

## BÀI THỰC TẬP

### Bài 1: CHẾ TẠO VẬT LIỆU DẠNG KHỐI CHO ỨNG DỤNG Y SINH VÀ MÔI TRƯỜNG

*Biên soạn: Ths Nguyễn Đức Hảo*

*BM. Vật liệu Y sinh và Môi trường*

## MỤC LỤC

<b>I. LÝ THUYẾT .....</b>	<b>3</b>
1.1 Khái niệm.....	3
1.2 Các công đoạn của quy trình chế tạo .....	4
<b>II. QUY TRÌNH THÍ NGHIỆM / THỰC HÀNH.....</b>	<b>11</b>
2.1 Chuẩn bị bột .....	13
2.2 Trộn keo PVA .....	13
2.3 Ép tạo hình sản phẩm .....	14
2.4 Nung thiêu kết.....	15
2.5 Kiểm tra tính chất sản phẩm sau nung .....	15
<b>III. BÁO CÁO KẾT QUẢ THỰC HÀNH.....</b>	<b>16</b>
<b>IV. TÀI LIỆU THAM KHẢO.....</b>	<b>16</b>

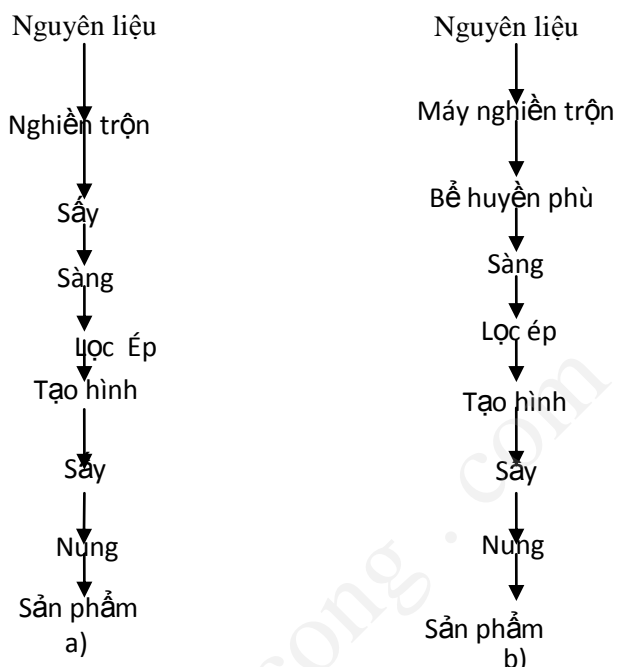
# I. LÝ THUYẾT

## 1. KHÁI NIỆM

Gốm sứ (ceramic) là sản phẩm của công nghệ gốm sứ, một công nghệ đã có từ rất lâu của con người. Cho tới ngày nay, bên cạnh quá trình sản xuất gốm thủ công – quá trình sản xuất các sản phẩm đất nung, gốm thô, gốm mỹ nghệ... - gốm sứ là một ngành khoa học luôn tạo nên những vật liệu hiện đại hoàn toàn mới và phát triển không ngừng cùng với quá trình phát triển sâu sắc của kiến thức về khoa học công nghệ và khoa học vật liệu.

Gốm sứ thường được biết đến là vật liệu vô cơ, phi kim loại có độ bền cơ học cao, tính ổn định nhiệt và hóa học tốt. Hơn thế nữa, nhiều nghiên cứu còn cho thấy gốm sứ có khả năng hoạt động như một vật liệu sinh học, phù hợp để đưa vào mô sống mà không gây bất kỳ tổn hại nào cho tế bào. Thật vậy, với những tiến bộ trong công nghệ gốm sứ, thế kỷ 20 đã chứng kiến ngày càng nhiều sản phẩm gốm sứ công nghệ cao được sử dụng cho mục đích y tế <sup>[1]</sup> như: chất độn xương, khung xương cho kỹ thuật nuôi cấy mô, các đầu xương được sử dụng cho thay thế khớp háng, phục hồi và cấy ghép nha khoa.

Gốm sứ (ceramic) được tạo thành từ nguyên liệu dạng bột, khi nung ở nhiệt độ cao, chúng kết khối, rắn như đá và cho nhiều tính quý: cường độ cơ học cao, bền nhiệt, bền hóa, bền điện. Một số loại gốm kỹ thuật còn có các tính chất đặc biệt như tính áp điện, tính bán dẫn hoặc có độ cứng đặc biệt (ngang kim cương).

**SƠ ĐỒ CÔNG NGHỆ CƠ BẢN**

Hình 1 : Sơ đồ nguyên tắc về quá trình sản xuất một số sản phẩm gốm theo:

a) Phương pháp khô ; b) Phương pháp ướt

Về cơ bản, sơ đồ công nghệ để tạo nên gốm sứ gồm:

- Nguyên liệu dạng tự nhiên hoặc được phối liệu theo những tỷ lệ thành phần và cỡ hạt cần thiết theo đơn phối liệu.
- Nghiền đủ mịn.
- Tạo hình bằng những phương pháp khác nhau.
- Nung ở nhiệt độ thích hợp.

Tùy thuộc vào chủng loại sản phẩm gốm, có thể có công nghệ nung sản phẩm một lần hoặc hai lần:

\* Phương pháp nung một lần: Sản phẩm được tạo hình, trang trí, và nung hoàn thiện trong một lần nung duy nhất.

\* Phương pháp nung hai lần: sản phẩm được tạo hình thành mộc. Mộc được nung trước một lần ( khoảng 800-900°C) đem tráng men, sau đó đem nung lần thứ hai, gọi là nung hoàn thiện (thường nung từ 1200°C trở lên)<sup>[2]</sup>.

## 2. CÁC CÔNG ĐOẠN CỦA QUY TRÌNH CHẾ TẠO

### 2.1 Chuẩn bị nguyên liệu:

Yêu cầu đề ra cho giai đoạn này là nguyên liệu phải đạt độ chính xác cao về thành phần hóa học, tạp chất, kích thước hạt và các tính chất kỹ thuật khác để đảm bảo đúng tính chất mong muốn của sản phẩm sau khi nung.

**Ảnh hưởng của độ mịn:** Phôi liệu gốm sứ được tạo hình từ nguyên liệu dạng bột. Độ mịn càng cao thì bề mặt riêng của phôi liệu càng lớn, khi nung phản ứng giữa các hạt xảy ra dễ dàng hơn. Khả năng phản ứng giữa các hạt vật chất có độ mịn cao tiến hành thuận lợi vì số điểm và diện tích tiếp xúc các hạt lớn, mặt khác quá trình nghiền mịn cũng góp phần tạo ra một số khuyết tật trên bề mặt các tinh thể vật chất nhiều hơn làm quá trình kết tinh tăng (do tăng khả năng khuếch tán). Nói chung kích thước hạt càng bé, phôi liệu càng kết khối tốt, nếu kích thước hạt đạt độ mịn mong muốn có thể hạ thấp nhiệt độ nung cực đại đến khoảng  $20 \div 35^{\circ}\text{C}$ .

### 2.2 Quá trình tạo hình:

Để có được sản phẩm với hình dạng và tính chất cần thiết, cần tiến hành quá trình tạo hình.

Các phương pháp tạo hình gốm sứ có thể phân loại như sau:

Phương pháp tạo hình	Độ ẩm thích hợp (%)
Hồ rót	$40 \div 50$
Tạo hình dẻo	$25 \div 30$
Ép (từ hỗn hợp bột khô hoặc hơi ẩm)	$4 \div 15$

Các phương pháp tạo hình như hồ rót, tạo hình dẻo ... đều có độ ẩm mộc rất lớn làm độ co sản phẩm khi sấy và nung lớn. Với phương pháp ép ( $4 \div 15\%$  độ ẩm hoặc hơn), sẽ khắc phục được yếu điểm này.

Tạo hình ép thường dùng với sản phẩm có dạng phẳng, đều. Đây là phương pháp dễ tự

động hoá. Khuôn ép bằng thép hoặc bằng các hợp kim đặc biệt, hoặc các loại gốm có độ bền cơ cao...

Các gốm sứ kỹ thuật có thể ép ở áp suất cao. Về nguyên tắc, khi ép người ta cố gắng ép ở áp suất cao nhất có thể, nhưng áp suất ép cao làm mất độ đồng nhất, tạo sự phân lớp trong mẫu ép.

Khi ép, ngoài lực ma sát giữa các hạt vật liệu với nhau, lực ma sát giữa vật liệu và khuôn ép ảnh hưởng đến áp lực ép, thì lượng không khí lẫn trong mẫu ép cũng làm cho mẫu ép không đồng nhất, thậm chí tạo lỗ bọt trong mẫu ép. Cấp đầu tiên ép chậm với áp suất nhỏ để loại bớt không khí ra ngoài, sau đó mới ép ở áp lực cao dần.

Để tăng áp lực ép, đôi khi phải đưa thêm vào phối liệu các chất hữu cơ nhằm tăng độ dẻo, tăng độ linh động của bột ép, bôi trơn khuôn khi ép...

❖ **Ảnh hưởng của quá trình tạo hình:** Dù tạo hình bằng phương pháp nào sản phẩm lúc mới tạo hình cũng đòi hỏi phải đạt yêu cầu về hình dáng, kích thước, mật độ đồng đều, không cong vênh, rạn nứt, vết xước hay rỗ mặt. Ngoài nguyên nhân khách quan do cơ cấu máy móc thiết bị, các khuyết tật này còn có nguyên nhân là do phối liệu gây ra (độ ẩm không đồng đều). Các khuyết tật này ảnh hưởng rất lớn đến tính chất sản phẩm, thậm chí xếp vào phế liệu và như vậy khâu tạo hình không đạt năng suất cao.

### 2.3 Sấy:

Trong quá trình tạo hình, chúng ta đã thêm vào phối liệu một lượng nước nhất định. Để việc nung dễ dàng ta bắt buộc phải sấy sản phẩm.

Khi sấy, hơi ẩm sẽ thoát ra, nếu chúng thoát ra đột ngột, phần nước trên bề mặt hay sát bề mặt thoát ra dễ dàng nhưng hơi ẩm bên trong lòng sản phẩm thoát ra rất khó, do đó áp suất riêng phần của nó ở những vị trí nước tập trung sẽ tăng đột ngột, nếu áp suất đó vượt quá lực liên kết giữa các hạt phối liệu sẽ gây nên hiện tượng nổ sản phẩm ngay lúc sấy (hay lúc nung).

Khi sấy, nước ở bề mặt dễ bốc hơi gây nên chênh lệch độ ẩm ở trên bề mặt và trong sản phẩm, do đó nước ở trong sẽ khuếch tán ra ngoài bề mặt và tiếp tục bốc hơi. Như vậy,

tốc độ sấy chẳng những phụ thuộc vào khả năng bốc hơi trên mặt sản phẩm mà còn phụ thuộc vào tốc độ khuếch tán nước từ trong ra bên ngoài.

Khi sấy sản phẩm sẽ co, tốc độ thoát ẩm không đều dẫn đến co không đều, nên xuất hiện ứng suất trong sản phẩm làm cho sản phẩm biến dạng và nứt. Muốn sản phẩm co đều phải tìm được biện pháp làm giảm sự chênh lệch giữa tốc độ bay hơi nước trên bề mặt và tốc độ khuếch tán nước từ trong ra ngoài.

Muốn chọn phương pháp sấy, thiết bị sấy, nhiệt độ sấy thích hợp phải căn cứ vào loại sản phẩm, đặc biệt là nguyên phối liệu và kích thước, khối lượng từng sản phẩm.

❖ **Ảnh hưởng của quá trình sấy:** Khi sấy tuy chưa khử hết toàn bộ nước nhưng sản phẩm đã có một cường độ nhất định, giúp nó không bị biến dạng trong khi nung.

## 2.4 Quá trình nung:

### a) Hiện tượng kết khối:

Nguyên liệu cũng như phối liệu lúc nóng sẽ kết khối. Hiện tượng kết khối là quá trình sít đặc và rắn chắc lại của các phần tử khoáng vật dạng bột mịn dưới tác dụng của nhiệt độ hay áp suất hay cả hai. Vật thể đã kết khối có cường độ cơ học cao, độ xốp và khả năng hút nước nhỏ, mật độ thể tích lớn nhất.

Hiện tượng kết khối bao gồm nhiều quá trình hoá lý rất phức tạp, xảy ra kế tiếp nhau, không thể tách riêng từng quá trình được. Có nhiều yếu tố ảnh hưởng tới quá trình kết khối: thành phần hoá học và khoáng vật, trạng thái bề mặt riêng, điều kiện gia công, điều kiện nung... trong đó yếu tố điều kiện nung là quan trọng hơn cả. Về mặt hoá học, vật thể đã kết khối hoàn toàn khác vật thể (nguyên liệu) trước lúc nung. Hiện tượng kết khối chỉ xảy ra ở trạng thái rắn (loại sản phẩm từ oxide tinh khiết) hoặc kết khối có phần pha lỏng (các sản phẩm gốm sứ). Hiện tượng kết khối có mặt pha lỏng bao giờ cũng xảy ra mãnh liệt hơn.

Kết khối là quá trình giảm bề mặt (bên trong và bên ngoài hay ở chỗ tiếp xúc nhau) của các phần tử vật chất do sự xuất hiện hay phát triển mối liên kết giữa các hạt, do sự biến mất của lỗ xốp trong vật liệu để hình thành một khối vật thể mới với thể tích bé nhất.

Các dấu hiệu đặc trưng của sự kết khối:

\_ Giảm thể tích (co)

\_ Sản phẩm rắn chắc lại: tăng độ bền cơ, trong đó mô đun đàn hồi là một đặc trưng cơ bản.

Hiện tượng kết khối chỉ có pha rắn có các giả thiết sau:

\_ Thuyết biến dạng dẻo Frenkel

\_ Thuyết ngưng tụ và bay hơi Kysunski

\_ Thuyết khuếch tán Kingery

Trong đó thuyết khuếch tán Kingery được nhiều người thừa nhận hơn cả.

Tổng quát có thể rút ra các kết luận sau:

\_ Tăng bề mặt riêng (tăng độ mịn) khả năng kết khối tăng, cho phép hạ thấp nhiệt độ kết khối đến hàng trăm độ (tùy vật liệu).

\_ Tạo nhiều khuyết tật trên bề mặt tinh thể của nguyên liệu sẽ làm quá trình kết tinh tăng (do khuếch tán tăng) bằng sử dụng hợp chất dễ phân huỷ hay nguyên liệu dễ biến đổi hình thù (nghiền mịn cũng góp phần tăng khuyết tật).

*b) Khoảng kết khối:*

Là hiệu số giữa nhiệt độ kết thúc quá trình và nhiệt độ bắt đầu kết khối (xác định bằng cách theo dõi diễn biến các tính chất của mẫu nung theo nhiệt độ).

Nhiệt độ bắt đầu kết khối là nhiệt độ ứng với nó các tính chất bắt đầu thay đổi đột ngột.

Nhiệt độ kết thúc quá trình kết khối là nhiệt độ ở đó các tính chất của sản phẩm nung đạt giá trị cực đại hay cực tiểu.

Các tính chất mô tả cấu trúc của sản phẩm nung là: độ xốp, mật độ, khả năng hút nước. Cũng có trường hợp độ bền cơ cũng được dùng để xem xét quá trình kết khối của sản phẩm. Trong các tính chất này, khả năng hút nước thường được coi là tiêu chuẩn đầu tiên để so sánh mức độ kết khối của sản phẩm nung.



Trong kỹ thuật nung, khoảng kết khối có ý nghĩa đặc biệt. Khoảng kết khối đối với đất sét hay cao lanh có thể rộng hàng trăm độ, thì quá trình nung càng dễ dàng, ngược lại khoảng kết khối hẹp sẽ rất khó nung.

*c) Cơ sở lý thuyết của quá trình nung:*

Nung là toàn bộ quá trình gia nhiệt sản phẩm gốm sứ với chế độ thích hợp: từ nhiệt độ thường cho đến nhiệt độ cao nhất và sau đó làm nguội trong môi trường nung cần thiết. Nhờ đó, vật liệu trở nên rắn chắc, không bị biến dạng và có những tính chất cần thiết khác phù hợp yêu cầu sử dụng. Các biến đổi hoá lý quan trọng nhất xảy ra khi nung chủ yếu ở trạng thái rắn (có thể có pha lỏng), đồng thời xảy ra kết khối.

Quá trình nung là không thuận nghịch và hầu như không đạt được sự cân bằng pha (không thực hiện đến cùng).

Thành phần pha trước và sau khi nung có thể thay đổi một phần hoặc thay đổi hoàn toàn, nếu xảy ra các phản ứng hóa học đồng thời quá trình kết khối (ở trạng thái rắn hoặc có pha lỏng); cũng có thể thành phần pha không thay đổi, vật liệu rắn chắc nhờ quá trình kết khối thuần túy, quá trình này đặc biệt thường xảy ra đối với các quá trình sản xuất gốm từ oxit tinh khiết.

Trong quá trình kết khối, thể tích của hệ giảm dần, các lỗ xốp sẽ được lấp đầy và biến thành lỗ xốp kín rồi tách ra. Độ xốp còn lại 10% thì quá trình kết khối chậm lại, nhưng không dừng hẳn. Nếu độ xốp đạt khoảng 8-10% thì các hạt không bị ngăn cách bởi bọt khí mà tiếp xúc với nhau. Khi đó bắt đầu tái kết tinh. Nếu duy trì lâu, hay tăng nhiệt độ thì thể tích các hạt có thể đạt và vượt kích thước của hạt vật chất ban đầu khoảng 2-3 lần.

Quá trình tái kết tinh thường gồm ba giai đoạn: tạo mầm, tăng trưởng mầm, phát triển một số hạt tinh thể. Quá trình này sẽ ngừng khi năng lượng tự do của hệ tiến đến giá trị không.

***Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình nung:***

- Thành phần hoá học: của phối liệu là yếu tố chủ yếu quyết định nhiệt độ và khoảng kết khối.

- Kích thước và thành phần hạt: Kích thước hạt càng bé thì có thể hạ thấp nhiệt độ

nung cực đại đến khoảng  $20 \div 35^{\circ}\text{C}$ . Khi kết khối có mặt pha lỏng, kích thước hạt vật liệu ban đầu ảnh hưởng đáng kể đến độ hoà tan của hạt rắn trong pha lỏng dẫn đến làm thay đổi mạnh các tính chất của pha đó.

- Mật độ của bán thành phẩm: Áp lực ép càng cao, mật độ càng lớn thì kết khối càng thuận lợi.

- Nhiệt độ nung cực đại và thời gian lưu: Nhiệt độ nung hợp lý (lý thuyết) có thể tính toán được khi biết thành phần hoá học nhưng tốt nhất nên xác định bằng thực nghiệm khi nghiên cứu mẫu nhỏ. Nhiệt độ thấp hay thời gian lưu không phù hợp làm sản phẩm kết khối không tốt. Với phối liệu có khoảng kết khối hẹp nên nung ở nhiệt độ nung thực tế thấp hơn nhiệt độ nung lý thuyết từ  $20 \div 30^{\circ}\text{C}$  và kéo dài thời gian lưu ở nhiệt độ đó lâu hơn. Phối liệu có khoảng kết khối rộng cho phép nung ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ lý thuyết  $20 \div 30^{\circ}\text{C}$  song rút ngắn thời gian lưu ở nhiệt độ đó một ít vẫn thu được sản phẩm tốt đồng thời giảm được năng lượng tiêu tốn.

- Tốc độ thay đổi nhiệt độ: Gốm sứ đơn giản, mỏng, khối lượng bé thì nâng nhiệt độ nung ít nguy hiểm bằng việc hạ nhiệt độ không hợp lý. Tốc độ làm nguội sẽ xuất hiện ứng suất nội trong sản phẩm chứa pha thủy tinh, pha lỏng dẫn đến co thể tích lớn, co không đều (ngoài nguội nhanh, co trước) làm cho sản phẩm dễ bị nứt.

***Ảnh hưởng của quá trình nung:*** Nhiệt độ nung hợp lý và thời gian lưu là yếu tố rất cơ bản, có ảnh hưởng quyết định đến chất lượng sản phẩm nung. Thường sản phẩm muốn kết khối tốt trong điều kiện thông thường phải nung đến nhiệt độ không nhỏ hơn  $0.8T_{nc}$  ( $T_{nc}$  là nhiệt độ nóng chảy). Tất nhiên nhiệt độ này không hoàn toàn chính xác mà phải được xác định bằng thực nghiệm trong vùng lân cận. Ngoài ra chế độ làm nguội sau khi nung cũng ảnh hưởng nhiều đến chất lượng sản phẩm. Làm nguội không đúng quy cách có thể làm xuất hiện những vết nứt trên sản phẩm. Do đó cần làm nguội từ từ để nhiệt độ trong xương đồng đều, giảm bớt ứng lực sinh ra trong quá trình chuyển tiếp.

## II. QUY TRÌNH THÍ NGHIỆM/THỰC HÀNH

- Bố trí thí nghiệm:

**Thực tập: Chế tạo vật liệu dạng khối cho ứng dụng y sinh và môi trường**

- Sinh viên chuẩn bị dụng cụ thí nghiệm
  - Sinh viên xem kỹ các quy trình và giai đoạn tổng hợp từ tài liệu dưới sự hướng dẫn của giáo viên.
- Giới thiệu cho sinh viên về phương pháp tổng hợp: phương pháp phản ứng pha rắn.
- Thực hành: 3 sinh viên/nhóm.

### CÁC BƯỚC THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP VẬT LIỆU KHỐI:

Bước	Mô tả	Mục đích	Dụng cụ/ hóa chất
1	Chuẩn bị bột	Nhằm thu được nguyên liệu có kích thước hạt đồng đều	Găng tay Khẩu trang y tế Bột HA (hoặc Silica) Rây 80 mesh Đĩa sứ, chén sứ Muỗng nhựa Muỗng inox
2	Trộn keo PVA	Để tạo độ kết dính cho nguyên liệu, thuận tiện cho quá trình tạo hình	Keo PVA dạng lỏng Cân điện tử Rây thô Muỗng nhựa Muỗng inox
3	Ép tạo hình	Ép tạo hình sản phẩm, giúp các hạt nguyên liệu tiến sát lại gần nhau	Máy ép thủy lực Khuôn ép Muỗng inox Dung dịch Ethanol Nước cất Vải thun
4	Nung thiêu kết	Các hạt nguyên liệu nóng chảy và kết dính lại với nhau	Lò nung 1000oC Chén nung có nắp Bột Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
5	Kiểm tra tính chất sản phẩm	Đánh giá sơ bộ tính chất của sản phẩm sau thiêu kết	Đánh giá cảm quan Phương pháp đo độ cứng Phương pháp đo độ co Xác định khối lượng riêng

#### 1. Chuẩn bị bột

- Sử dụng cân điện tử và giấy cân để cân 10g bột HA hoặc Silica, cho vào chén sứ
- Đặt rây 80 mesh lên đĩa sứ, đổ bột đã cân lên rây

- Dùng muỗng inox gõ nhẹ vào thành của rây để các hạt bột nguyên liệu tự rớt xuống đĩa hoặc dùng muỗng nhựa chà nhẹ lên mặt rây để các hạt bột rớt xuống nhanh hơn.
- Phần nguyên liệu không rớt xuống đĩa, chúng ta để riêng (cho vào bịch nilong).
- Thu phần nguyên liệu rớt trên đĩa, cho vào chén sứ để chuẩn bị cho bước tiếp theo.

**Lưu ý:**

- Mục đích của bước này là làm tăng độ đồng đều của nguyên liệu về kích thước hạt (với rây 80 mesh sẽ cho kích thước hạt  $< 177 \mu\text{m}$ ). Nếu yêu cầu kích thước hạt nguyên liệu nhỏ hơn và đồng đều hơn, thì cần sử dụng rây có số mesh cao hơn.
- Quá trình rây cần tiến hành nhẹ nhàng, tránh tác động mạnh về mặt cơ học. Nếu không, có thể làm hư rây hoặc gây nhiễm tạp vào nguyên liệu.
- Tốc độ rây phụ thuộc nhiều vào kích thước hạt và độ ẩm của nguyên liệu. Nếu cần, có thể sấy khô và nghiền nguyên liệu trước khi rây.

**2. Trộn keo PVA:**

- Nhỏ 3 - 4 giọt keo PVA vào chén đựng nguyên liệu sau rây.
- Dùng muỗng inox trộn đều nguyên liệu với keo.
- Đổ nguyên liệu sau khi trộn lên rây thô.
- Dùng muỗng inox gõ nhẹ vào thành rây hoặc dùng muỗng nhựa chà lên bề mặt rây tạo độ đồng đều giữa nguyên liệu và keo.

**Lưu ý:**

- Mục đích của bước này là tạo sự đồng đều giữa nguyên liệu và keo. Do đó, có thể lặp lại nhiều lần bước trộn (không cho thêm keo nữa) và rây thô.
- Keo PVA sẽ làm nguyên liệu bị vón cục, cần dùng muỗng inox tán đều cục nguyên liệu ra.
- Quá trình rây cần tiến hành nhẹ nhàng, tránh tác động mạnh về mặt cơ học. Nếu không, có thể làm hư rây hoặc gây nhiễm tạp vào nguyên liệu.

- Đối với một số loại gốm sứ có yêu cầu cao về mặt tính chất kỹ thuật, yêu cầu không dùng keo PVA, khi đó, nước cất sẽ được sử dụng để thay thế keo. Tuy nhiên, sử dụng nước cất sẽ gây nhiều khó khăn cho bước tiếp theo.

### 3. Ép tạo hình sản phẩm:

- Dùng nước cất và vải thun vệ sinh thật kỹ khuôn ép mẫu.
- Dùng ethanol lau lại bộ khuôn ép.
- Cân 1g hỗn hợp nguyên liệu đã trộn keo.
- Đổ 1g hỗn hợp nguyên liệu vào khuôn ép.
- Sử dụng máy ép thủy lực, tiến hành ép nguyên liệu để tạo hình sản phẩm (ở bài thí nghiệm này là dạng viên thuốc).
- Lấy mẫu sau khi ép ra khỏi khuôn.
- Vệ sinh mẫu ép, dùng thước kẹp đo ĐỘ DÀY và ĐƯỜNG KÍNH (3 lần) của mẫu viên sau ép.
- Vệ sinh khuôn ép và máy ép.

#### Lưu ý:

- Mục đích của bước này là tạo hình sản phẩm và giúp các hạt nguyên liệu tiến sát lại gần nhau, giảm khoảng cách và khoảng hở giữa chúng. Khi đó, chất lượng sản phẩm gốm sau khi nung (độ cứng, khối lượng riêng...) sẽ tốt hơn. Đối với các loại sứ kỹ thuật, cần được ép với áp lực rất cao và không dùng keo PVA.
- Sự thành công của công đoạn ép phụ thuộc rất nhiều vào quá trình trộn và quá trình ép mẫu. Sinh viên cần tiến hành ép 3 mẫu để chọn mẫu tốt nhất cho bước tiếp theo.
- Sinh viên cần đo độ dày và đường kính của mẫu ép tốt nhất (kết quả trung bình của 3 lần đo) nhằm phục vụ cho việc xác định tính chất sản phẩm sau cùng.

### 4. Nung thiêu kết:

- Đổ một ít bột  $Al_2O_3$  vào chén nung, dùng muỗng trải đều bột  $Al_2O_3$  để tạo một bề mặt bằng phẳng trong chén nung.
- Nhẹ nhàng đặt mẫu sau khi ép vào chén nung.
- Trải thêm một lớp bột  $Al_2O_3$  phủ kín mẫu nung.
- Đặt nắp chén nung, đặt chén nung vào lò nung.
- Sử dụng lò nung để nung mẫu ở  $1000^{\circ}C$  và duy trì nhiệt độ này trong vòng 120 phút trước khi hạ nhiệt lò nung.
- Lấy sản phẩm ra khỏi lò nung. Tiến hành đo lại ĐỘ DÀY và ĐƯỜNG KÍNH (3 lần, lấy trung bình) mẫu nung để phục vụ cho bước tiếp theo.

**Lưu ý:**

- Mục đích của bước này giúp các hạt nguyên liệu nóng chảy, hòa quyện và kết dính lại với nhau. Từ đó làm giảm khoảng cách và các lỗ xốp giữa các hạt nguyên liệu. Sự nóng chảy và kết dính của các hạt nguyên liệu phụ thuộc vào từng loại nguyên liệu khác nhau. Do đó, đối các nguyên liệu khác, cần điều chỉnh nhiệt độ nung và thời gian duy trì nhiệt độ này cho phù hợp.
  - Đối với mẫu nhỏ, có thể tiến hành nung ngay sau khi ép. Đối với mẫu lớn, cần sấy sơ bộ mẫu để loại bớt nước trong mẫu.
  - Trong quá trình tăng nhiệt độ nung, khoảng từ  $80 - 200^{\circ}C$  diễn ra quá trình bay hơi nước; khoảng từ  $350 - 400^{\circ}C$  diễn ra quá trình cháy các chất hữu cơ (vd: PVA...) và bay hơi nước liên kết. Ngoài ra, các quá trình khác phụ thuộc vào từng loại nguyên liệu.
  - Sản phẩm sau nung có thể còn nguyên hình dạng ban đầu hoặc cong vênh, nứt bể.
5. **Kiểm tra tính chất sản phẩm sau nung:** Mẫu sau khi nung xong sẽ được kiểm tra các tính chất sau:

- Đánh giá cảm quan: Hình dạng bên ngoài của sản phẩm được đánh giá theo 4 cấp độ: Còn nguyên hình dạng viên như ban đầu; Cong vênh nhưng không nứt bể; Nứt; Bể.
- Xác định độ cứng bằng phép đo Vicker.
- Xác định độ co: gồm độ co (%) về độ dày; độ co (%) về đường kính và độ co (%) về thể tích.
- Xác định khối lượng riêng của sản phẩm.

### III. BÁO CÁO KẾT QUẢ THỰC HÀNH:

SV làm bài báo cáo theo yêu cầu giáo viên.

### IV. TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Chevalier, J. & Gremillard, L. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years. J. Eur. Ceram. Soc. 29, 1245–1255 (2009).
- [2] Đỗ Quang Minh (2006), *Kỹ thuật sản xuất vật liệu gốm sứ*, nhà xuất bản ĐH Quốc Gia Thành Phố Hồ Chí Minh.
- [3] Trương Văn Chương (2002), *Chế tạo và nghiên cứu các tính chất vật lý của gốm áp điện hệ  $PbTiO_3$  pha tạp La, Mn*. Luận án Tiến sỹ, Hà Nội.
- [4] Phan Đình Giỏi (2007), *Nghiên cứu các tính chất vật lý của gốm sắt điện hai, ba thành phần trên cơ sở PZT pha tạp La, Mn, Fe*, Luận án tiến sỹ, Huế.
- [5] <http://www.che.kyutech.ac.jp/chem24/hp/english/study/photo/solid%20state%20reaction%20method/solid%20state%20reaction%20method.html>.
- [6] M. Cernea, *Preparation by sol–gel and solid state reaction methods and properties investigation of double perovskite  $Sr_2FeMoO_6$* , Journal of the European Ceramic Society, Volume 33, Issues 13–14, November 2013, Pages 2483–2490.

cuu duong than cong . com