



Nghiên cứu quá trình đóng rắn hệ epoxy thông qua sự thay đổi độ nhớt và độ quán nhám đánh giá sự hình thành cấu trúc mạng lưới polymer

Investigation of the curing process of an epoxy system through changes in viscosity and consistency for evaluating polymer network structure formation

Tăng Đức Nhiên^{1,*}, Bùi Đức Chính¹, Lê Văn Chung¹, Trần Việt Hoàng², Đào Quốc Tuy¹

¹ Khoa Kỹ thuật Hóa học, Trường Hóa và Khoa học Sự sống, Đại học Bách Khoa Hà Nội, số 1 Đại Cồ Việt, Hà Nội, Việt Nam

² Công ty TNHH PVChem-Tech, Tòa nhà Viện Dầu khí, 167 Trung Kính, Phường Yên Hòa, Hà Nội, Việt Nam

* Email: nhien.td252869M@sis.hust.edu.vn

ARTICLE INFO

Received: 18/08/2026

Accepted: 25/09/2026

Published: 30/09/2026

Keywords:

Bisphenol F epoxy; TETA;
curing process; viscosity evolution;
polymer network formation;
well plugging.

ABSTRACT

This study investigates the curing process of a Bisphenol F-based epoxy system through changes in viscosity and consistency to evaluate polymer network development. Three formulations, XD1, XD2, and XD3, containing 14.66, 15.43, and 16.20 phr TETA, respectively, were prepared and characterized by FT-IR, DSC, TGA, Fann Viscometer, and HTHP Consistometer. The results showed that viscosity decreased with increasing shear rate, with values of 8.5-12.0 cP at 88 °C. TETA content significantly affected curing behavior: XD1 reached 70 Bc after 4 h 56 min but did not reach 100 Bc, while XD2 and XD3 reached 100 Bc after 5 h 48 min and 4 h 30 min, respectively. The increase in consistency was attributed to the ring-opening reaction between epoxy and amine groups, leading to the formation of a crosslinked polymer network. These results demonstrate that viscosity and consistency changes can be used to evaluate epoxy curing behavior and support its application in well plugging.

Giới thiệu chung

Cùng với yêu cầu ngày càng cao về các giải pháp xử lý và gia cố giếng khoan, vật liệu polymer nhiệt rắn, đặc biệt là epoxy, đang nhận được sự quan tâm đáng kể nhờ khả năng đóng rắn tại chỗ và hình thành cấu trúc mạng có độ bền cao. Vật liệu epoxy có tiềm năng ứng dụng trong xử lý áp suất vành xuyên (SCP), trám bịt khe nứt, xử lý mất dung dịch và trám hủy giếng khoan. Quá trình đóng rắn epoxy là quá trình phản ứng hóa học giữa các nhóm chức của nhựa epoxy và chất đóng rắn, trong đó các phân tử và oligomer liên kết với nhau tạo thành cấu trúc polymer có mức độ liên kết chéo ngày càng cao. Sự

phát triển của cấu trúc mạng trong quá trình này có ảnh hưởng trực tiếp đến tính chất của vật liệu [1-2].

Trong quá trình đóng rắn, độ nhớt của hệ epoxy thay đổi đáng kể theo thời gian và nhiệt độ. Ở giai đoạn đầu, hệ tồn tại chủ yếu ở trạng thái lỏng, các phân tử có khả năng chuyển động và phản ứng tương đối thuận lợi. Khi phản ứng đóng rắn diễn ra, khối lượng phân tử và mật độ liên kết chéo tăng lên, làm độ nhớt của hệ tăng dần. Khi quá trình hình thành mạng polymer phát triển mạnh, độ nhớt có thể tăng nhanh và hệ tiến tới trạng thái gel hóa [3-4]. Do đó, sự thay đổi độ nhớt theo thời gian có thể được sử dụng như một thông số quan trọng để theo

đổi quá trình đóng rắn và đánh giá sự phát triển cấu trúc mạng của hệ epoxy.

Đối với hệ epoxy, quá trình đóng rắn có thể chuyển từ trạng thái lỏng sang gel và tiếp tục phát triển mạng polymer. Điểm gel là một trong những thông số đặc trưng quan trọng của quá trình đóng rắn polymer nhiệt rắn. Tại vùng gel hóa, các cấu trúc phân tử liên kết với nhau tạo thành mạng polymer 3 chiều liên tục, làm thay đổi rõ rệt tính lưu biến của hệ từ trạng thái nhớt sang trạng thái đàn hồi. Trong nghiên cứu lưu biến, điểm gel thường được xác định thông qua sự giao nhau giữa mô đun lưu trữ (G') và mô đun tổn hao (G''), trong khi phương pháp dựa trên sự gia tăng mạnh của độ nhớt cũng có thể được sử dụng để xác định thời điểm gel hóa [5].

Nhiệt độ đóng rắn có ảnh hưởng mạnh đến tốc độ phản ứng và sự phát triển cấu trúc mạng polymer. Khi nhiệt độ tăng, tốc độ phản ứng đóng rắn thường tăng, dẫn đến sự gia tăng độ nhớt nhanh hơn và thời gian đạt gel giảm. Vì vậy, việc khảo sát đường cong độ nhớt và thời gian ở các nhiệt độ khác nhau cho phép đánh giá sự phụ thuộc của quá trình đóng rắn vào nhiệt độ, đồng thời cung cấp cơ sở để xác định khoảng thời gian thi công và điều kiện đóng rắn phù hợp [3,6]. Các nghiên cứu thực nghiệm sử dụng phương pháp đo lưu biến kết hợp với DSC đã cho thấy sự thay đổi độ nhớt theo thời gian có thể được mô tả bằng các mô hình lưu biến hóa học, qua đó liên hệ sự phát triển độ nhớt với độ quán của phản ứng đóng rắn [5].

Đối với hệ epoxy sử dụng ứng dụng trong trám giếng khoan dầu khí cần yêu cầu kiểm soát chặt chẽ thời gian thi công và quá trình hình thành cấu trúc, việc xác định độ quán trước khi đóng rắn có ý nghĩa đặc biệt quan trọng. Đặc biệt, sự phát triển nhanh của độ nhớt có thể làm giảm khả năng chảy và khả năng điền đầy của vật liệu trước khi hoàn thành quá trình định hình vào các khe nứt. Việc theo dõi sự biến thiên độ nhớt không chỉ cho phép xác định thời gian gel hóa mà còn góp phần đánh giá khoảng thời gian gia công của hệ epoxy [6]. Trên cơ sở đó, nghiên cứu này tập trung khảo sát độ quán của quá trình đóng rắn hệ epoxy thông qua sự thay đổi độ nhớt theo thời gian ở các điều kiện nhiệt độ xác định. Các đường cong độ nhớt theo thời gian được sử dụng để đánh giá tốc độ gia tăng độ nhớt, xác định thời điểm gel hóa và phân tích quá trình hình thành cấu trúc mạng polymer. Kết quả nghiên cứu là cơ sở để làm rõ mối quan hệ giữa điều kiện đóng rắn, sự thay đổi độ nhớt và quá trình hình thành mạng lưới polymer của hệ epoxy, từ đó xác định điều kiện đóng rắn phù hợp và tối ưu thời gian bơm của hệ epoxy trước khi tiến hành các thử nghiệm ứng dụng thực tế.

Phương pháp nghiên cứu và thực nghiệm

Hóa chất, vật liệu

Hệ epoxy nghiên cứu gồm 3 cấu tử chính: nhựa epoxy nền Bisphenol F, chất pha loãng phản ứng Butyl Glycidyl Ether (BGE) và chất đóng rắn Triethylenetetramine (TETA). Các hóa chất sử dụng gồm nhựa epoxy Bisphenol F (BPF), Butyl Glycidyl Ether (BGE) và Triethylenetetramine (TETA), được cung cấp từ các nhà sản xuất hóa chất tại Trung Quốc, với độ tinh khoảng 98%. Các hóa chất được bảo quản trong chai kín, tại nhiệt độ phòng (25 ± 2 °C), tránh ánh sáng và ẩm.

Thành phần và tỷ lệ phối trộn của hệ được lựa chọn nhằm kiểm soát độ nhớt ban đầu, khả năng phản ứng và sự phát triển cấu trúc mạng polymer trong quá trình đóng rắn.

- Nhựa epoxy Bisphenol F có ưu điểm về độ nhớt tương đối thấp, thuận lợi cho việc phát triển các hệ epoxy có khả năng chảy và bơm; việc điều chỉnh độ nhớt của nhựa Bisphenol F bằng các cấu tử epoxy có độ nhớt thấp đã được chứng minh có hiệu quả trong các nghiên cứu gần đây [7] nên được sử dụng làm cấu tử nền của hệ, là nhựa epoxy 2 chức dạng lỏng, nghiên cứu đã chuẩn độ đương lượng epoxy (EEW) có giá trị bằng 170 g/eq theo tiêu chuẩn ASTM D1652 [8].

- Butyl Glycidyl Ether (BGE) được sử dụng làm chất pha loãng phản ứng đơn chức. BGE chứa một nhóm epoxy dạng glycidyl có khả năng tham gia phản ứng mở vòng với các nhóm amine trong quá trình đóng rắn, nghiên cứu đã chuẩn độ đương lượng epoxy (EEW) có giá trị bằng 130,18 g/eq. Việc bổ sung BGE nhằm giảm độ nhớt ban đầu của hệ, đồng thời cho phép cấu tử này tham gia vào quá trình hình thành mạng polymer sau đóng rắn [9].

- Triethylenetetramine (TETA) được sử dụng làm chất đóng rắn amine. TETA chứa các nhóm amine bậc 1 và bậc 2 với các hydro hoạt tính có khả năng phản ứng với nhóm epoxy, thúc đẩy quá trình mở vòng epoxy và hình thành mạng polymer liên kết ngang. Việc sử dụng TETA cho phép khảo sát sự phát triển độ nhớt của hệ theo thời gian và đánh giá độ quán của quá trình hình thành mạng polymer [10-11].

Phương pháp tính toán và tỷ lệ phối trộn

Tỷ lệ phối trộn của hệ epoxy được xác định dựa trên phương pháp cân bằng đương lượng giữa nhóm epoxy và hydro hoạt tính của chất đóng rắn amine. Trong nghiên cứu, nhựa Bisphenol F có đương lượng epoxy (EEW) được xác định bằng phương pháp chuẩn độ là 170 g/eq, trong khi BGE là epoxy đơn chức có EEW = 130,18 g/eq. Tỷ lệ Bisphenol F:BGE được lựa chọn lần lượt là 100:33,33 phr.

Với 100 g Bisphenol F nền, số đương lượng epoxy của nhựa được tính:

$$n_{\text{BPF}} = 100/170 = 0,5882 \text{ eq}$$

Đối với 33,33 g chất pha loãng BGE:

$$n_{\text{BGE}} = 33,33/130,18 = 0,2560 \text{ eq}$$

Do đó, tổng số đương lượng epoxy của hỗn hợp Bisphenol F và BGE là:

$$\sum n_{\text{BPF}} + n_{\text{BGE}} = 0,5882 + 0,2560 = 0,8442 \text{ eq}$$

Tổng khối lượng của 2 cấu tử epoxy là:

$$m_{\text{epoxy}} = 100 + 33,33 = 133,33 \text{ g}$$

Từ đó, đương lượng epoxy của hỗn hợp Bisphenol F/BGE được xác định theo:

$$\text{EEW}_{\text{mix}} = 133,33/0,8442 = 157,93 \text{ g/eq}$$

Đối với chất đóng rắn TETA, khối lượng phân tử của TETA là 146,23 g/mol. TETA có tổng cộng 6 hydro hoạt tính có khả năng tham gia phản ứng với các nhóm epoxy, do đó đương lượng hydro hoạt tính (AHEW) được tính:

$$\text{AHEW}_{\text{TETA}} = 146,23/6 = 24,37 \text{ g/eq}$$

Để đảm bảo cân bằng đương lượng giữa nhóm epoxy và hydro hoạt tính, lượng TETA cần sử dụng cho 100 phần khối lượng hỗn hợp epoxy được tính theo:

$$\text{TETA}_{\text{phr}} = 24,37/157,93 \times 100 = 15,43 \text{ phr}$$

Như vậy, 15,43 phr TETA được xác định là lượng chất đóng rắn lý thuyết cho đơn phối trộn trung tâm (XD2), tương ứng với tỷ lệ cân bằng đương lượng giữa các nhóm epoxy của Bisphenol F/BGE và hydro hoạt tính của TETA. Từ tỷ lệ lý thuyết này, ba đơn phối trộn được thiết kế với hàm lượng nhựa Bisphenol F (100 g) và chất pha loãng BGE (33,33 g) giữ cố định nhằm đánh giá ảnh hưởng của hàm lượng chất đóng rắn đến quá trình đóng rắn và sự phát triển độ nhớt. Trong đó, đơn trung tâm XD2 sử dụng 15,43 phr TETA; hai đơn XD1 và XD3 lần lượt giảm và tăng 5% lượng TETA so với đơn trung tâm, tương ứng với khối lượng TETA bổ sung là 14,66 phr (XD1) và 16,20 phr (XD3).

Thực nghiệm

Bước 1. Chuẩn bị 3 mẫu hỗn hợp nhựa nền, mỗi mẫu gồm 100 g nhựa epoxy Bisphenol F phối trộn với 33,33 g chất pha loãng phản ứng BGE, tương ứng tỷ lệ khối lượng 3:1.

Bước 2. Khuấy hỗn hợp ở tốc độ 300 vòng/phút trong 30 phút cho đến khi hỗn hợp đồng nhất.

Bước 3. Lần lượt bổ sung chất đóng rắn TETA vào 3 mẫu XD1, XD2 và XD3 với hàm lượng tương ứng là 14,66; 15,43 và 16,20 phr.

Bước 4. Tiếp tục khuấy ở 300 vòng/phút, tại nhiệt độ thường, áp suất khí quyển và không gia nhiệt, cho đến khi TETA phân bố đồng đều trong hỗn hợp.

Bước 5. Sau khi phối trộn, mẫu được sử dụng ngay để thực hiện các phép đánh giá, theo dõi độ đặc quánh và quá trình đóng rắn.

Bảng 1: Thành phần phối trộn của XD1, XD2 và XD3

Thành phần	Đơn vị	XD1	XD2	XD3
Bisphenol F	g	100	100	100
BGE	g	33,33	33,33	33,33
TETA	phr	14,66	15,43	16,20
TETA	g	19,55	20,57	21,60

Các phương pháp nghiên cứu đặc trưng

Phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FT-IR): Xác định các nhóm chức đặc trưng của nhựa epoxy nền Bisphenol F trước khi tiến hành phối trộn.

Phân tích nhiệt trọng lượng (TGA): Đánh giá độ ổn định nhiệt và đặc tính phân hủy nhiệt của nhựa epoxy, qua đó xác định khoảng nhiệt độ mà vật liệu duy trì độ ổn định.

Nhiệt lượng quét vi sai (DSC): Xác định các đặc tính nhiệt, hiệu ứng nhiệt của nhựa nền và các đặc trưng liên quan đến quá trình đóng rắn.

Các phương pháp nghiên cứu độ quánh của quá trình đóng rắn

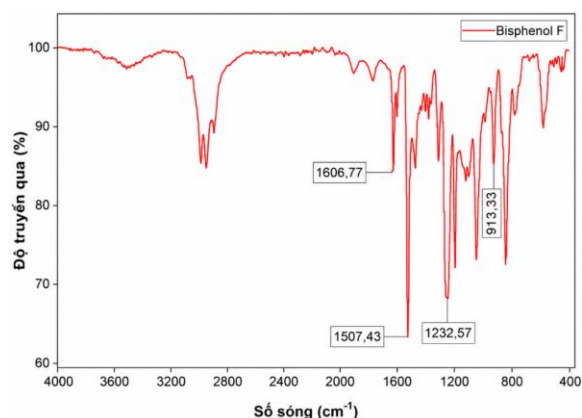
Tính lưu biến: Được đo bằng máy Fann Viscometer Model 35 tại 6 tốc độ quay theo tiêu chuẩn API ở 27°C và 88°C nhằm đánh giá trạng thái chảy và sự thay đổi tính chất lưu biến của hệ.

Thời gian đặc quánh: Được thử nghiệm trên thiết bị HTHP Consistometer, nhiệt độ 90 °C và áp suất 35,6 MPa được lựa chọn theo điều kiện ứng dụng thực tế của các đối tượng Miocen tại thềm lục địa Việt Nam, phù hợp với điều kiện đang được Vietsovpetro, Schlumberger, Halliburton và Baker Hughes sử dụng.

Kết quả và thảo luận

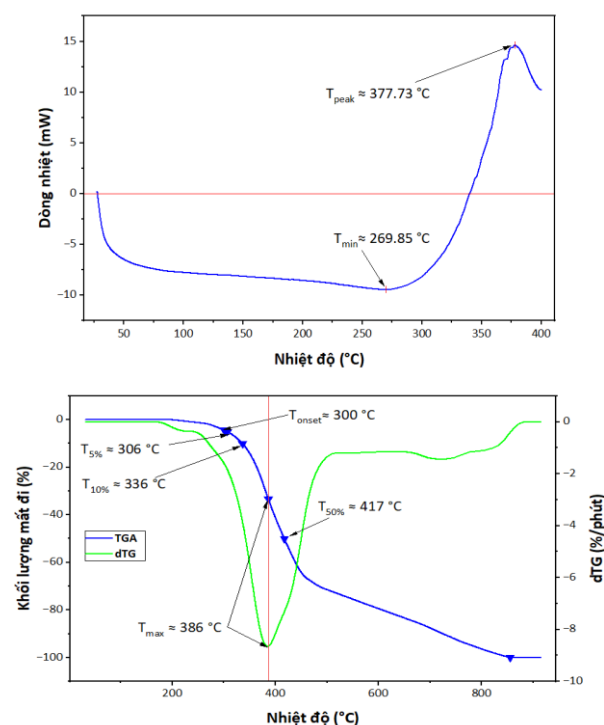
Để xác định các nhóm chức đặc trưng của nhựa epoxy nền Bisphenol F và làm cơ sở đánh giá sự biến đổi cấu trúc trong quá trình đóng rắn, phổ FT-IR của mẫu nhựa ban đầu được phân tích và trình bày tại Hình 1.

Phổ FT-IR của nhựa epoxy nền Bisphenol F tại Hình 1 cho thấy các dải hấp thụ đặc trưng của cấu trúc epoxy và vòng thơm. Dải hấp thụ tại 1606,77 và 1507,43 cm^{-1} được quy cho dao động kéo giãn liên kết C=C của vòng thơm, đặc trưng cho cấu trúc Bisphenol F. Các dải hấp thụ trong vùng ~2900 cm^{-1} liên quan đến dao động kéo giãn C-H của các nhóm aliphatic $-\text{CH}_2-$.



Hình 1: Phổ FT-IR của nhựa epoxy nền Bisphenol F

Đỉnh tại $1232,57\text{ cm}^{-1}$ đặc trưng cho dao động kéo giãn C-O-C liên quan đến cấu trúc ether trong nhựa epoxy. Đặc biệt, dải hấp thụ tại $913,33\text{ cm}^{-1}$ là tín hiệu đặc trưng của dao động vòng oxirane (epoxy), cho thấy các nhóm epoxy vẫn tồn tại trong nhựa nền và có khả năng tham gia phản ứng với chất đóng rắn amine. Ngoài ra, vùng hấp thụ rộng khoảng $3200\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$ có thể liên quan đến dao động kéo giãn O-H của các nhóm hydroxyl. Các tín hiệu đặc trưng trên xác nhận sự hiện diện của vòng thơm, nhóm ether và nhóm epoxy trong nhựa Bisphenol F, phù hợp với cấu trúc hóa học của nguyên liệu được sử dụng cho quá trình đóng rắn.



Hình 2 : Giải đồ DSC (trên) và TGA/DTG (dưới) của nhựa Bisphenol F

Sau khi xác định các nhóm chức đặc trưng của nhựa epoxy nền bằng phổ FT-IR, đặc tính nhiệt của nhựa Bisphenol F được khảo sát bằng phương pháp phân tích

nhệt quét vi sai (DSC) và phân tích nhiệt trọng lượng (TGA). Việc phân tích nhằm đánh giá đặc tính nhiệt, độ ổn định và khoảng nhiệt độ làm việc phù hợp của nguyên liệu trước khi tiến hành phối trộn và đóng rắn. Kết quả phân tích DSC và TGA được trình bày tại Hình 2.

Phân tích DSC/TGA được thực hiện với tốc độ gia nhiệt $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ trong môi trường khí N_2 . Khối lượng mẫu sử dụng khoảng 5-10 mg đối với phép đo DSC và 5-15 mg đối với phép đo TGA. Kết quả DSC xác định nhiệt độ cực tiểu khoảng $269,85\text{ }^{\circ}\text{C}$ và nhiệt độ peak $377,73\text{ }^{\circ}\text{C}$; đối với TGA/DTG, nhiệt độ bắt đầu phân hủy khoảng $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ và nhiệt độ đạt tốc độ phân hủy cực đại khoảng $386\text{ }^{\circ}\text{C}$. Từ khoảng $270\text{ }^{\circ}\text{C}$, đường DSC bắt đầu xuất hiện sự thay đổi rõ rệt, với cực tiểu tại $269,85\text{ }^{\circ}\text{C}$, tiếp theo là tín hiệu nhiệt đạt cực đại tại $377,73\text{ }^{\circ}\text{C}$. Các tín hiệu này được cho là liên quan đến quá trình biến đổi và phân hủy nhiệt của nhựa khi nhiệt độ tăng cao.

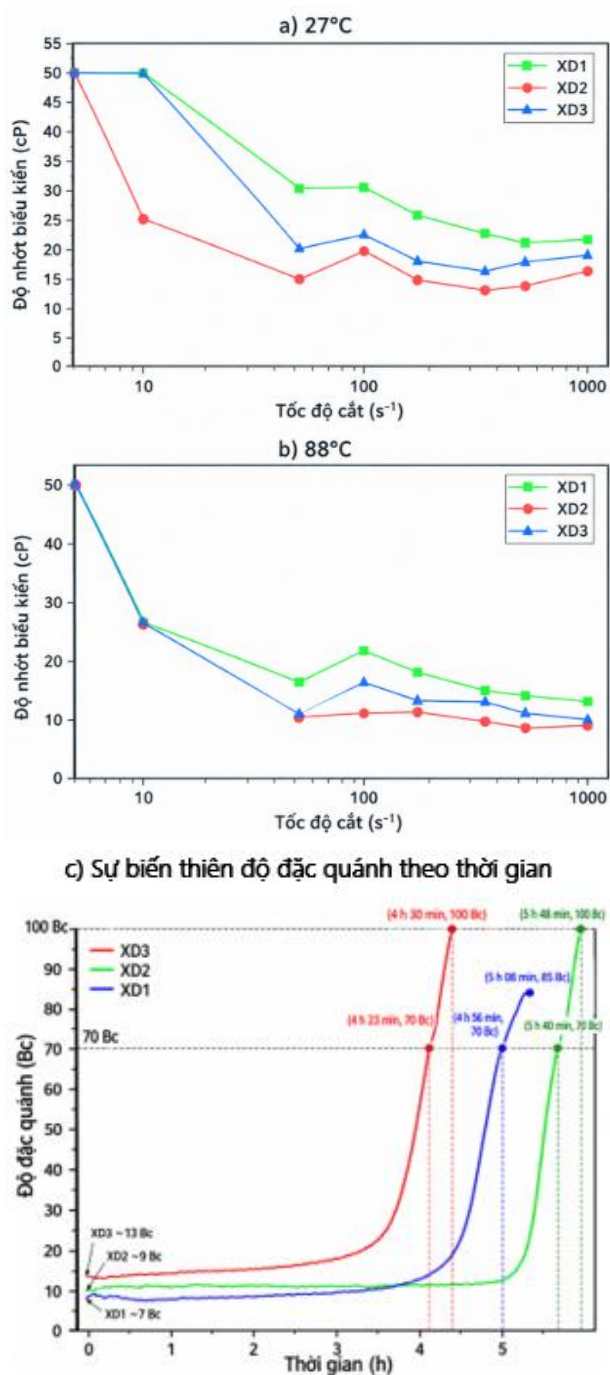
Ở vùng nhiệt độ dưới $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, khối lượng mẫu gần như không thay đổi, với mức hao hụt nhỏ hơn 0,2%, cho thấy nhựa có độ ổn định nhiệt tốt trong vùng nhiệt độ thấp. Quá trình phân hủy nhiệt bắt đầu rõ rệt từ khoảng $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong khi tốc độ phân hủy đạt cực đại tại khoảng $386\text{ }^{\circ}\text{C}$. Các nhiệt độ tương ứng với mức hao hụt khối lượng 5%, 10% và 50% lần lượt là $T_{5\%} \approx 306\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{10\%} \approx 336\text{ }^{\circ}\text{C}$ và $T_{50\%} \approx 417\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Hình 3 biểu diễn sự phụ thuộc của độ nhớt biểu kiến vào tốc độ cắt của 3 hệ XD1, XD2 và XD3 trước khi tiến hành khảo sát độ quán tính của quá trình đóng rắn. Cả 3 hệ đều thể hiện xu hướng độ nhớt giảm khi tốc độ cắt tăng, đặc trưng cho dòng chảy loãng theo lực cắt. Tại $27\text{ }^{\circ}\text{C}$, ở tốc độ cắt 1000 s^{-1} (ứng với 600 rpm trên Bảng 2), độ nhớt biểu kiến của XD1, XD2 và XD3 lần lượt đạt 21,5; 16,5 và 19,0 cP. Khi tăng nhiệt độ lên $88\text{ }^{\circ}\text{C}$, độ nhớt của các hệ giảm xuống còn 12,0; 8,5; và 9 cP, cho thấy nhiệt độ làm giảm đáng kể sức cản dòng chảy và tạo điều kiện thuận lợi cho chuyển động phân tử.

Bảng 2: Tổng hợp độ nhớt biểu kiến ở 27 và $88\text{ }^{\circ}\text{C}$, thời gian đạt 70 Bc, 100 Bc và Δt (70→100) của XD1, XD2, XD3

Mẫu	Độ nhớt biểu kiến ở $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ tại các tốc độ quay (rpm) (cP)						Độ nhớt biểu kiến tại 600 rpm (cP)		Thời gian (h)		Δt (70→100) (phút)
	3	6	60	100	200	300	$27\text{ }^{\circ}\text{C}$	$88\text{ }^{\circ}\text{C}$	Đạt 70 Bc	Đạt 100 Bc	
XD1	50	50	30	25,5	22,5	21	21,5	12	4 giờ 56 phút	-	-
XD2	50	25	20	15	13,5	14	16,5	8,5	5 giờ 40 phút	5 giờ 48 phút	8 phút
XD3	50	50	22,5	18	16,5	18	19	9	4 giờ 23 phút	4 giờ 30 phút	7 phút

Khi phản ứng giữa nhóm epoxy và amine diễn ra, mức độ liên kết ngang tăng dần làm hạn chế chuyển động phân tử và dẫn đến sự gia tăng độ nhớt của hệ. Do đó độ nhớt ban đầu, tốc độ tăng độ nhớt và thời điểm độ nhớt tăng mạnh có thể được sử dụng để đánh giá tốc độ hình thành mạng lưới polymer và xác định sự chuyển tiếp của hệ từ trạng thái lỏng sang trạng thái gel.



Hình 3: Độ nhớt biểu kiến theo tốc độ cắt của mẫu ở 27°C (hình a) và 88°C (hình b) và đường cong đặc quánh quá trình đóng rắn biểu diễn sự biến thiên độ đặc quánh theo thời gian của các hệ epoxy XD1, XD2 và XD3 tại 90°C và áp suất 35,6 Mpa (hình c)

Hệ XD1, với hàm lượng TETA thấp nhất, có độ đặc quánh ban đầu khoảng 7 Bc và tăng tương đối chậm, đạt 70 Bc sau 4 giờ 56 phút. Tuy nhiên độ đặc quánh tiếp tục tăng chậm và chỉ đạt khoảng 85 Bc tại 5 giờ 08 phút, chưa đạt ngưỡng 100 Bc trong thời gian khảo sát. Kết quả này cho thấy tốc độ phản ứng giữa các nhóm epoxy và amine trong XD1 tương đối thấp, dẫn đến quá trình phát triển liên kết ngang và hình thành mạng polymer diễn ra từ từ.

Hệ XD2 là đơn trung tâm tính theo lý thuyết, có độ đặc quánh ban đầu khoảng 9 Bc và duy trì ổn định trong thời gian dài nhất, với thời điểm đạt 70 Bc sau 5 giờ 40 phút. Sau khi đạt 70 Bc, hệ tiếp tục tăng nhanh và đạt 100 Bc sau 8 phút, tương ứng thời gian đặc quánh khoảng 5 giờ 48 phút. Đặc tính này cho thấy XD2 đạt được sự cân bằng phù hợp giữa hàm lượng TETA và số lượng nhóm epoxy, giúp tốc độ phản ứng ở giai đoạn đầu được kiểm soát, hạn chế hình thành mạng polymer quá sớm và duy trì khả năng bơm trong thời gian dài.

Đối với hệ XD3 duy trì độ đặc quánh ban đầu tương đối ổn định ở khoảng 13 Bc, nhưng quá trình tăng độ đặc quánh diễn ra sớm và mạnh. Hệ đạt 70 Bc sau 4 giờ 23 phút, là thời điểm sớm nhất trong 3 hệ, và chỉ mất khoảng 7 phút để tăng từ 70 lên 100 Bc. Điều này cho thấy hàm lượng TETA cao làm tăng số lượng tâm phản ứng của amine, thúc đẩy phản ứng mở vòng epoxy và quá trình hình thành liên kết ngang. Khi mức độ chuyển hóa tăng, cấu trúc mạng polymer phát triển nhanh, làm độ đặc quánh tăng đột ngột và hệ nhanh chóng chuyển sang trạng thái gel hóa. XD3 có tốc độ đóng rắn cao nhưng thời gian duy trì trạng thái có khả năng bơm ngắn hơn.

Sự tương quan giữa đặc tính lưu biến, đường cong độ đặc quánh theo thời gian và cơ chế phản ứng epoxy-amine cho thấy công thức XD2 có sự cân bằng phù hợp nhất giữa khả năng chảy và tốc độ đóng rắn. Ở trạng thái ban đầu, XD2 duy trì độ nhớt và độ đặc quánh tương đối thấp và ổn định, cho phép hệ duy trì khả năng bơm trong thời gian dài. Khi phản ứng đóng rắn diễn ra, độ đặc quánh tăng dần và chuyển sang giai đoạn tăng nhanh khi hệ tiến gần trạng thái gel hoá, phản ánh sự phát triển mạnh của mạng polymer liên kết ngang. Đặc điểm này cho thấy quá trình đóng rắn của hệ chịu ảnh hưởng trực tiếp bởi hàm lượng TETA và mức độ phát triển cấu trúc mạng trong quá trình phản ứng.

Kết luận

Nghiên cứu đã xây dựng và khảo sát 3 hệ epoxy XD1, XD2 và XD3 trên cơ sở Bisphenol F/BGE/TETA nhằm đánh giá mối quan hệ giữa đặc tính lưu biến, độ quánh và sự hình thành mạng polymer. Kết quả FT-IR, DSC và

TGA cho thấy nhựa Bisphenol F có cấu trúc đặc trưng và độ ổn định nhiệt phù hợp với điều kiện nghiên cứu. Độ nhớt biểu kiến của các hệ đều giảm khi tốc độ cắt tăng, với độ nhớt tại 88°C trong khoảng 8,5-12,0 cP. Hàm lượng TETA trong khoảng khảo sát từ 14,66-16,20 phr ảnh hưởng rõ rệt đến tốc độ tăng độ đặc quánh và thời gian đóng rắn của hệ.

Trong 3 hệ được khảo sát, XD1 đóng rắn chậm và không đạt 100 Bc, trong khi XD3 đạt 70 Bc sớm nhất sau 4 giờ 23 phút và 100 Bc sau khoảng 7 phút. XD2 đạt 70 Bc sau 5 giờ 40 phút và 100 Bc sau 8 phút, thể hiện sự cân bằng giữa thời gian duy trì khả năng bơm và tốc độ đóng rắn. Nghiên cứu cho thấy XD2 là công thức tối ưu dựa trên tỉ lệ tính toán giữa lý thuyết và thực nghiệm cho sự biến thiên độ nhớt, độ đặc quánh theo thời gian có thể sử dụng để đánh giá quá trình đóng rắn và sự phát triển mạng polymer, làm cơ sở cho nghiên cứu ứng dụng trám giếng khoan dầu khí.

Tài liệu tham khảo

1. C. Garschke, P.P. Parlevliet, C. Weimer, B.L. Fox, *Polym. Test.*, 32(1) (2013) 150–157. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2012.09.011>
2. A. Shundo, S. Yamamoto, K. Tanaka, *JACS Au*, 2(7) (2022) 1522–1542. <https://doi.org/10.1021/jacsau.2c00120>
3. M.H. Karami, M.R. Kalaei, S. Mazinani, M. Shakiba, S. Shafiei Navid, M. Abdouss, A. Beig Mohammadi, W. Zhao, M. Koosha, Z. Song, T. Li, *Molecules*, 27(9) (2022) 2870. <https://doi.org/10.3390/molecules27092870>
4. M. Müller-Pabel, J.A. Rodríguez Agudo, M. Gude, *Polym. Test.*, 114 (2022) 107701. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2022.107701>
5. Z. Zhou, R. Bai, M. Ren, J. Sun, Z. Zhou, Q. Hu, C. Wang, *Polym. Polym. Compos.*, 19(4–5) (2011) 345–350. <https://doi.org/10.1177/0967391111019004-514>
6. X. Yang, H. Chen, Y. Wang, W. Zheng, J. Sun, Y. Liu, J. Zhou, *Molecules*, 31(4) (2026) 640. <https://doi.org/10.3390/molecules31040640>
7. J. Wei, J. Yan, S. Li, J. Li, Z. Wu, *Polymers*, 16(19) (2024) 2759. <https://doi.org/10.3390/polym16192759>
8. ASTM International, ASTM D1652-24: Standard Test Methods for Epoxy Content of Epoxy Resins, ASTM International, West Conshohocken, PA (2024).
9. Q. Yuan, Z. Wang, H. Yao, J. Huang, S. Zuo, H. Huang, *Int. J. Adhes. Adhes.*, 126 (2023) 103473. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2023.103473>
10. S.M.A. Soliman, M. Abdelhakim, M.W. Sabaa, *BMC Chem.*, 18(1) (2024) 211. <https://doi.org/10.1186/s13065-024-01319-8>
11. D. Matykiewicz, B. Dudziec, *ACS Omega*, 10(5) (2025) 4353–4366. <https://doi.org/10.1021/acsomega.4c06532>