

KHẢO SÁT MỘT SỐ YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN TÍNH CHẤT CỦA COMPOSITE TỪ NHỰA POLYESTER KHÔNG NO VÀ BỘT ĐÁ PHÉ THẢI

INVESTIGATION INTO SOME FACTORS AFFECTING THE PROPERTIES OF THE COMPOSITES BASED ON UNSATURATED POLYESTER AND WASTE STONE POWDERS

Đoàn Thị Thu Loan

Trường Đại học Bách khoa - Đại học Đà Nẵng; dtlloan@dut.udn.vn

Tóm tắt - Mục tiêu của nghiên cứu nhằm khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến tính chất của composite trên cơ sở nhựa polyester không no (UPE) và bột đá phế thải từ Làng đá Non Nước, thành phố Đà Nẵng. Mẫu composite được chế tạo bằng công nghệ đúc ép. Áp lực và thời gian ép được lựa chọn thích hợp tương ứng là 40 Psi và 2h. Các phép đo cơ lý kéo, uốn, nén và va đập được thực hiện nhằm khảo sát ảnh hưởng của kích thước hạt và hàm lượng bột đá đến các tính chất của composite nền nhựa polyester không no. Bề mặt phá hủy của mẫu composite cũng được khảo sát bằng Kính hiển vi điện tử quét. Kết quả phân tích cho thấy, độ bền composite giảm khi kích thước hạt và hàm lượng bột đá tăng, đặc biệt đối với bột đá ướt.

Từ khóa - Composite; bột đá; polyester không no; tính chất cơ lý; Kính hiển vi điện tử quét (SEM).

1. Đặt vấn đề

Việt Nam có hàng trăm mỏ đá phân bố chủ yếu ở miền Bắc và miền Trung. Việc khai thác, chế tác đá đã gây ô nhiễm môi trường do bụi, đá phế thải từ công trình, các xưởng chế tác đá làm ảnh hưởng đến sức khỏe của người lao động và cảnh quan. Tại Làng đá Non Nước, thành phố Đà Nẵng nghề chế tác đá là một nghề lâu đời và phát triển đã và đang thải ra môi trường lượng lớn đá phế thải khô (đá dăm) và đá phế thải ướt (vết từ các hồ chứa). Trong đó, có khoảng 50% lượng đá phế thải khô được nghiền và bán cho các cơ sở sản xuất gạch, đúc tượng và các sản phẩm mỹ nghệ khác, lượng đá khô còn lại được thải ra bờ bãi ở những bãi đất trống. Riêng lượng bột đá ướt từ bể lắng được xúc lên định kỳ, đổ đông ngoài trời và thỉnh thoảng được thuê xe chở đi đổ những nơi khác. Như vậy, lượng đá phế thải ra môi trường tại làng chế tác đá Non Nước là rất lớn gây ô nhiễm môi trường và ảnh hưởng đến cảnh quan khu vực.

Mặt khác, khi xã hội ngày càng phát triển nhu cầu của con người đối với mọi sản phẩm về chất lượng và số lượng ngày càng cao, yêu cầu đáp ứng ngày càng khắc khe hơn về các tính năng sử dụng như độ bền, khả năng chịu nước, chịu nhiệt, tính thẩm mỹ... Một loại vật liệu mới có khả năng đáp ứng những yêu cầu trên đó là vật liệu composite. Hiện nay, ở nước ta việc nghiên cứu và sử dụng vật liệu composite đã bắt đầu phát triển. Để chế tạo composite cần có vật liệu nền (Polymer, kim loại hoặc ceramic) và vật liệu cốt (dạng sợi, hạt,...). Các vật liệu cốt dạng hạt có thể sử dụng khá phổ biến hiện nay trong chế tạo composite là bột vô cơ (Talc, cao lanh, bột đá thương phẩm với thành phần chính là calciumcarbonate,...) và bột hữu cơ (bột gỗ, mụn xơ dừa,...).

Việc nghiên cứu tận dụng bột đá phế thải đã được thực hiện bởi nhiều nhà khoa học trong những ứng dụng khác

Abstract - This study is to investigate some factors affecting the properties of the composites based on unsaturated polyester (UPE) and waste stone powders from Non Nuoc stone village, Danang city. The composite specimens were prepared by compression molding. The pressure of 40 Psi and pressing time of 2 hours were chosen. The mechanical tests including tensile, bending, compression and impact testing were carried out in order to investigate the influences of particle size and content of the waste stone powders on the properties of the stone powders/UPE composites. The fracture surfaces of the composites were also investigated by using scanning electron microscopy. The results showed that, the mechanical properties of the composites decreased while particle size and content of the waste stone powders increased, especially for the wet waste stone powders.

Key words - Composite; stone powder; unsaturated polyester; mechanical properties; Scanning Electron Microscope (SEM).

nhau như sản xuất xi măng, bê tông, gạch [1, 2]... Tuy nhiên, những nghiên cứu ứng dụng bột đá phế thải trong chế tạo composite vẫn còn hạn chế [3, 4].

Chính vì vậy, trong nghiên cứu này tác giả khảo sát điều kiện gia công và các yếu tố ảnh hưởng đến tính chất của composite trên cơ sở nhựa polyester không no và bột đá phế thải Non Nước, nhằm tạo ra một vật liệu có độ bền thích hợp cho một số ứng dụng từ nguồn bột đá phế thải, chủ động nguồn nguyên liệu, có thể thay thế một phần hoặc hoàn toàn bột đá thương phẩm trong chế tạo composite và có thể giảm giá thành sản phẩm, đồng thời góp phần hạn chế ô nhiễm môi trường do bột đá phế thải gây nên.

2. Thử nghiệm

2.1. Vật liệu

Nhựa polyester không no Polyplex Resin xuất xứ Nuplex Industries Limited, New Zealand.

Đá phế thải được thu gom từ làng đá Non Nước - thành phố Đà Nẵng. Đá phế thải khô có độ ẩm thấp (<0,2%) không cần phơi hoặc sấy được đập đến kích thước dưới 2 cm trước khi đưa vào nghiền. Bột đá phế thải ướt khi thu gom có độ ẩm cao được phơi ngoài trời 3 ngày hoặc sấy ở 100 - 105°C đến độ ẩm dưới 0,2%. Sau đó, đá phế thải khô và ướt được nghiền trong máy nghiền bi với buồng nghiền 5 lít, tốc độ quay 50 vòng/phút trong thời gian 300 phút thu được bột đá khô (BĐ-K) và 30 phút thu được bột đá ướt (BĐ-U) [5]. Các bột đá khô và ướt sau khi nghiền được phân loại kích thước để khảo sát tính chất.

2.2. Gia công composite

Mẫu composite từ nhựa UPE và bột đá được tạo bằng công nghệ đúc ép, gồm các bước sau:

- Nhựa UPE được trộn với bột đá theo các tỉ lệ khác nhau, dùng máy khuấy khuấy hỗn hợp trong 15 ÷ 30 phút

đảm bảo bột đá phân tán đồng đều. Hỗn hợp sau đó được cho chất khơi mào MEKP vào với hàm lượng 1%, khuấy đều để có hỗn hợp đồng nhất chuẩn bị gia công.

- Chuẩn bị khuôn: Khuôn được làm sạch và phủ chất chống dính trước khi sử dụng để tháo khuôn được dễ dàng.

- Tạo mẫu: Đổ từ từ hỗn hợp nhựa và bột đá đã chuẩn bị vào khuôn, tránh tạo bọt khí.

- Ép: Tiến hành ép mẫu dưới áp lực và thời gian phù hợp, khuôn ép phải kín để tránh nhựa trào ra ngoài.

- Tháo khuôn: Tiến hành tháo khuôn và tiếp tục để thêm 48 giờ nữa để mẫu đóng rắn hoàn toàn trước khi khảo sát các tính chất. Có thể giảm thời gian đóng rắn hoàn toàn bằng cách đóng rắn tiếp tục ở 80°C trong 2h và tiếp theo ở 100°C trong 2h [5].

2.3. Các phép thử

2.3.1. Đo độ bền kéo

Phép đo được thực hiện theo tiêu chuẩn ISO 527 trên thiết bị AG-X plus, Shimadzu, Nhật với tốc độ kéo 5mm/phút.

2.3.2. Đo độ bền uốn

Phép đo độ bền uốn ba điểm của mẫu composite được thực hiện trên thiết bị AG-X plus, Shimadzu, Nhật theo tiêu chuẩn ISO 178. Kích thước mẫu đo dài x rộng x dày là 80 x 10 x 4 (mm). Tốc độ uốn 2 mm/phút. Mỗi phép đo được thực hiện 10 mẫu để lấy giá trị trung bình.

2.3.3. Đo độ bền nén

Phép đo được thực hiện theo tiêu chuẩn ISO 604. Phép đo được thực hiện trên thiết bị AG-X plus, Shimadzu, Nhật. Tốc độ nén 5 mm/phút.

2.3.4. Đo độ bền va đập

Phép đo được thực hiện theo tiêu chuẩn ISO 180 với kích thước mẫu 80 x 10 x 4 (mm) trên thiết bị HIT 50P, Zwick/Roell, Đức.

Mỗi phép đo cơ lý được thực hiện 10 mẫu để lấy giá trị trung bình.

2.3.5. Khảo sát cấu trúc bề mặt của mẫu composite

Hình thái học bề mặt phá hủy sau khi đo uốn của mẫu composite nhựa UPE và bột đá được xác định bằng Kính hiển vi điện tử quét (SEM) FE-SEM Ultra 55, Carl Zeiss SMT AG, CHLB Đức.

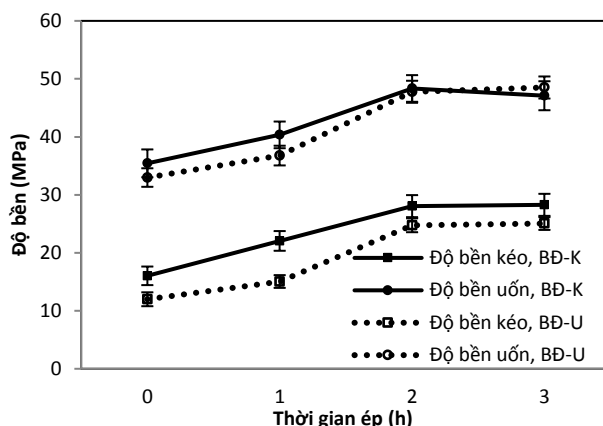
3. Kết quả và bàn luận

3.1. Ảnh hưởng của thời gian ép đến độ bền của composite

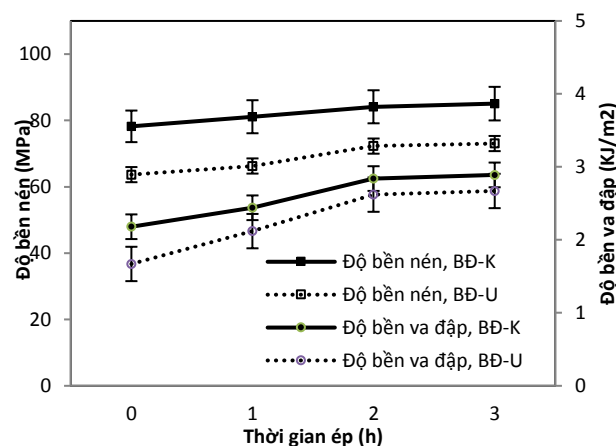
Các mẫu được tạo thành từ nhựa polyester không no với bột đá khô và bột đá ướt. Hàm lượng bột đá là 55% trọng lượng, kích thước hạt $\leq 0,15$ mm. Để khảo sát ảnh hưởng của thời gian ép, các mẫu được ép với áp lực 20 Psi trong các khoảng thời gian 1, 2 và 3h, sau đó để ổn định tối thiểu 48 h trước khi đo cơ lý.

Kết quả đo cơ lý được trình bày ở Hình 1, 2. Từ đồ thị cho thấy, các mẫu ép có độ bền cao hơn mẫu không ép, khi tăng thời gian ép từ 1h lên 2 h, độ bền kéo tăng đáng kể. Tuy nhiên, với thời gian ép trên 2 h thì độ bền mẫu không tăng nữa. Do vậy, thời gian ép được lựa chọn cho các nghiên cứu tiếp theo là 2 h. Điều này có thể giải thích là do

nhựa bị gel hóa sau 2h nên thời gian ép trên 2h không có tác dụng làm giảm khoảng cách giữa các phân tử trong mẫu và do vậy không có tác dụng tăng thêm độ bền mẫu.



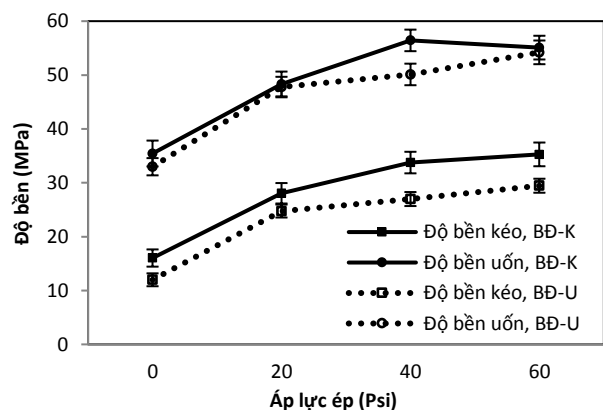
Hình 1. Ảnh hưởng của thời gian ép đến độ bền kéo và uốn của composite



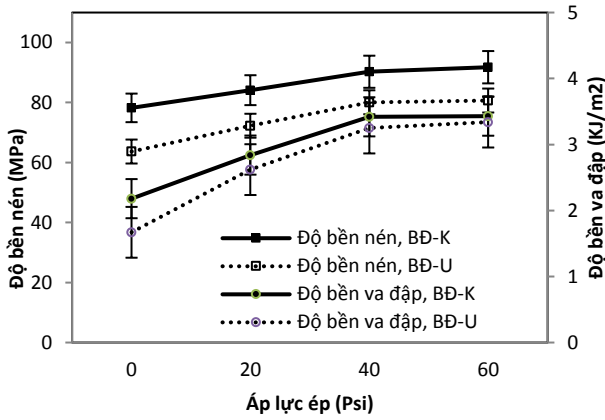
Hình 2. Ảnh hưởng của thời gian ép đến độ bền nén và va đập của composite

3.2. Ảnh hưởng của áp lực ép đến độ bền của composite

Để xác định áp lực ép, tiến hành gia công mẫu với các áp lực ép khác nhau (0, 20, 40 và 60 Psi). Mẫu được tạo thành từ nhựa polyester không no và bột đá (55% trọng lượng, kích thước hạt 0,15mm (lọt sàng có đường kính 0,15 mm), ép trong thời gian 2 h, sau đó để ổn định tối thiểu 48 h trước khi đo cơ lý.

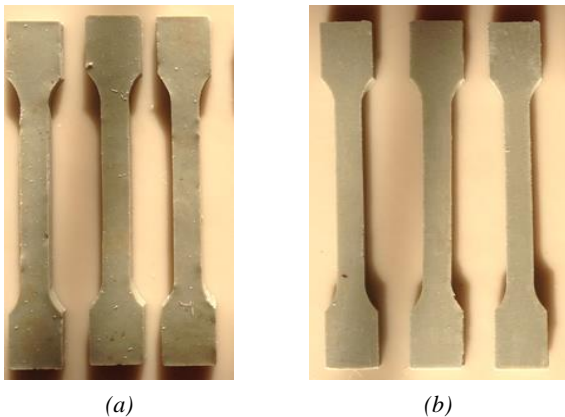


Hình 3. Ảnh hưởng của áp lực ép đến độ bền kéo và uốn của composite



Hình 4. Ảnh hưởng của áp lực ép đến độ bền nén và va đập của composite

Kết quả đo cơ lý được trình bày ở Hình 3, 4. Kết quả cho thấy, khi mẫu composite bột đá được gia công không ép có độ bền thấp. Dưới tác dụng của áp lực ép trong quá trình gia công thì độ bền kéo, uốn, nén và va đập của mẫu tăng lên. Tuy nhiên, ở áp lực ép trên 40 psi độ bền kéo không tăng nữa. Với áp lực 40 psi đủ để các phần tử trong mẫu sắp xếp chặt chẽ, do vậy áp lực ép mẫu trong quá trình gia công được lựa chọn là 40 Psi.



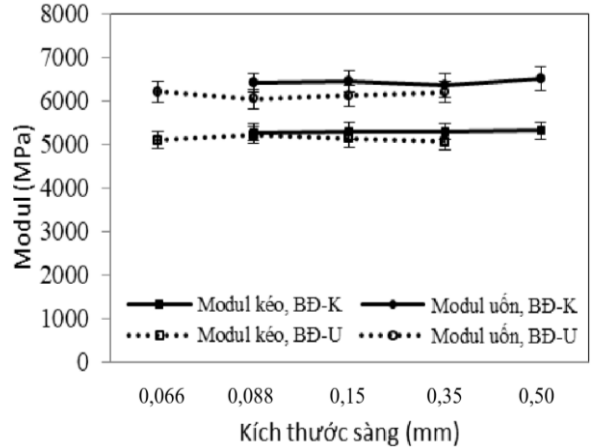
Hình 5. Ảnh mẫu composite bột đá/UPE ép ở 40 Psi (a) và không ép (b)

Quá trình ép trong gia công composite chứa bột đá đã làm tăng đáng kể độ bền của mẫu có thể được giải thích như sau: Dưới tác dụng của áp lực ép cấu trúc nhựa nền và sự sắp xếp bột đá chặt chẽ hơn do vậy độ bền cao hơn và bề mặt mẫu cũng bằng phẳng hơn so với khi gia công không ép. Điều này có thể thấy rõ trong Hình 5. Mẫu composite gia công không ép có bề mặt kém bằng phẳng (Hình 5a) và mẫu composite gia công có ép (Hình 5b) cho thấy bề mặt mẫu bằng phẳng hơn.

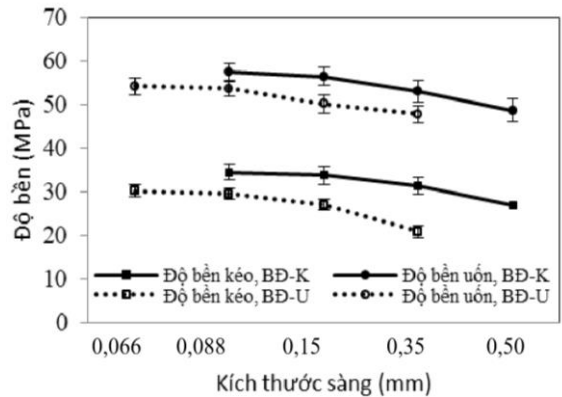
3.3. Ảnh hưởng của kích thước bột đá đến độ bền cơ lý và hình thái cấu trúc của composite

Bột đá sau khi nghiền có kích thước hạt khác nhau phụ thuộc nhiều vào điều kiện nghiền. Kích thước hạt ảnh hưởng đến tính chất cơ học cũng như ngoại quan sản phẩm. Bột đá với các kích thước khác nhau (biểu diễn qua kích thước lỗ sàng) được sử dụng để khảo sát ảnh hưởng đến các tính chất cơ lý. Trong phần này lựa chọn tạo mẫu composite với hàm lượng của bột đá khô và bột đá ướt là 55% trọng lượng với các phân đoạn kích thước hạt đi qua

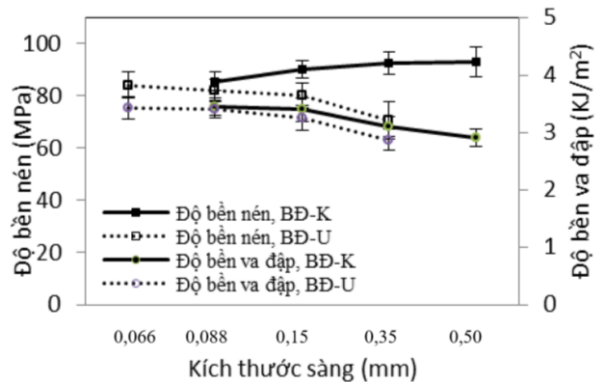
các sàng có các kích thước lỗ khác nhau. Kết quả đo cơ lý thu được như ở Hình 6-8.



Hình 6. Ảnh hưởng của kích thước bột đá đến modul



Hình 7. Ảnh hưởng của kích thước bột đá đến độ bền kéo và uốn



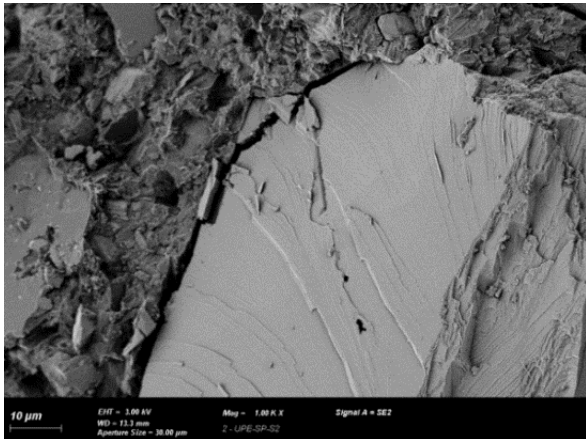
Hình 8. Ảnh hưởng của kích thước bột đá đến độ bền nén và va đập

Từ các đồ thị cho thấy, khi kích thước của bột đá giảm thì modul không thay đổi nhưng độ bền kéo, uốn, nén và va đập tăng. Điều này có thể giải thích như sau: Với cùng hàm lượng bột đá, khi kích thước của bột đá càng giảm thì diện tích bề mặt bột đá càng tăng nên khả năng truyền tải ứng suất từ nhựa sang độn bột đá càng tốt. Hơn nữa, khi kích thước bột đá càng bé thì khả năng phân tán vào trong nhựa sẽ đồng đều, làm sự truyền tải ứng suất trong mẫu sẽ đồng đều dẫn đến tăng độ bền cơ lý của mẫu [6].

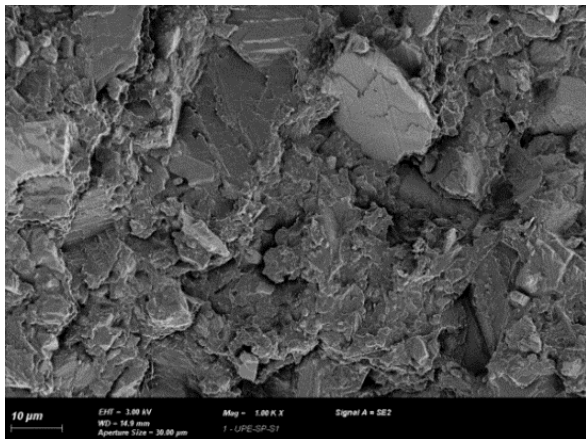
Kết quả cho thấy, độ bền cơ lý của composite chứa bột đá khô tốt nhất khi kích thước bột đá 0,088 mm. Tuy nhiên, độ bền của mẫu composite với kích thước bột đá 0,088 mm có giá trị chênh lệch không lớn so với mẫu composite chứa

bột đá kích thước 0,15 mm. Hơn nữa, thời gian nghiền phân bột đá khô có kích thước 0,088 mm dài hơn rất nhiều, ảnh hưởng đến năng suất và chi phí nghiền nguyên liệu nên chúng tôi chọn bột đá có kích thước 0,15 mm để gia công tạo mẫu thử cho các nghiên cứu tiếp theo.

Đối với mẫu composite bột đá ướt độ bền tăng khi kích thước bột đá giảm xuống đến 0,088mm và không giảm đáng kể khi kích thước bột đá tiếp tục giảm do vậy chúng tôi lựa chọn kích thước bột đá ướt là 0,088mm để gia công tạo mẫu thử cho các nghiên cứu tiếp theo cũng như tạo mẫu sản phẩm.



Hình 9. Ảnh SEM bề mặt phá hủy dưới tải trọng uốn của composite chứa bột đá ướt kích thước 0,35 mm



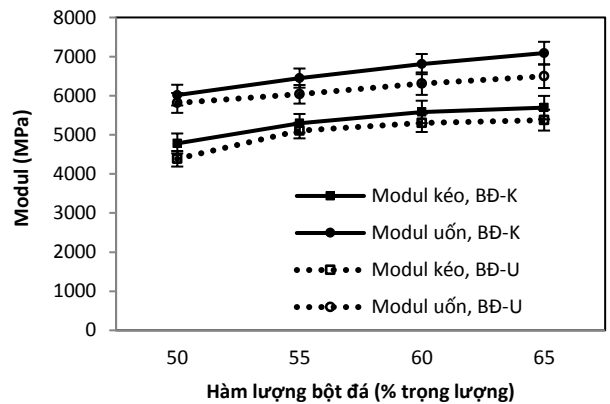
Hình 10. Ảnh SEM bề mặt phá hủy dưới tải trọng uốn của composite chứa bột đá ướt kích thước 0,15mm

Ảnh hưởng của kích thước hạt bột đá đến độ bền của composite được thể hiện rõ qua kết quả chụp SEM bề mặt phá hủy dưới tải trọng uốn của composite. Mẫu composite chứa bột đá kích thước 0,35 mm (Hình 9) có những hạt lớn và khe hở giữa bề mặt bột đá và nhựa UPE lớn hơn so với mẫu composite chứa bột đá có kích thước bé 0,15 mm (Hình 10).

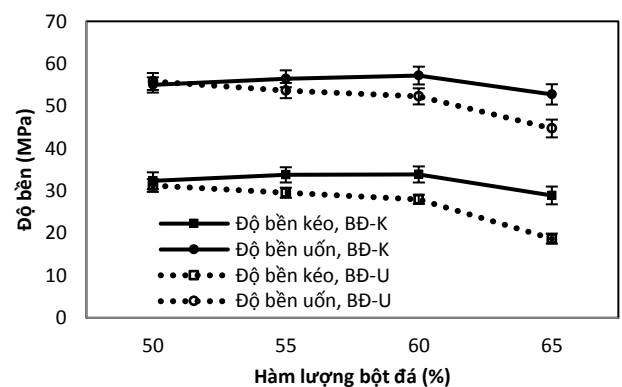
3.4. Khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng bột đá đến độ bền cơ lý composite

Ảnh hưởng của hàm lượng bột đá đến các tính chất kéo, uốn, nén và va đập của mẫu composite nhựa polyester không no với các hàm lượng bột đá khác nhau 50%, 55%, 60%, 65% trọng lượng được khảo sát. Kết quả đo được biểu diễn ở Hình 11 - 13.

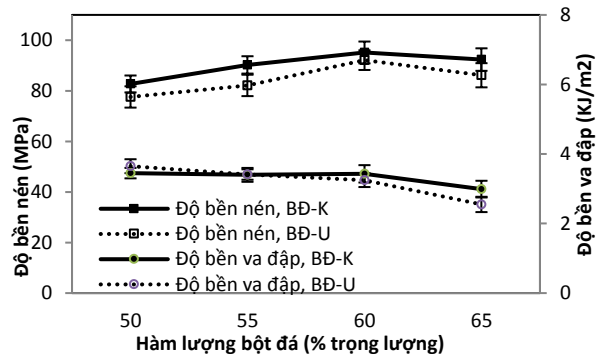
Kết quả cho thấy, Modul kéo và uốn tăng khi hàm lượng bột đá tăng (Hình 11). Khi hàm lượng bột đá tăng lên từ 50% đến 60% trọng lượng thì độ bền kéo, uốn, nén và độ bền va đập giảm đối với composite bột đá ướt và không thay đổi đáng kể đối với composite bột đá khô. Tuy nhiên, ở hàm lượng bột đá cao hơn (65% trọng lượng) độ bền của hai hệ composite đều giảm mạnh do khi hàm lượng bột đá quá cao độ nhớt hỗn hợp quá cao, lượng nhựa không đủ để thấm ướt toàn bộ lượng bột đá, liên kết giữa bột đá và nhựa nền cũng giảm xuống tạo các khuyết tật ở sản phẩm. Do đó, khả năng truyền ứng suất từ nhựa nền đến bột đá cũng trở nên bị gián đoạn, không đồng đều gây ra sự phá hủy mẫu với ứng suất không cao, làm cho độ bền cơ lý giảm. Do vậy, hàm lượng bột đá được lựa chọn là 60% để gia công composite.



Hình 11. Ảnh hưởng của hàm lượng bột đá đến modul kéo



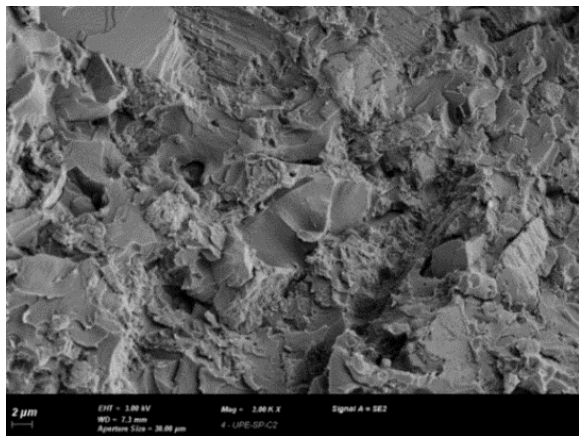
Hình 12. Ảnh hưởng của hàm lượng bột đá đến độ bền kéo và uốn



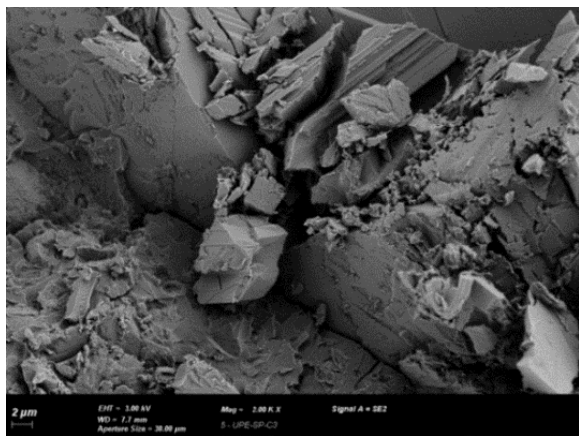
Hình 13. Ảnh hưởng của kích thước bột đá đến độ bền nén và va đập

Hình 14 - 15 cho thấy, bề mặt phá hủy của composite UPE/ bột đá sau khi đo uốn. Hình thái học bề mặt của

composite nền nhựa UPE với hàm lượng bột đá 60% và 65% trọng lượng cho thấy sự phá hủy dần. Bề mặt phá hủy của composite chứa 60% bột đá tương đối đồng đều, có ít lỗ và một số ít bột đá bị kéo ra. Tuy nhiên, với hàm lượng bột đá cao (65% trọng lượng) mẫu bị phá hủy trầm trọng, bề mặt phá hủy gồ ghề với nhiều lỗ lớn, nhiều mảnh vỡ vụn. Điều này chứng tỏ độ bền composite giảm nhiều khi tăng cao hàm lượng bột đá.



Hình 14. Ảnh SEM bề mặt phá hủy dưới tải trọng uốn của composite chứa 60% trọng lượng bột đá ướt



Hình 15. Ảnh SEM bề mặt phá hủy dưới tải trọng uốn của composite chứa 65% trọng lượng bột đá ướt

4. Kết luận

Từ kết quả thu được trong quá trình nghiên cứu, nhóm tác giả rút ra một số kết luận như sau:

- Mẫu composite từ nhựa UPE và bột đá phế thải có thể được chế tạo bằng công nghệ đúc ép với áp lực ép 40 Psi, thời gian 2h.

- Kích thước của bột đá giảm thì modul không thay đổi nhưng độ bền kéo, uốn, nén và va đập của composite nhựa UPE/ bột đá tăng. Kích thước được lựa chọn là 0,15 mm đối với bột đá khô và 0,088 mm đối với bột đá ướt.

- Độ bền của composite bột đá khô cao hơn so với độ bền composite bột đá ướt với cùng hàm lượng và kích thước bột đá.

- Khi hàm lượng bột đá tăng thì Modul kéo và uốn tăng, các độ bền kéo, uốn, nén và độ bền va đập giảm. Các độ bền giảm mạnh khi hàm lượng bột đá vượt 60% trọng lượng, đặc biệt đối với bột đá ướt. Do vậy, hàm lượng bột đá được lựa chọn là 60% trọng lượng trong chế tạo composite nền UPE.

Lời cảm ơn: Chân thành cảm ơn Ủy ban Nhân dân thành phố Đà Nẵng, Sở Khoa học và Công nghệ thành phố Đà Nẵng, Viện Nghiên cứu Vật liệu polymer Dresden, Cộng hòa Liên bang Đức, Trường Đại học Bách khoa - Đại học Đà Nẵng, KS. Nguyễn Kim Sơn và các sinh viên lớp 11H4, 12H4, 13H4 và 14H4 đã cung cấp kinh phí và hỗ trợ thực hiện nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Omar M. et al., "Influence of limestone waste as partial replacement material for sand and marble powder in concrete properties", *Housing and Building National Research Center Journal*, 8, 2012, 193-203.
- [2] Rajgor, M. and Pitroda, J., "Stone Sludge: Economical Solution for Manufacturing of Bricks", *International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering*, 2 (5), 2013, 16-20.
- [3] Hassan Sawalha, Shadi Sawalha, Tahreer Yousof, Wala Abu-Saa, Hiba Al-Sheikh, "Utilization of Stone cutting waste powder as a compounding filler for polyethylene", *International journal of environment & water*, 4 (4), 2015, 122-131.
- [4] Mashaly, A.O., Shalaby, B.N. and El-Hefnawi, M.A., "Characterization of the marble sludge of the Shaq El Thoaban Industrial Zone, Egypt and its compatibility for various recycling application", *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 6(3), 2012, 153-161.
- [5] Đoàn Thị Thu Loan, *Nghiên cứu sử dụng bột đá Non nước phế thải để sản xuất vật liệu composite*, Báo cáo tổng kết đề tài KHCN cấp thành phố 2018.
- [6] Panzera TH, Sabariz ALR, Strecker K, Borges PHR, Vasconcelos DCL and Wasconcelos WL., "Mechanical properties of composite materials based on Portland cement and epoxy resin". *Ceramica*, 56, 2010, 77-82.

(BBT nhận bài: 02/5/2020, hoàn tất thủ tục phản biện: 04/7/2020)