

# NGHIÊN CỨU QUY TRÌNH PHA CHẾ DẦU PHANH ĐẠT TIÊU CHUẨN DOT 5

## RESEARCH OF PREPARING THE BRAKE FLUID MEETING DOT 5 STANDARDS

<sup>1</sup>Đinh Văn Kha, <sup>1</sup>Đỗ Viết Hùng, <sup>2</sup>Nguyễn Tiến Hán

<sup>1</sup>Viện Hóa học Công nghiệp Việt Nam, <sup>2</sup>Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

Đến Tòa soạn: 30/01/2021

### ABSTRACT

Brake fluid belongs to the group of hydraulic fluids that are used for engines and vehicles involved in the transport. In order for the traffic to be safe, these vehicles must be equipped with the best quality brakes. The brake fluid has been achieved the DOT 5 standard which was researched and tested in content of this work. The testing methods were according to US standards, the obtained results by the tests all meet the quality standards.

*Từ khóa:* dầu phanh, DOT 5, polydimethylsiloxane, tributyl phosphate.

### 1. MỞ ĐẦU

Động lực cho sự phát triển của dầu phanh DOT 5 (Department of Transport - 5) đến từ quân đội Hoa Kỳ vào cuối những năm 1960. Dầu phanh silicone ra đời và bắt đầu được thử nghiệm vào năm 1967, sau đó là sự hợp tác chặt chẽ với các nhà sản xuất để phát triển cho các loại xe tải quân sự thậm chí là xe tăng. Đến những năm 1980 quân đội Hoa Kỳ chuyển đổi sang sử dụng dầu phanh silicone là hợp chất hữu cơ silicone polydimethylsiloxane (PDMS) [1]. Về mặt môi trường, so với các hợp chất glycol thì PDMS khá thân

thiện, là một silicone thông dụng và giá thành phải chăng trong số các organosilicon [2]. Cùng với nhiều lợi thế như trơ, không bắt lửa, nhiệt độ sôi cao, kỵ nước, PDMS đáp ứng được yêu cầu làm nguyên liệu chính cho sản xuất dầu phanh DOT 5 [3].

So với dầu phanh đã trải qua các thế hệ DOT 3, DOT 4 với thành phần chính tương ứng là ether glycol và ether glycol và este borat, thì dầu phanh DOT 5 có thành phần chính là silicone. Đặc điểm của các loại dầu phanh được chỉ ra ở Bảng 1.

**Bảng 1.** Đặc điểm của các loại dầu phanh

	Điểm sôi khô	Điểm sôi ướt	Thành phần chính
DOT 3	205°C (401 °F)	140°C (284 °F)	ether glycol
DOT 4	230°C (446 °F)	155°C (311 °F)	ether glycol/ester borat
DOT 5	260°C (500 °F)	180°C (356 °F)	silicone

Từ bảng 1 nhận thấy, dầu phanh DOT 3 và DOT 4 đi từ gốc glycol thì DOT 5 đi từ gốc silicone là dầu phanh gốc tổng hợp thế hệ sau, khắc phục được các nhược điểm của các loại dầu phanh DOT 3, DOT 4. DOT 5 có nhiệt độ sôi trên 260°C, không hút ẩm, tính chất hoá-lý vượt trội và độ bền ổn định, ít tạo bọt, không phá sơn xe, không gây ăn mòn kim loại. Hiện nay, dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5 trên thị trường Việt Nam là hoàn toàn được nhập ngoại. Chính vì vậy, việc nghiên cứu quy trình pha chế dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5 là cần thiết và có ý nghĩa

thực tiễn hiện nay.

## 2. THỰC NGHIỆM

### 2.1. Nguyên liệu

Đối tượng nghiên cứu là dầu phanh chất lượng cao đạt tiêu chuẩn DOT 5 đi từ nguyên liệu chính là silicone mà cụ thể ở đây là Polydimethylsiloxane (PDMS) thuộc nhóm các hợp chất organosilicon. PDMS được cung cấp bởi công ty Jiashan jiangnan Textile Material Co., Ltd và Momentive, Thái Lan (nhà phân phối Công ty TNHH Sơn Anh). Các thông số kỹ thuật được đưa ra ở Bảng 2.

**Bảng 2.** Thông số kỹ thuật một số sản phẩm PDMS của Jiashan jiangnan Textile Material Co., Ltd

STT	Thông số kỹ thuật	PDMS 10	PDMS 20	PDMS 50	PDMS 100
1	Độ nhớt động học ở 25°C	10,02	20,12	49,95	100,08
2	Nhiệt độ chớp cháy cốc hở (COC)	158	194	270	298
3	Tỷ trọng, 25°C	0,9310	0,9421	0,9573	0,9686
4	Nhiệt độ sôi, °C	>260	>260	>260	>260

Phụ gia sử dụng bao gồm, phụ gia chống trương nở cuppen, di (2-ethylhexyl) azelate hoặc tributyl phosphate chiếm khoảng 1-5% trọng lượng. Phụ gia chịu nước, diethylen glycol methyl ether chiếm khoảng 0,05-0,4% trọng lượng [4]. Bột màu được pha vào ở nồng độ thấp cho mục đích phân biệt dầu phanh DOT 5 với các loại dầu phanh khác.

### 2.2. Phương pháp nghiên cứu

Quá trình nghiên cứu sử dụng phương pháp ASTM kết hợp FMVSS No.116 (FMVSS: Federal Motor Vehicle Safety

Standard). Trong đó, FMVSS No.116 là tiêu chuẩn quy định phẩm cấp chất lượng của dầu phanh.

### 2.3. Cách tiến hành

Hỗn hợp hai hay nhiều PDMS được khuấy trộn, gia nhiệt tạo chất nền thích hợp. Tiếp tục được khuấy trộn gia nhiệt hỗn hợp PDMS và bổ sung phụ gia tinh năng để cải thiện đặc tính của chất nền phù hợp thông số kỹ thuật của ASTM và FMVSS No.116. Sơ đồ phối trộn hình thành dầu phanh DOT 5 được đưa ra theo Hình 1.



**Hình 1.** Sơ đồ phối trộn tạo dầu phanh DOT 5

### 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

#### 3.1. Khảo sát, phối trộn PDMS tạo chất nền thích hợp cho dầu phanh DOT 5

Chất nền PDMS sẽ quyết định các thông số độ nhớt động học, nhiệt độ sôi,

tỷ trọng, độ bền nhiệt của chất lỏng, nhiệt độ chớp cháy cốc hở. Qua quá trình khảo sát sản phẩm dầu phanh JOHNSEN'S DOT 5 kết hợp tiêu chuẩn FMVSS No.116 xây dựng thông số kỹ thuật dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5.

**Bảng 3. Thông số kỹ thuật sản phẩm dầu phanh DOT 5 [5]**

STT	Tên chỉ tiêu	Phương pháp phân tích	Kết quả cần đạt
1	Độ nhớt động học, 25°C	ASTM D 445	40-50 cSt
2	Nhiệt độ chớp cháy cốc hở	ASTM D 92	min. 210°C
3	Tỷ trọng, 15°C	ASTM D 1298	min. 0,92
4	Trương nở cuppen, (70°C, 70 h), mm		0,15÷1,40
5	Màu sắc		Màu tím
6	Nhiệt độ sôi	FMVSS No. 116	min. 260°C
7	Độ bền nhiệt chất lỏng		±3°C

Dầu phanh DOT 5 thành phẩm có độ nhớt động học dự kiến 40–50 cSt và nhiệt độ chớp cháy cốc hở min. 210 °C nên các sản phẩm PDMS 10 và PDMS 100 không phù hợp làm nguyên vật liệu do có nhiệt độ chớp cháy thấp. PDMS 100 có nhiệt độ chớp cháy cao nhưng độ nhớt động học ngoài khoảng cho phép. Do vậy, trong nghiên cứu này, tiến hành khảo sát phối trộn hai loại PDMS 20 và PDMS 50 nhằm

đáp ứng được các thông số kỹ thuật của chất nền dầu phanh DOT 5.

Lựa chọn tỷ lệ dầu PDMS 20 và PDMS 50 để khảo sát làm chất nền cho dầu phanh DOT 5 như sau: PDMS 50: 100%, PDMS 20/PDMS 50: 5/95 (%KL), ký hiệu CL1, PDMS 20/PDMS 50: 10/90 (%KL), ký hiệu CL2, PDMS 20/PDMS 50: 15/85 (%KL), ký hiệu CL3. Các thông số của chất nền khảo sát được đưa ra ở Bảng 4.

**Bảng 4. Thông số cơ bản của các mẫu chất nền khảo sát**

STT	Các chỉ tiêu	PDMS 50	CL1	CL2	CL3
1	Độ nhớt động học ở 25°C, cSt	49,95	47,62	45,38	43,25
2	Tỷ trọng ở 25°C	0,9573	0,9565	0,9558	0,9550
3	Nhiệt độ chớp cháy cốc hở (COC), °C	270	256	242	232
4	Nhiệt độ sôi, °C	>260	>260	>260	>260

Từ bảng 4 nhận thấy, các chất nền PDMS 50, CL1, CL2, CL3 đều đáp ứng làm chất nền pha dầu phanh DOT 5 do các

thông số kỹ thuật đạt. Cụ thể: độ nhớt động học ở 25°C (40-50 cSt), tỷ trọng > 0,92, COC > 210°C, nhiệt độ sôi > 260°C.

Tiếp tục tiến hành khảo sát các mẫu chất nền trong hỗn hợp phụ gia hàm lượng thấp, để xác định ảnh hưởng phụ gia đến các thông số kỹ thuật của chất nền. Cụ thể, phụ gia (2-ethylhexyl) azelate (1,0% KL), tributyl phosphate (1,0% KL) và diethylene glycol methyl ether (0,1% KL).

Các mẫu thí nghiệm khảo sát: PDMS 50/Phụ gia: 97,9/2,1, ký hiệu DP1, CL1/Phụ gia: 97,9/2,1, ký hiệu DP2, CL2/Phụ gia: 97,9/2,1, ký hiệu DP3, CL3/Phụ gia: 97,9/2,1, ký hiệu DP4. Các thông số cơ bản của mẫu khảo sát được đưa ra ở Bảng 5.

**Bảng 5. Thông số cơ bản của các mẫu khảo sát**

STT	Tên chỉ tiêu	DP1	DP2	DP3	DP4
1	Độ nhớt động học, 25°C	50,38	48,16	45,80	43,79
2	Tỷ trọng ở, 25°C	0,9580	0,9570	0,9563	0,9555
3	Nhiệt độ chớp cháy cốc hở COC	268	254	240	229
4	Nhiệt độ sôi, °C	>260	>260	>260	>260

Từ bảng 5 nhận thấy, Độ nhớt động học ở 25°C của chất nền DP1 >50 cSt, Độ nhớt động học ở 25°C của chất nền DP2 tăng 0,54 cSt khi kết hợp phụ gia tính năng, khi hàm lượng phụ gia tăng Độ nhớt động học ở 25°C của chất nền DP2 > 50 cSt. Chất nền DP3 và DP4 có các thông số kỹ thuật cơ bản thích hợp, giá thành DP4 cao hơn DP3. Vì vậy chất nền DP3 được

chọn làm chất nền cho các nghiên cứu sản xuất dầu phanh DOT 5.

**3.2. Khảo sát hàm lượng phụ gia trong thành phần dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5**

Tiến hành pha chế dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5 có các thành phần cụ thể như Bảng 6.

**Bảng 6. Đơn pha chế và chỉ tiêu chất lượng của các mẫu dầu phanh khảo sát hàm lượng phụ gia**

Đơn vị sản xuất	Dầu phanh TN1	Dầu phanh TN2	Dầu phanh TN3	Dầu phanh TN4	Dầu phanh TN5	Dầu phanh TN6
Chất nền DP1, %KL	97,94	96,69	96,44	95,59	94,59	94,19
Tributyl phosphate	2,0	2,2	2,4	2,2	2,2	2,2
Di(2-ethylhexyl) azelate	0	1,0	1,0	2,0	3,0	3,5
Diethylene glycol methyl ether	0,05	0,1	0,15	0,20	0,20	0,20
Bột màu tím	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
<b>Tổng cộng</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

**Các thông số khảo sát**

Nhiệt độ sôi, °C	>260	>260	>260	>260	>260	>260
Độ bền nhiệt của chất lỏng, °C	-0,5	-0,5	-0,5	-0,5	-0,5	-0,5
Độ nhớt động học 25°C, cSt	45,84	46,23	46,28	46,55	46,90	46,99
Tỷ trọng 25°C	0,9561	0,9557	0,9558	0,9553	0,9548	0,9542
Nhiệt độ chớp cháy cốc hở COC, °C	237	235	233	233	231	230
Trương nở cuppen (70°C - 70 h), mm	1,67	1,11	1,16	0,64	0,36	0,35
Màu sắc	Màu tím	Màu tím	Màu tím	Màu tím	Màu tím	Màu tím

Từ Bảng 6 nhận thấy các mẫu TN2 đến TN6 đều đạt yêu cầu mục tiêu đề ra. Sau khi pha phụ gia tính năng vào chất nền thấy rằng độ trương nở cuppen cải thiện đáng kể. Trương nở cuppen mẫu TN1 là 1,67 mm, sau khi kết hợp phụ gia tính năng đạt kết quả tối ưu mẫu TN5 là 0,36 mm. Vì vậy lựa chọn tỷ lệ phụ gia tính năng dầu phanh gồm tributyl phosphate: 2,2% khối lượng, di(2-ethylhexyl) azelate 3,0% khối lượng và diethylene glycol methyl ether 0,2% khối lượng.

**3.3. Nghiên cứu lựa chọn các thông số công nghệ cho quá trình pha chế dầu phanh DOT 5**

**3.3.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ**

Do các loại phụ gia chống trương nở

cuppen và chịu nước tan tốt trong chất nền PDMS, việc tăng nhiệt độ quá cao sẽ ảnh hưởng đến chất lượng phụ gia với nhiệt độ quá thấp lại không đảm bảo việc ổn định mẫu dầu phanh DOT 5. Nhiệt độ thông thường để phụ gia tan trong dầu gốc là 50-60°C. Do vậy, nhiệt độ trong khoảng 50-60°C, được lựa chọn để pha chế.

**3.3.2. Khảo sát ảnh hưởng của tốc độ và thời gian**

Tiến hành khảo sát tốc độ khuấy 100-300 vòng/phút và thời gian khảo sát 10 và 20 phút. Sau quá trình khuấy trộn mẫu được để yên trong 24 h, tiếp tục ly tâm 10.000 vòng/ phút trong 20 phút. Kết quả thể hiện Bảng 7.

**Bảng 7. Ảnh hưởng của tốc độ khuấy và thời gian**

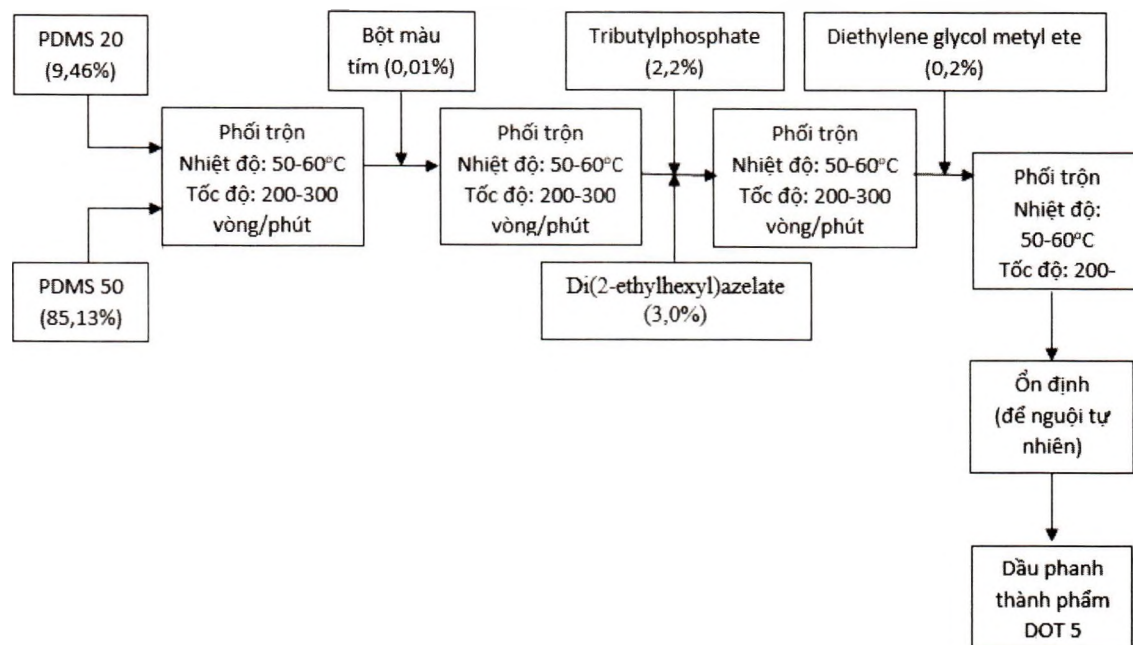
STT	Ký hiệu mẫu	Cảm quan
1	Mẫu 1 (100 vòng/ phút, 10 phút)	Có hiện tượng lắng bột màu
2	Mẫu 2 (100 vòng/ phút, 20 phút)	Có hiện tượng lắng bột màu
3	Mẫu 3 (200 vòng/ phút, 10 phút)	Có hiện tượng lắng bột màu
4	Mẫu 4 (200 vòng/ phút, 20 phút)	Trong suốt
5	Mẫu 5 (300 vòng/ phút, 10 phút)	Có hiện tượng lắng bột màu
6	Mẫu 6 (300 vòng/ phút, 20 phút)	Trong suốt



Từ Bảng 7 nhận thấy, tốc độ khuấy tối ưu là 200÷300 vòng/phút, thời gian khuấy 20 phút.

### 3.4. Đơn pha chế dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5

Qua khảo sát thực nghiệm lựa chọn được các thông số tối ưu cho quy trình công nghệ sản xuất dầu phanh DOT 5 theo sơ đồ Hình 2.



Hỗn hợp PDMS được phối trộn theo tỷ lệ xác định, tiếp tục bổ sung phụ gia theo sơ đồ. Nhiệt độ duy trì 50-60°C, tốc độ khuấy trộn 200-300 vòng/phút trong suốt quá trình. Kết thúc quá trình, để nguội tự nhiên sản phẩm thu được dầu phanh thành phẩm DOT 5.

### 4. KẾT LUẬN

Nhóm tác giả đã pha chế thành công dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5 gốc silicon kết hợp với các phụ gia tính năng: tributyl phosphate, di(2-ethylhexyl) azelate và diethylene glycol methyl ether, đáp ứng các thông số quan trọng: nhiệt độ sôi > 260°C, trương nở cuppen = 0,36 mm trong khoảng cho phép 0,15÷1,40 mm.

Qua việc khảo sát nhận thấy, dầu phanh nghiên cứu DOT 5 đáp ứng tiêu chuẩn FMVSS No116. Như vậy, xét về chất lượng, sản phẩm dầu phanh DOT 5 nghiên cứu có khả năng cạnh tranh với sản phẩm nhập ngoại, hoàn toàn phù hợp thay thế các sản phẩm dầu phanh DOT 3 và DOT 4 trong tương lai.

### Lời cảm ơn

Nhóm tác giả chân thành cảm ơn Bộ Công thương đã cung cấp tài chính để thực hiện Nhiệm vụ: “Nghiên cứu quy trình sản xuất dầu phanh đạt tiêu chuẩn DOT 5”.

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Zackery Schroeder Talia Sebastian, Douglas Yost Nigil Jeyashekar, Jill Bramer Daniel Watson, Silicone brake fluid compatibility with anti-lock braking systems for identifying future military brake fluid requirements; pp.1, (2017).
2. JACC, JACC report No. 26, pp. 1, pp. 371, ( 1994)
3. Đình Văn Kha, Vật Liệu Bôi Trơn, Nhà xuất bản Khoa học & Kỹ thuật, (2011)
4. Eugene D. Groenhof, David J Romensesko, Rick D. Streu, Patents US4640792A, pp. 5, (1987).
5. Federal Motor Vehicle Safety Standard, FMVSS No. 116, (2007).