



Nghiên cứu tổng hợp nhựa polyester không no với các đặc trưng được cải thiện và ứng dụng trong đá nhân tạo

Study on Synthesis of Unsaturated Polyester Resin with Improved Characteristics and Application in Artificial Stones

Hồ Xuân Năng^{1,2*}, Phạm Anh Tuấn^{1,3}, Hà Thu Hường^{1,3}, Trần Vĩnh Diệu^{1,2}

¹ Trường Đại Học Phenikaa, Yên Nghĩa, Hà Đông, Hà Nội, Việt Nam

² Viện Nghiên cứu và Công Nghệ Phenikaa (PRATI), 167, Hoàng Ngân, Trung Hòa, Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

³ Trung Tâm Polyme, Công ty Cổ Phần Tập đoàn Phụng Hoàng Xanh A&A, 167, Hoàng Ngân, Trung Hòa, Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

*Email: nang.hoxuan@phenikaa-uni.edu.vn, nanghx@phenikaa.com

ARTICLE INFO

Received: 12/3/2021

Accepted: 13/5/2021

Published: 15/10/2021

Keywords:

Unsaturated polyester resin, polymer composites, artificial stones, physico-mechanical properties

ABSTRACT

The unsaturated polyester resin (UPR) used in artificial stones is a special grade, which should satisfy all technical requirements. To synthesize this UPR, the new temperature program has been established according to fuse balance polycondensation method at maximum temperature at 200°C. This temperature program showed high stability, safety, and good reproducibility. The UPR properties respond to all technical requirements. Experiment showed, the most important requirement is keeping molar ratio (-OH): (-COOH) = 1,1 : 1,0. The physico-mechanical properties of artificial stone, using synthesized UPR – PHX (Sample S1) and commercial UPR – SHCP (Sample S2) indicated that mechanical properties of S1 is higher than that of S2. FESEM images show that S1 and S2's morphology have UPR matrix iniformly distributed in a inorganic filler without phase separation at interphase.

Giới thiệu chung

Nhựa polyester không no (PEKN) lần đầu tiên được Wallace Carothers (Mỹ) tổng hợp thành công từ ethylene glycol với acid và anhydride acid không no như fumaric acid và maleic anhydride vào năm 1920 [1]. Tuy nhiên, cho đến sau thế chiến II (1941 – 1945) nhựa PEKN mới thực sự được sản xuất ở quy mô công nghiệp [2,3]. Trong nhiều thập niên sau đó cho đến những năm đầu thế kỷ XXI vẫn xuất hiện đều đặn những công trình nghiên cứu để hoàn thiện quy trình công nghệ tổng hợp nhựa PEKN [4-10]. Trong vật liệu polymer composite, nhựa PEKN được sử dụng rãi hơn

cả. Nhựa này có nhiều loại với các đặc trưng kỹ thuật khác nhau, song loại nhựa dùng làm chất kết dính cho đá nhân tạo có những khác biệt mà những loại nhựa thương mại phổ thông khác không đáp ứng được [11].

Gần đây, để tổng hợp được loại nhựa PEKN chịu khí hậu tốt hơn áp dụng trong sản xuất đá nhân tạo, chúng tôi đã công bố bằng sáng chế [12]. Tuy nhiên, để tổng hợp được loại nhựa PEKN có khả năng thay thế một số nhựa PEKN của các hãng như SHCP (Singapore), Eternal (Đài Loan)..., trong công trình này đã tiến hành nghiên cứu các vấn đề quan trọng như: Chương trình nhiệt độ của quá trình trùng ngưng cân

bằng trong thể nóng chảy; tỷ lệ mol của các cấu tử tham gia phản ứng. Đánh giá các tính chất cơ lý của đá nhân tạo sử dụng nhựa PEKN tổng hợp được và so sánh với loại nhựa PEKN cùng loại của hãng SHCP.

Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu

Hóa chất

Maleic anhydride (MA, 99,5%, NanYa); Phthalic anhydride (PA 99,8%, Continental Petrochemicals); 1,2 propylene glycol (PG 99,9% Shell Chemical); Ethylene glycol (EG 99,8%, GC Glycol); Diethylene glycol (DEG, 99,8%, GC Glycol); Hydroquinon (HQ 99,5%, Eastman); Styrene monomer (SM 99,5%, Wee Tee Tong Chemicals); Dibutyl tin oxide (DBTO 99,5% Ackoss); Tert - butyl benzoyl peoxide (TBBP 80% trong acetylacetone, AkzoNobel); Cobalt (II) 2-ethylhexanoat, 10%, AkzoNobel); Chất liên kết silan 3-(Trimethoxy silyl)propyl metacrylat (TMSPM, 99,5%, Evonik) ; bột màu titan đioxit (TiO₂, 95% Dupont); SiO₂ 99,5%, 0,1±0,4 mm; 0,3 ÷ 0,6 mm, 0,5÷1,2 mm, Chettinad, cristobalite (99,5%, ≤ 45 μm, Phenikaa Huế).

Phương pháp tổng hợp nhựa PEKN

Mẫu nhựa polyester không no (PEKN-PHX) được tổng hợp theo phương pháp trùng ngưng trong thể nóng chảy ở nhiệt độ cao (190–200°C) trong môi trường khí nitơ, khuấy mạnh và liên tục tách nước ra khỏi môi trường phản ứng thông qua thiết bị ngưng tụ (deflegmator). Thành phần tham gia phản ứng gồm các glycol (EG, DEG, PG) và các anhydride acid (AM và AP) với tỷ lệ mol glycol/anhydride acid = 1,1/1,0 với sự có mặt của 0,2%KL chất xúc tác DBTO và 0,02%KL chất chống gel hóa HQ [10]. Đầu tiên nạp các glycol vào reactor, khi nhiệt độ đạt khoảng 80°C, nạp từ từ các anhydride acid, trong lúc đó vẫn duy trì khuấy và cấp nitơ. Hệ số điền đầy của reactor vào khoảng 0,8. Ở nhiệt độ 110°C – 140°C, hỗn hợp các chất tham gia phản ứng đồng nhất và bắt đầu phản ứng este hóa giữa các anhydride acid hữu cơ kết hợp với glycol không tách nước, tạo thành ester acid (monoester). Sau đó, áp dụng chương trình nhiệt độ tự đề xuất để tiếp tục phản ứng. Khi chỉ số acid đạt 70 ÷ 100 mg KOH/g, bắt đầu sử dụng chân không ở áp suất dư 100 ÷ 300 mmHg. Quá trình trùng ngưng kết thúc khi chỉ số acid ≤ 30 mg KOH/g.

Phương pháp chuẩn bị mẫu nhựa PEKN đóng rắn: 100 g nhựa PEKN được đóng rắn nóng với 1,0%KL chất xúc tác TBBP và 0,01%KL chất xúc tiến octoat coban 2⁺ ở nhiệt độ 80°C trong bể ổn nhiệt.

Phương pháp chế tạo mẫu đá nhân tạo: Mẫu đá nhân tạo gia cường bằng cốt liệu thạch anh được chế tạo bằng phương pháp rung ép trong môi trường chân không và đóng rắn bằng phương pháp gia nhiệt ở nhiệt độ 120°C trong 45 phút. Thành phần mẫu vật liệu PC bao gồm 12%KL nhựa nền PEKN-PHX hoặc PEKN-SHCP (đã bao gồm 2,0% KL chất liên kết sian TMSPM, 1,0%KL TBPP và 0,01%KL chất xúc tiến cobalt 2⁺); cristobalit < 45 μm (30%KL), cốt liệu thạch anh SiO₂ bao gồm kích thước hạt 0,1÷0,4mm (26%KL), 0,3÷0,6mm (15%KL), 0,5÷1,2mm (15%KL) và bột màu trắng TiO₂ (2%KL).

Phương pháp xác định các tính chất cơ lý của nhựa PEKN sau đóng rắn

Chỉ số acid được xác định theo phương pháp chuẩn độ theo tiêu chuẩn ASTM D4662-15; Hàm lượng dung môi styren được xác định theo tiêu chuẩn ASTM 1259-06; Độ nhớt của nhựa lỏng được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D1824-16 trên thiết bị đo độ nhớt Brookfield LVDVE, Mỹ; Màu sắc theo Hazen: được xác định theo nguyên lý hấp thụ trên thiết bị đo màu BYK LCM – IV, BYK, Đức; Thời gian gel, thời gian đóng rắn và nhiệt độ tỏa nhiệt cực đại được xác định bằng thiết bị ghi nhiệt Testo, Genlab, Anh; Độ cứng Barcol theo tiêu chuẩn ASTM D 2583 – 95 trên thiết bị GYZJ 934 – 1, Colman, Mỹ; Độ bền kéo, modul kéo được xác định theo tiêu chuẩn ISO527:1996 với tốc độ kéo 5mm/phút trên máy Instron 100KN, Mỹ; Độ bền uốn, modul uốn được xác định theo tiêu chuẩn ISO178:1993 trên máy Instron 100KN hãng Instron, Mỹ; Độ bền va đập không khía được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D4812 : 1999 trên máy Tinius Olsen model 92T, hãng Tinius Olsen, Mỹ; Độ mài mòn, được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D4060:1995 với tải trọng 1000g, bánh mài CS – 10, số vòng quay 1000 vòng và tốc độ quay của đĩa là 72 vòng/phút, trên thiết bị Abraser 5135, Taber, Mỹ.

Phương pháp xác định các tính chất cơ lý của mẫu đá nhân tạo

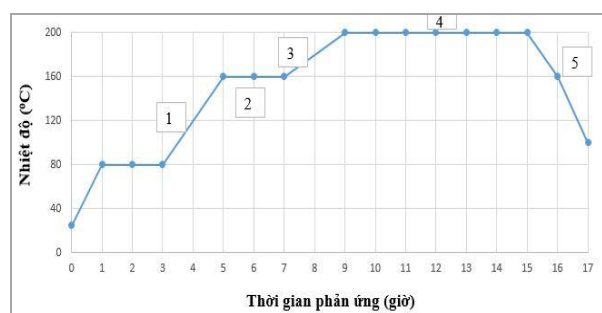
Độ bền uốn được xác định theo tiêu chuẩn BS EN14617–2:2016 trên thiết bị Flexi-1000, Gabbrielli, Ý; Độ bền va đập được xác định theo tiêu chuẩn EN 14617-9:2005 trên thiết bị US.PAT.425191, Nhật Bản; Độ mài mòn sâu được xác định theo tiêu chuẩn EN14617-4:2012 trên thiết bị mài mòn GT010009, Gabbrielli, Ý; Độ cứng vạch bề mặt được xác định theo tiêu chuẩn EN101:1991 trên thiết bị đo độ cứng Barbeel, Đức; Độ hấp thụ nước được xác định theo tiêu chuẩn BS EN 14617-1:2013.

Phương pháp xác định cấu trúc hình thái của vật liệu được xác định bằng phương pháp chụp ảnh hiển vi điện tử quét phát xạ trường trên thiết bị FESEM-4800, Hitachi, Nhật Bản.

Kết quả và thảo luận

Đề xuất chương trình nhiệt độ

Dựa vào tài liệu tham khảo [3,5,7,10] và các thí nghiệm thăm dò, chúng tôi đã thiết lập chương trình nhiệt độ để tổng hợp nhựa PEKN-PHX bao gồm 5 giai đoạn thể hiện ở Hình 1 và các thông số của chương trình nhiệt độ được trình bày ở Bảng 1:



Hình 1: Sơ đồ chương trình nhiệt độ tổng hợp nhựa PEKN-PHX

Bảng 1: Các thông số của chương trình nhiệt độ

Giai đoạn	Chức năng	Nhiệt độ, °C	Tốc độ tăng (+), giảm (-) nhiệt, °C/phút	Thời gian thực hiện, phút
1	Nâng nhiệt	80 - 160	+ 0,5	160
2	Duy trì nhiệt	160±0,5	0,0	120
3	Nâng nhiệt	160 - 200	+ 0,3	133
4	Duy trì nhiệt	200±0,5	0,0	300
5	Làm mát	200 - 130	- 0,58	120

Đã tiến hành tổng hợp nhựa PEKN-PHX theo chương trình nhiệt ở hình 1 và đánh giá tính ổn định cũng như độ lặp lại của các đặc trưng của nhựa PEKN thu được khi thực hiện theo chương trình nhiệt độ đã thiết lập và các điều kiện được trình bày ở mục 2.2, trong đó thành phần cấu tử tham gia phản ứng theo tỷ lệ mol bao gồm: EG:DEG:PG:AM:AP = 5:3:3:6:4, chất xúc tác DBTO = 0,2%KL; HQ = 0,02%KL. Các đặc trưng của nhựa PEKN thu được với các lần tổng hợp được trình bày ở Bảng 2. Từ bảng 2 nhận thấy, nhựa PEKN của các lần tổng hợp có các tính chất đáp ứng yêu cầu đặt ra, trong đó: Chỉ số acid đạt được từ 27,3 ÷ 28,5 mg KOH/g; độ nhớt nằm trong khoảng 644 ÷ 683 cps; màu sắc mẫu nhựa lỏng 40,8 ÷ 42,8 (thang Hazen). Các

thông số đóng rắn như thời gian gel hóa và thời gian đạt nhiệt độ cực đại cũng nằm trong khoảng giá trị yêu cầu. Đặc biệt, mẫu nhựa PEKN thu được qua các lần tổng hợp đều không có vết nứt, đây là sự cải thiện rõ rệt của mẫu nhựa cũng là một trong các tính chất quan trọng của nhựa PEKN sử dụng trong sản xuất đá nhân tạo.

Bảng 2: Các đặc trưng của các mẫu nhựa PEKN-PHX tổng hợp được

Chỉ tiêu kiểm tra	Tiêu chuẩn	Thứ tự lần tổng hợp nhựa PEKN-PHX			
		Lần 1	Lần 2	Lần 3	Lần 4
Chỉ số acid, mg KOH/g	≤ 30	28,5	27,8	28,2	27,3
Độ nhớt ở 25°C, cP	400 ÷ 800	644	659	683	652
Màu sắc Hazen	≤ 50	42,8	42,3	41,5	40,8
Hàm lượng styren, %KL	32 - 35	33,50	33,42	33,50	33,25
Thời gian gel hóa, phút	7 - 12	8,20	8,40	8,35	8,15
Thời gian đóng rắn, phút	10 - 18	14,05	14,30	13,45	13,30
Nhiệt độ cực đại, °C	200 - 230	208,2	210,5	212,8	214,3
Độ cứng Barcol	≥ 40	43	42	43	42
Số vết nứt	≤ 1	0	0	0	0

Ảnh hưởng của tỷ lệ glycol/anhydride acid đến các thông số kỹ thuật của nhựa PEKN

Đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ mol glycol bao gồm EG, DEG và PG đến các đặc trưng của nhựa PEKN. Các mẫu nhựa được tổng hợp theo phương pháp và điều kiện đã nêu ở mục 2.2, trong đó, tỷ lệ glycol : anhydride acid thay đổi ở các mẫu thí nghiệm theo ký hiệu mẫu trình bày ở Bảng 3.

Bảng 3: Thành phần các cấu tử tham gia phản ứng

Mẫu	Thành phần	Tỷ lệ mol	Tỷ lệ mol glycol/anhydride acid
M1	EG/DEG/PG/AM/AP	5/1/3/6/4	0,9/1,0
M2	EG/DEG/PG/AM/AP	5/2/3/6/4	1,0/1,0
M3	EG/DEG/PG/AM/AP	5/3/3/6/4	1,1/1,0
M4	EG/DEG/PG/AM/AP	5/4/3/6/4	1,2/1,0

Kết quả thí nghiệm khảo sát ảnh hưởng của sự thay đổi tỷ lệ glycol DEG:PG trong công thức phối liệu đến các thông số kỹ thuật của nhựa PEKN sau khi tổng hợp được trình bày ở Bảng 4.

Bảng 4: Các thông số kỹ thuật của các mẫu nhựa PEKN với các tỷ lệ glycol/anhydride acid khác nhau

Các thông số kỹ thuật	Tiêu chuẩn	Kết quả đạt được				
		PEKN-SHCP	M1	M2	M3	M4
Chỉ số acid, mg KOH/g	≤ 30	28	40	36	28	25
Chỉ số màu, Hazen	≤ 50	41,2	43,4	42,6	41,8	40,8
Độ nhớt ở 23°C	400 – 800	692	820	790	683	616
Tỷ trọng ở 25°C, g/cm ³	1,11 – 1,20	1,12	1,3	1,13	1,12	1,12
Hàm lượng styren, %	33 – 35	33,3	33,6	33,2	33,0	33,7
Thời gian gel hóa, phút	7 – 12	9,15	15,10	14,20	9,35	9,05
Thời gian đóng rắn, phút	10 – 18	14,10	22,55	20,10	15,20	14,15
Nhiệt độ cực đại, °C	200 – 230	208,3	209,2	204,3	203,8	205,1
Số vết nứt	≤ 1	0	4	2	0	0
Độ cứng Barcol	≥ 40	43	40	42	42	38
Độ co ngót, %	≤ 8,5	8,1	8,7	8,3	7,9	8,0

Từ Bảng 4 nhận thấy: Mẫu M1 và mẫu M2 tương ứng với tỷ lệ mol glycol : anhydride acid là 0,9:1,0 và 1,0:1,0 có chỉ số acid, thời gian gel hóa và thời gian đóng rắn kéo dài, không đạt yêu cầu. Trong khi, mẫu M2 có số vết nứt và độ co ngót sau vượt quá tiêu chuẩn cho phép. Mẫu M3 có tỷ lệ mol glycol : anhydride acid là 1,1 : 1,0, có các chỉ tiêu kỹ thuật tương đương với mẫu nhựa PEKN-SHCP và đạt yêu cầu tiêu chuẩn, trong đó: màu sắc mẫu nhựa đạt 40,8 (Hazen); không có vết nứt, độ cứng Barcol đạt 42 và độ co ngót thấp nhất (7,9%). Kết quả này được giải thích là do tỷ lệ glycol dùng dư 10% mol so với lượng anhydride acid để bù phần mất mát của glycol bay hơi trong quá trình trùng ngưng, việc nhựa PEKN thu được có chỉ số acid thấp (28 mgKOH/g) thể hiện ở lượng glycol còn lại đủ để phản ứng với anhydride acid. Ngoài ra, trong công thức phối

liệu tổng hợp mẫu M3 tăng tỷ lệ cấu tử DEG với cấu trúc phân tử mạch dài, giúp tăng độ đàn hồi của các phân tử nhựa và giảm hiện tượng nứt.. Khi tăng tỷ lệ mol glycol : anhydride acid lên 1,2:1,0, mẫu nhựa PEKN thu được có các chỉ tiêu kỹ thuật đạt yêu cầu, tuy nhiên, độ cứng của mẫu nhựa PEKN thấp (độ cứng Barcol là 39), không đạt tiêu chuẩn. Điều này có thể giải thích là do tỷ lệ glycol:anhydride acid cao nên khi kết thúc phản ứng trùng ngưng, lượng glycol còn dư trong hỗn hợp nhựa tạo thành, lượng glycol này không tham phản ứng đóng rắn nên làm giảm độ cứng của mẫu nhựa PEKN. Do đó, mẫu M3 có công thức phối liệu tối ưu để tổng hợp nhựa PEKN cho các tính chất cơ lý tốt nhất.

Ảnh hưởng của tỷ lệ glycol/anhydride acid đến các tính chất cơ lý của nhựa PEKN sau đóng rắn

Đã tiến hành khảo sát các tính chất cơ lý của các mẫu nhựa PEKN-PHX sau khi đóng rắn, đồng thời so sánh với mẫu nhựa PEKN cùng loại của hãng SHCP-Singapore (PEKN-SHCP), kết quả thu được trình bày ở bảng 5.

Bảng 5: Tính chất cơ lý của các mẫu nhựa nền PEKN

Tính chất cơ lý	PEKN-SHCP	M1	M2	M3	M4
Độ bền kéo, MPa	86,36	75,12	78,23	90,78	88,19
Modul kéo, GPa	5,87	4,22	4,93	6,23	6,17
Độ bền uốn, MPa	125,48	84,28	108,77	130,12	127,63
Modul uốn, GPa	5,98	5,44	5,85	6,83	6,57
Độ bền va đập, KJ/m ²	8,06	6,35	7,21	9,13	9,05
Độ mài mòn, g	71,56	76,14	74,37	70,12	72,04

Kết quả trên bảng 5 nhận thấy, tỷ lệ mol glycol/anhydride acid có ảnh hưởng đến các tính chất cơ lý của mẫu nhựa PEKN-PHX sau khi đóng rắn. Ở mẫu nhựa M1, M2, tương ứng với tỷ lệ mol glycol : anhydride acid 0,9:1,0 và 1,0:1,0, các tính chất cơ lý như: độ bền kéo, độ bền uốn, độ bền va đập thấp hơn mẫu nhựa PEKN-SHCP, đồng thời, độ mài mòn cao hơn cho thấy khả năng chịu mài mòn của 2 mẫu nhựa PEKN này thấp hơn so với mẫu nhựa PEKN-SHCP. Khi tăng tỷ lệ mol glycol : anhydride acid lên 1,1:1,0 (mẫu M3), các

tính chất cơ lý của mẫu nhựa PEKN thu được cao hơn so với các tính chất cơ lý của mẫu nhựa PEKN-SHCP cùng loại. Tuy nhiên, khi tiếp tục tăng tỷ lệ mol glycol : anhydride acid lên 1,2:1,0, các tính chất cơ lý của mẫu nhựa có xu hướng giảm nhưng vẫn cao hơn tính chất cơ lý của mẫu nhựa PEKN-SHCP. Điều này cũng có thể được giải thích là do ảnh hưởng của lượng glycol dư trong hỗn hợp không tham gia vào quá trình phản ứng nên làm giảm tính chất cơ lý của mẫu nhựa tương tự như kết quả thu được ở phần 3.2. Theo tài liệu [13], độ bền kéo của nhựa PEKN sau khi đóng rắn dao động trong khoảng 34,5–103,5 MPa, như vậy, độ bền kéo của mẫu nhựa PEKN-PHX và PEKN-SHCP nằm trong khoảng giá trị yêu cầu, trong đó, mẫu nhựa M3 có tính chất cơ lý tốt nhất. Bảng 5: So sánh tính chất cơ lý của mẫu nhựa PEKN-PHX với mẫu nhựa PEKN-SHCP.

Đánh giá tính chất cơ lý của đá nhân tạo

Để đánh giá tính chất cơ lý trên sản phẩm đá nhân tạo sử dụng 2 loại nhựa nền PEKN – PHX mẫu M3 (S1) và PEKN – SHCP (S2), đã tiến hành chế tạo mẫu đá nhân tạo gốc thạch anh phổ biến nhất với thành phần cấp phối đặc trưng đã trình bày ở mục 2.4. Tính chất cơ lý của 2 mẫu đá nhân tạo thu được trình bày ở Bảng 6.

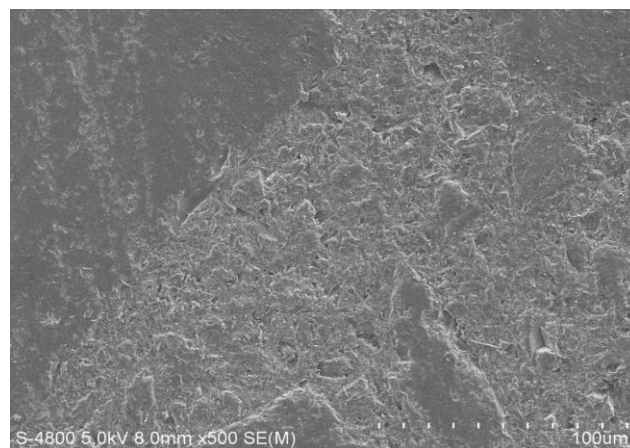
Bảng 6: So sánh tính chất cơ lý của đá nhân tạo sử dụng nhựa nền PEKN-PHX và PEKN-SHCP

Tính chất cơ lý	Tiêu chuẩn	S1	S2
Độ hút nước, %	≤ 0,05	0,0168	0,0182
Độ bền uốn, MPa	≥ 40	71,47	65,28
Độ mài mòn sâu, mm ³	≤ 175	102	102
Độ cứng bề mặt, Mohs	≤ 7,0	7,0	7,0
Độ bền va đập, J	≥ 3,0	8,3	6,8

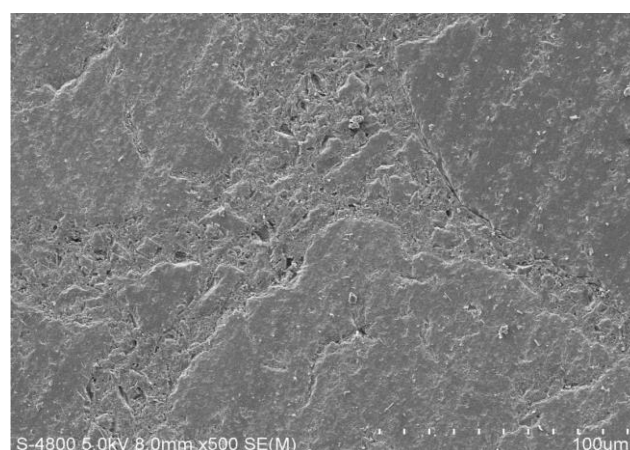
Từ bảng 6 nhận thấy, mẫu đá nhân tạo gốc thạch anh sử dụng nhựa nền PEKN-PHX tổng hợp được có độ bền va đập tăng 22,05%; độ bền uốn cao hơn 9,48 % và độ hấp thụ nước giảm 7,69% so với nhựa nền PEKN-SHCP; các tính chất cơ lý khác như: độ mài mòn sâu, độ cứng vạch bề mặt tương đương nhau và đạt giá trị tương ứng là 6,8 J; 102 mm³ và 7,0 Moh, và đều đạt yêu cầu theo tiêu chuẩn của sản phẩm đá nhân tạo gốc thạch anh. Điều này có thể được giải thích là do, hệ nhựa PEKN-PHX được tổng hợp trên cơ sở công thức phối liệu có sử dụng tỷ lệ glycol : anhydride acid tối ưu, kết hợp với tỷ lệ cấu tử DEG với cấu trúc phân tử mạch dài, giúp tăng độ đàn hồi của các phân tử nhựa PEKN-PHX.

Cấu trúc hình thái bề mặt mẫu đá nhân tạo

Cấu trúc hình thái bề mặt của 2 mẫu đá nhân tạo (S1 và S2) được xác định bằng phương pháp chụp ảnh hiển vi điện tử quét phát xạ trường (FESEM) với các độ phóng đại 500 lần và 1000 lần được trình bày ở hình 2 và hình 3.

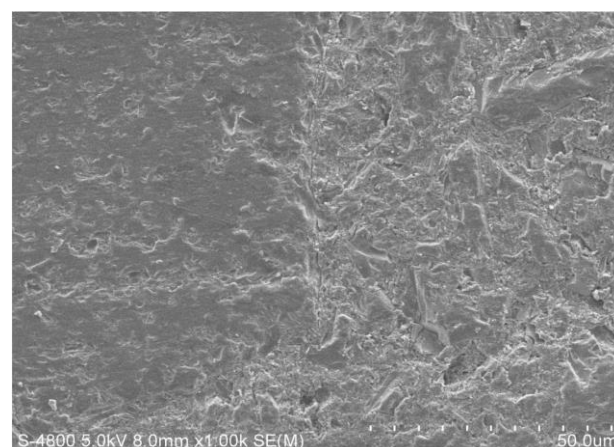


2a)

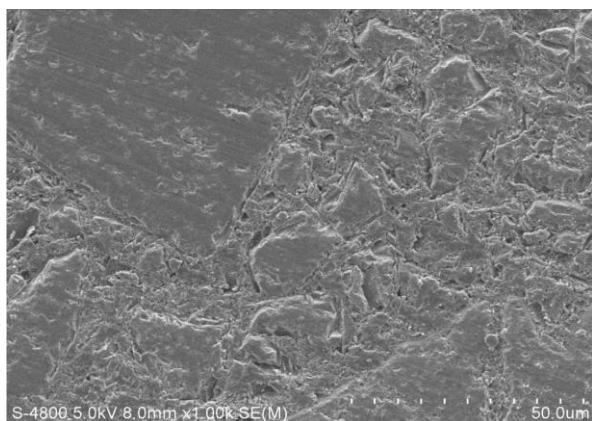


2b)

Hình 2: Ảnh FESEM của hai mẫu đá nhân tạo sử dụng hệ nhựa nền PEKN-PHX (2a) và PEKN-SHCP (2b) với độ phóng đại 500 lần



3a)



3b)

Hình 3: Ảnh FESEM của hai mẫu đá nhân tạo sử dụng hệ nhựa nền PEKN-PHX (3a) và PEKN-SHCP (3b) với độ phóng đại 1000 lần

Từ kết quả trên hình 2 và hình 3 nhận thấy, hạt cốt liệu thạch anh có kích thước hạt lớn nhất khoảng 1,2 mm. Cả hai mẫu đá nhân tạo, nhựa nền PEKN phân bố đều trên bề mặt các chất độn vô cơ SiO₂ và không quan sát thấy hiện tượng tách pha. Tuy nhiên, mẫu đá nhân tạo S1 (hình 2 a và 3 a) cho thấy bề mặt vật liệu có cấu trúc đặc chắc, ít lỗ rỗng tế vi so với mẫu đá S2, điều này được thể hiện bởi độ hấp thụ nước của mẫu đá nhân tạo S1 sử dụng nhựa PEKN-PHX thấp hơn so với mẫu S2 sử dụng PEKN-SHCP. Điều này khẳng định việc sử dụng chương trình nhiệt và công thức phối liệu đề xuất để tổng hợp nhựa PEKN-PHX đã cải thiện các tính chất cơ lý của hệ nhựa nền PEKN-PHX so với mẫu nhựa thương mại cùng loại của hãng SHCP.

Kết luận

Đã khẳng định được chương trình nhiệt độ tổng hợp nhựa PEKN theo phương pháp trùng ngưng cân bằng trong thể nóng chảy gồm 5 giai đoạn nâng nhiệt từng bậc đến nhiệt độ tối đa 200°C có độ ổn định cao, an toàn và độ lặp lại tốt đảm bảo nhận được nhựa đạt các chỉ tiêu chất lượng theo yêu cầu.

Kết quả khảo sát tỷ lệ mol glycol/anhydride acid trong công thức phối liệu cho thấy: Tổng tỷ lệ mol của nhóm glycol : nhóm anhydride acid là 1,1 : 1,0 cho sản phẩm nhựa có các thông số kỹ thuật tốt nhất và phù hợp nhất để ứng dụng trong sản xuất đá nhân tạo gia cường bằng cốt liệu thạch anh.

Kết quả ứng dụng nhựa PEKN – PHX tổng hợp được và mẫu nhựa thương mại PEKN –SHCP để chế tạo đá nhân tạo gốc thạch anh nhận thấy: chất lượng của sản phẩm đá nhân tạo sử dụng nhựa PEKN-PHX tổng hợp được từ đề tài có các chỉ tiêu kỹ thuật được tăng cường so với khi sử dụng nhựa PEKN-SHCP và đạt yêu cầu kỹ thuật theo tiêu chuẩn.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này được tài trợ bởi bởi quỹ Phát triển Chương trình nghiên cứu Độc lập cấp Quốc gia trong đề tài mã số ĐTĐL.CN-52/19.

Tài liệu tham khảo

1. V. V. Karshak, S. V. Vinogradova, Bfarksten Research Laboratories: Polyesters and their Applications, Reinhold, NewYork (1956) 194.
2. J. Goodman. Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Wiley, NewYork 12 (1988) 188.
3. J. Simitzis. Eur. Polym.J, 24(1) (1988) 87–92. [https://doi.org/10.1016/0014-3057\(88\)90131-0](https://doi.org/10.1016/0014-3057(88)90131-0)
4. X. Ramis, J. M.Salla. Polymer 36(18) (1955) 3511–3521.
5. E. Bureau, K. Chebli, C. Cabot, Eur. Polym. J. 37 (2001) 2169-2176. [https://doi.org/10.1016/S0014-3057\(01\)00114-8](https://doi.org/10.1016/S0014-3057(01)00114-8) .
6. P.B. Zetterlund, W. Weaver, and Johnson, Polym. React Eng 10 (14,2) (2002) 41 – 57.
7. A. Ahamad, M. Lubic, A. Mohan, M. Safeer, E.T. Thachil, Designed Monom. and Polym., 4(3) (2001) 261 –268. <https://doi.org/10.1163/1568555017505-36242>.
8. B. Cherian, E. T. Thachil, Polym. – Plastics Tecnol. and Eng., 44 (2005), 931 – 938. <https://doi.org/10.1081/PTE-200060872>.
9. M. Shah, E. Jomdervan, M. L Oudshoon, A.B de Haan. Chem. Eng. and Process. 50 (2011) 747 – 756 <https://doi.org/10.1016/j.cep.2011.06.009>.
10. M. Shah, A. A. Kiss, E. Zondervan, A. B. de Haan, Chem. Eng. J. 213 (2012) 175–185. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.10.003>.
11. T. V. Dieu, H. X. Nang, P. A. Tuan, D. T. Oanh. Polymer Composite Materials - Science and Technology, Publishing House for Science and Technology (2020) 23-24.
12. H. X. Nang et al, VN 25362 Vietnam Intellectual Property, MOST, to Phenikaa Group (2020)