	<b>3</b>
1.1.1. Cấu trúc sét hữu cơ	3
1.1.2. Tính chất của sét hữu cơ	5
1.1.3. Ứng dụng của sét hữu cơ	6
1.1.4. Tổng hợp sét hữu cơ	6
<b>1.2. Vật liệu polyme clay nanocomposit</b>	<b>13</b>
1.2.1. Một số khái niệm	13
1.2.2. Các loại vật liệu polyme clay nanocomposit	14
1.2.3. Công nghệ tổng hợp vật liệu polyme clay nanocomposit	15
1.2.4. Tính chất của vật liệu polyme clay nanocomposit	16
1.2.5. Một số hướng nghiên cứu vật liệu polyme clay nanocomposit từ bentonit	19
1.2.6. Giới thiệu về epoxy	19
<b>Chương 2. Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu</b>	<b>22</b>
<b>2.1. Hóa chất, thiết bị</b>	<b>22</b>
2.1.1. Hóa chất	22
2.1.2. Thiết bị	22
<b>2.2. Thực nghiệm</b>	<b>23</b>
2.2.1. Khảo sát quá trình điều chế sét hữu cơ trong môi trường nước	23
2.2.2. Khảo sát quá trình điều chế sét hữu cơ trong môi trường rượu nước	24
2.2.3. Chế tạo màng phủ epoxy clay nanocomposit	24
<b>2.3. Các phương pháp nghiên cứu</b>	<b>25</b>
2.3.1. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen	25
2.3.2. Phương pháp phân tích nhiệt	25
2.3.3. Phương pháp phổ hồng ngoại	25
2.3.4. Phương pháp hiển vi điện tử quét	25
2.3.6. Phương pháp xác định hàm lượng cation hữu cơ trong sét hữu cơ	26

2.3.7. Phương pháp xác định hàm lượng chất đóng rắn trong sơn epoxy	26
2.3.8. Các phương pháp xác định tính chất cơ lý của màng phủ	26
<b>Chương 3. Kết quả và thảo luận</b>	<b>30</b>
<b>3.1. Điều chế sét hữu cơ trong môi trường nước</b>	<b>30</b>
3.1.1. Điều chế sét hữu cơ từ bent-P	30
3.1.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng	30
3.1.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng DMDOA/bentonit	32
3.1.1.3. Khảo sát ảnh hưởng của pH dung dịch	35
3.1.1.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng	36
3.1.2. Điều chế sét hữu cơ từ bent-B	37
3.1.2.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng	37
3.1.2.2. Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ khối lượng DMDOA/bentonit	38
3.1.2.3. Khảo sát ảnh hưởng của pH dung dịch	40
3.1.2.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng	41
3.1.3. So sánh, đánh giá cấu trúc và tính chất hai loại sét hữu cơ được điều chế từ bent-P và bent-B trong môi trường nước	43
3.1.3.1. Nghiên cứu bằng phương pháp phổ nhiễu xạ tia X	43
3.1.3.2. Nghiên cứu bằng phương pháp phổ hấp thụ hồng ngoại	44
3.1.3.3. Nghiên cứu bằng phương pháp phân tích nhiệt	46
3.1.3.4. Nghiên cứu bằng phương pháp kính hiển vi điện tử quét	49
<b>3.2. Điều chế sét hữu cơ trong môi trường rượu nước</b>	<b>50</b>
3.2.1. Điều chế sét hữu cơ từ bent-P	50
3.2.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng	50
3.2.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng DMDOA/bentonit	51
3.2.1.3. Khảo sát ảnh hưởng của pH dung dịch	53
3.2.1.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng	54
3.2.2. So sánh, đánh giá cấu trúc và tính chất hai loại sét hữu cơ được điều chế từ bent-P và bent-B trong môi trường rượu nước	55
3.2.2.1. Nghiên cứu bằng phương pháp phổ nhiễu xạ tia X	55
3.2.2.2. Nghiên cứu bằng phương pháp phổ hấp thụ hồng ngoại	56

3.2.2.3. Nghiên cứu bằng phương pháp phân tích nhiệt	57
3.2.2.4. Nghiên cứu bằng phương pháp kính hiển vi điện tử quét	61
<b>3.3. Khảo sát khả năng gia cường của sét hữu cơ cho màng phủ epoxy</b>	<b>63</b>
3.3.1. Xác định hàm lượng chất đóng rắn	63
3.3.2. Tính chất của màng phủ epoxy clay nanocomposit	64
3.3.2.1. Tính chất cơ lý của màng phủ	64
3.3.2.2. Độ bền nhiệt của màng phủ	66
<b>Kết luận</b>	<b>70</b>
<b>Tài liệu tham khảo</b>	<b>71</b>

## DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Tên gọi	Viết tắt
Bentonit Bình Thuận, Việt Nam	Bent-B
Bentonit Prolabo, Pháp	Bent-P
Dimetylđioctadecylammoni clorua	DMDOA
Dung lượng trao đổi ion	CEC
Dung môi của epoxy	DMT3-EP
Epoxy	Ep
Epoxy được gia cường n% B-DMDOA	Ep-B-n
Epoxy được gia cường n% P-DMDOA	Ep-P-n
High density poly ethylene	HDPE
Khoáng sét	Clay
Mili đương lượng gam	mđlg
Phổ hấp thụ hồng ngoại	FT-IR
Phương pháp kính hiển vi điện tử quét	SEM
Phương pháp nhiễu xạ Rơn ghen	XRD
Phương pháp phân tích nhiệt trọng lượng	TG
Poly propylen	PP
Poly vinyl alcol	PVA
Sét hữu cơ điều chế từ bent-B trong môi trường nước	B-C18
Sét hữu cơ điều chế từ bent-B trong môi trường rượu nước	B-DMDOA
Sét hữu cơ điều chế từ bent-P trong môi trường nước	P-C18
Sét hữu cơ điều chế từ bent-P trong môi trường rượu nước	P-DMDOA

## DANH MỤC CÁC BẢNG

Tên bảng	Trang
<i>Bảng 1.1.</i> Ảnh hưởng của độ dài mạch ankyl đến khoảng cách lớp $d_{001}$ và diện tích sét bị che phủ	4
<i>Bảng 1.2.</i> Sự phụ thuộc $d_{001}$ của sét hữu cơ vào lượng cation hữu cơ hấp phụ	5
<i>Bảng 1.3.</i> Thành phần hoá học, một số đặc trưng của bentonit Bình Thuận, Việt Nam và Prolabo, Pháp	9
<i>Bảng 3.1.</i> Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng đến giá trị $d_{001}$	31
<i>Bảng 3.2.</i> Hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ điều chế khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ (phương pháp 1)	32
<i>Bảng 3.3.</i> Hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ điều chế khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ (phương pháp 2)	33
<i>Bảng 3.4.</i> Hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ điều chế ở các tỉ lệ khối lượng DMDOA/bentonit khác nhau (phương pháp 1)	34
<i>Bảng 3.5.</i> Hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ được điều chế ở các tỉ lệ khối lượng DMDOA/bentonit khác nhau (phương pháp 2)	34
<i>Bảng 3.6.</i> Ảnh hưởng của pH dung dịch đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ	35
<i>Bảng 3.7.</i> Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ	37
<i>Bảng 3.8.</i> Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ	38
<i>Bảng 3.9.</i> Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng DMDOA/bentonit đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ	40
<i>Bảng 3.10.</i> Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng DMDOA/bentonit đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ	41
<i>Bảng 3.11.</i> Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ	42



<i>Bảng 3.12.</i> Kết quả phân tích nhiệt của các mẫu bentonit và sét hữu cơ tương ứng	48
<i>Bảng 3.13.</i> Hàm lượng (%) cation hữu cơ trong sét hữu cơ điều chế từ bentonit Prolabo, Pháp và bentonit Bình Thuận, Việt Nam	48
<i>Bảng 3.14.</i> Ảnh hưởng của nhiệt độ đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ được điều chế	51
<i>Bảng 3.15.</i> Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng DMDOA/bentonit đến giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ 79	52
<i>Bảng 3.16.</i> Sự phụ thuộc của giá trị $d_{001}$ vào pH của dung dịch phản ứng	53
<i>Bảng 3.17.</i> Sự phụ thuộc của giá trị $d_{001}$ vào thời gian phản ứng	54
<i>Bảng 3.18.</i> Kết quả phân tích nhiệt của các mẫu bentonit và sét hữu cơ	61
<i>Bảng 3.19.</i> Hàm lượng cation hữu cơ xâm nhập của P-DMDOA, B-DMDOA điều chế môi trường rượu nước	61
<i>Bảng 3.20.</i> Điều kiện phản ứng, giá trị $d_{001}$ và hàm lượng cation hữu cơ trong các môi trường khảo sát của các mẫu sét hữu cơ	62
<i>Bảng 3.21.</i> Kết quả xác định hàm lượng chất đóng rắn	63
<i>Bảng 3.22.</i> Tính chất cơ lý của màng phủ epoxy clay nanocompozit được gia cường bởi sét hữu cơ P – DMDOA	65
<i>Bảng 3.23.</i> Tính chất cơ lý của màng phủ epoxy clay nanocompozit được gia cường bởi sét hữu cơ B-DMDOA	66
<i>Bảng 3.24.</i> Kết quả phân tích nhiệt của các mẫu Ep, Ep-P-(0,5÷5), Ep-B-1	68

## DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ, ĐỒ THỊ

Tên hình vẽ, đồ thị	Trang
<i>Hình 1.1:</i> Sự định hướng của các ion ankylamoni trong các lớp silicat	4
<i>Hình 1.2:</i> Sự sắp xếp các cation hữu cơ kiểu đơn lớp, hai lớp và giả ba lớp	4
<i>Hình 1.3:</i> Các dạng vật liệu polyme clay nanocompozit	14
<i>Hình 1.4:</i> Sơ đồ biểu diễn khả năng che chắn của vật liệu polyme clay nanocompozit	18
<i>Hình 2.1:</i> Quy trình tổng hợp sét hữu cơ trong môi trường nước	23
<i>Hình 2.2:</i> Quy trình chế tạo màng phủ epoxy clay nanocompozit	24
<i>Hình 3.1.</i> Giảm đồ XRD của bent – P	30
<i>Hình 3.2.</i> Giảm đồ XRD các mẫu sét hữu cơ được điều chế ở các nhiệt độ 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C	31
<i>Hình 3.3.</i> Giảm đồ XRD của các mẫu sét hữu cơ được điều chế ở các tỉ lệ khối lượng DMDOA/bentonit	33
<i>Hình 3.4.</i> Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của giá trị $d_{001}$ theo tỷ lệ khối lượng DMDOA/bentonit của các mẫu sét hữu cơ	33
<i>Hình 3.5.</i> Giảm đồ XRD của các mẫu sét hữu cơ điều chế ở môi trường có các giá trị pH: 6, 7, 8, 9, 10	35
<i>Hình 3.6.</i> Giảm đồ XRD của các mẫu sét hữu cơ phản ứng trong thời gian 1h, 2h, 3h, 4h, 5h, 6h	36
<i>Hình 3.7.</i> Giảm đồ XRD của bent-B	38
<i>Hình 3.8.</i> Giảm đồ XRD của các mẫu sét hữu cơ điều chế ở các nhiệt độ: 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C	38
<i>Hình 3.9.</i> Giảm đồ XRD của các mẫu sét hữu cơ ở các tỉ lệ khối lượng DMDOA/bentonit là 0,7; 0,8; 0,9; 1,0; 1,1	39
<i>Hình 3.10:</i> Giảm đồ XRD của các mẫu sét hữu cơ điều chế ở các giá trị pH là 6, 7, 8, 9, 10, 11	41
<i>Hình 3.11.</i> Giảm đồ XRD của các mẫu sét hữu cơ phản ứng trong thời gian	42