

NGHIÊN CỨU ẢNH HƯỞNG TỐC ĐỘ NGHIỀN CỦA THIẾT BỊ NGHIỀN HOẠT ĐỘNG THEO CƠ CHẾ CỌ XÁT ĐẾN KÍCH THƯỚC HẠT CỦA VẬT LIỆU

Trần Nguyễn An Tuyền¹, Đỗ Thị Phương Thảo^{1,2}, Hoàng Ngọc An¹, Nguyễn Thị Kiều Oanh¹,
Lê Thị Liên Phương¹, Nguyễn Văn Thịnh¹, Lê Trần Uyên Tú^{1*}, Võ Thanh Tùng^{1*}

¹ Khoa Vật lý, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

² Trường THPT Phan Bội Châu, Pleiku, Gia Lai

*Email: tuletranuyen@hueuni.edu.vn, vttung@hueuni.edu.vn

Ngày nhận bài: 6/4/2020; ngày hoàn thành phản biện: 10/4/2020; ngày duyệt đăng: 10/4/2020

TÓM TẮT

Cải tiến công nghệ chế tạo vật liệu luôn nhận được sự quan tâm đáng kể của các nhà khoa học. Trong đó việc giảm thiểu thời gian nghiền và kích thước hạt vật liệu đối với các phương pháp tổng hợp vật liệu vẫn đang là bài toán chưa được giải quyết trọn vẹn. Báo cáo này tập trung giới thiệu một phương pháp nghiền mới sử dụng lực cọ xát cơ học. Với phương pháp này, thời gian nghiền trộn được rút ngắn đáng kể chỉ còn 2-3 giờ đồng thời kích thước hạt sau khi nghiền cỡ vài trăm nanomet. Báo cáo cũng đánh giá ảnh hưởng của tốc độ nghiền của máy nghiền vận hành theo cơ chế cọ xát đến kích thước hạt vật liệu gốm KNN. Công nghệ nghiền máy khá ưu việt khi có thể đồng thời giảm kích thước hạt vật liệu KNN và rút ngắn thời gian thao tác một cách đáng kể so với chế độ nghiền tay. Kích thước hạt gốm giảm dần đến cỡ hàng trăm nano mét khi tăng tốc độ nghiền.

Từ khóa: công nghệ nghiền, cọ xát, KNN.

1. MỞ ĐẦU

Trong quy trình công nghệ chế tạo gốm truyền thống, nghiền trộn là một trong số các công đoạn quan trọng. Ở công đoạn này, các phối liệu ban đầu hoặc hợp thức gốm sau quá trình nung sơ bộ được nghiền trộn để giảm kích thước hạt vật liệu, tạo độ đồng đều giữa các hạt nhằm tăng diện tích tiếp xúc giữa các hạt, tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình tạo pha khi nung.

Thông thường, khi sử dụng phương pháp nghiền tay với chày và cối nghiền bằng gốm sứ công đoạn nghiền trộn này mất khá nhiều thời gian. Cụ thể thời gian nghiền trộn sơ bộ là 8 – 10 giờ và 16 – 20 giờ đối với nghiền thủ công đối với hầu hết các hệ vật liệu hiện nay tại Khoa Vật lý, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Ở một khía cạnh khác, các công trình đã công bố tại Khoa cho thấy, hầu hết kích thước hạt của

Nghiên cứu ảnh hưởng tốc độ nghiền của thiết bị nghiền hoạt động theo cơ chế cọ xát ...

các gồm chế tạo sử dụng phương pháp nghiền tay có kích thước hạt trung bình cỡ vài micro mét [1-4].

Với mong muốn giảm thời gian thực hiện công đoạn nghiền trộn cũng như giảm kích thước hạt vật liệu về cỡ nano mét, vừa qua nhóm nghiên cứu của Khoa Vật lý Trường Đại học Khoa Học – Đại học Huế đã chế tạo thử nghiệm máy nghiền vận hành theo nguyên lý cọ xát [5]. Để có những số liệu cụ thể nhằm đánh giá chất lượng gồm khi sử dụng phương pháp nghiền cọ xát, chúng tôi đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của tốc độ nghiền máy đến kích thước hạt của vật liệu KNN trong phạm vi của bài báo này.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

Trong nghiên cứu này, chúng tôi chế tạo máy nghiền bi theo nguyên lý tương tác cơ học cọ xát, ép lấn giữa bi - vật liệu - bề mặt cối và bi - vật liệu - bi. Trên cơ sở phân tích lý thuyết các vấn đề cơ bản như nguyên lý nghiền bi năng lượng cao, nguyên lý điều khiển động cơ một chiều, sơ đồ khối máy nghiền bi, ứng dụng kỹ thuật điện tử và cơ khí, chúng tôi đã chế tạo thành công máy nghiền bi và đưa vào ứng dụng trong quy trình công nghệ chế tạo vật liệu áp điện tại Khoa Vật lý – Trường Đại học Khoa học – Đại học Huế. Hình 4, là máy nghiền bi đã được chế tạo. Tính năng kỹ thuật của máy: sử dụng điện áp xoay chiều 220V – 50 Hz, công suất tiêu thụ cực đại 75W, tốc độ động cơ được điều chỉnh mịn từ 0 – 500 vòng/phút. Hệ thống có bộ cài đặt thời gian nghiền từ 0 – 30 giờ, độ tinh chỉnh thời gian nhỏ nhất đạt đến 1 phút, có mạch cảnh báo, bảo vệ quá tải ngắn mạch.



Hình 1: Máy nghiền bi theo nguyên lý tương tác cơ học cọ xát

Để đánh giá ảnh hưởng của tốc độ nghiền máy đến kích thước hạt vật liệu gồm $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) chúng tôi chuẩn bị bột vật liệu từ các phối liệu ban đầu như sau: oxit Nb_2O_5 và các muối Na_2CO_3 , K_2CO_3 , (với độ tinh khiết $\geq 99\%$).

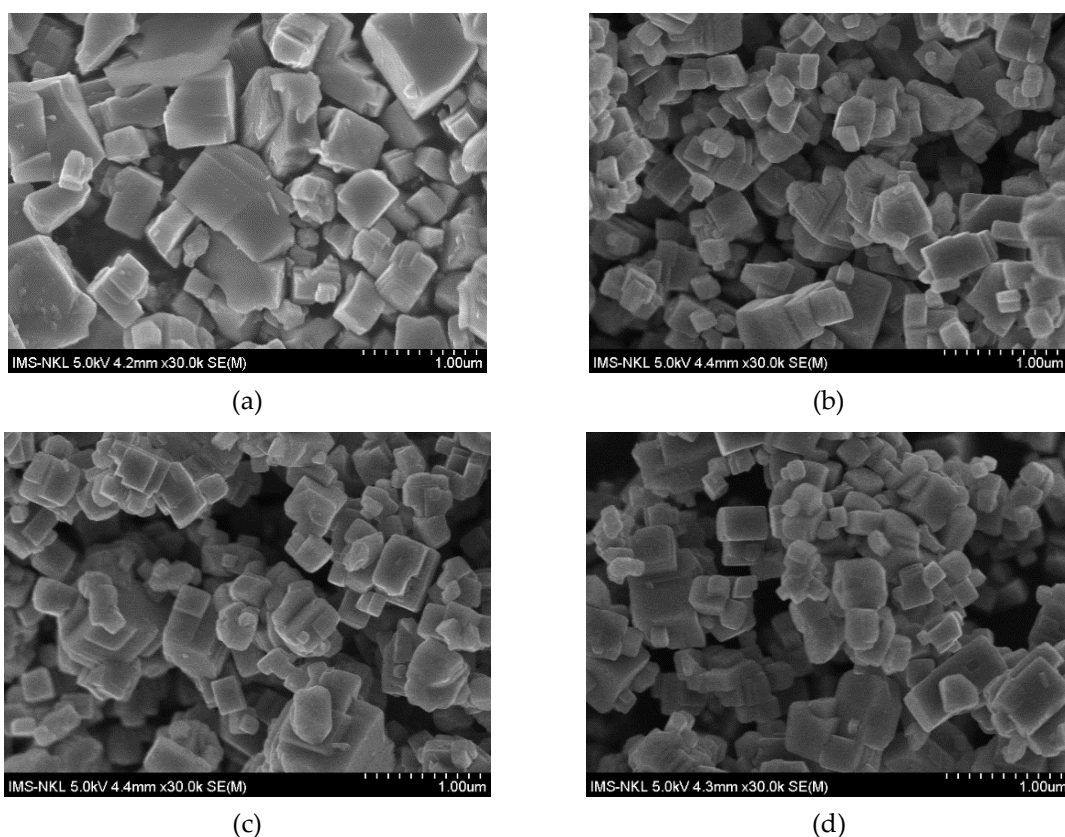
Trước khi tiến hành cân theo đúng tỷ lệ hợp thức hóa học của gồm KNN, các muối được sấy ở $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 2 giờ nhằm giảm thiểu khả năng ngậm nước của các

muối kim loại kiềm. Các phối liệu ban đầu được cân theo đúng tỷ lệ mong muốn. Hỗn hợp được nghiền trộn và nung sơ bộ ở nhiệt độ 850 °C trong 2 giờ. Sau quá trình nung, sản phẩm thu được là hợp thức KNN được làm vỡ vụn và tiến hành nghiền trộn bằng máy với dung môi ethanol ở các tốc độ nghiền khác nhau để khảo sát kích thước hạt vật liệu. Trong quá trình khảo sát tốc độ quay của máy nghiền, các thí nghiệm được tiến hành với thời gian nghiền cố định 2 giờ và tỷ lệ bi nghiền với bột KNN là 1:1 không đổi. Bên cạnh đó, hợp thức sau khi nung sơ bộ cũng được tiến hành nghiền tay trong thời gian 16 giờ để có kết quả đối chiếu.

Sau quá trình nghiền trộn lần hai, vi cấu trúc của vật liệu được đánh giá thông qua ảnh hiển vi điện tử quét (SEM; HITACHI S-4800) của hợp thức ở dạng bột. Từ các ảnh hiển vi điện tử quét, kích thước hạt của vật liệu ở các chế độ nghiền khác nhau cũng được xác định.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của các mẫu gốm ở chế độ nghiền tay và nghiền máy với các tốc độ khác nhau được biểu diễn ở hình 2.



Hình 2. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của các mẫu gốm KNN

(a) ở chế độ nghiền tay và ở chế độ nghiền máy với (b) tốc độ nghiền 100 vòng/phút;
(c) tốc độ nghiền 120 vòng/phút; (d) tốc độ nghiền 150 vòng/phút

Nghiên cứu ảnh hưởng tốc độ nghiền của thiết bị nghiền hoạt động theo cơ chế cọ xát ...

Quan sát các ảnh SEM biểu diễn ở hình 2 có thể nhận thấy rằng kích thước hạt của các mẫu bột gốm KNN ở chế độ nghiền máy trong 2 giờ nhỏ hơn so với mẫu gốm KNN ở chế độ nghiền tay trong 16 giờ. Bên cạnh đó, ở chế độ nghiền máy các hạt vật liệu cũng đồng đều hơn. Điều này chứng tỏ chế độ nghiền bằng máy cho phép rút ngắn đáng kể thời gian nghiền và vẫn đảm bảo kích thước hạt bé hơn so với chế độ nghiền tay.

Nhằm đánh giá định lượng kích thước hạt của gốm KNN ở chế độ nghiền tay và chế độ nghiền máy với các tốc độ nghiền khác nhau, chúng tôi tiến hành xác định kích thước hạt trung bình của các hạt gốm KNN trên các ảnh SEM. Phương pháp xác định kích thước hạt trung bình như sau: kẻ P đường thẳng song song, mỗi đường thẳng có chiều dài L milimet lên mỗi ảnh SEM và tiến hành đếm số hạt bị cắt bởi các đường thẳng đó. Sử dụng công thức bên dưới để tính kích thước hạt trung bình của vật liệu.

$$d_{TB} = a \frac{LP10^3}{NV} (\mu m)$$

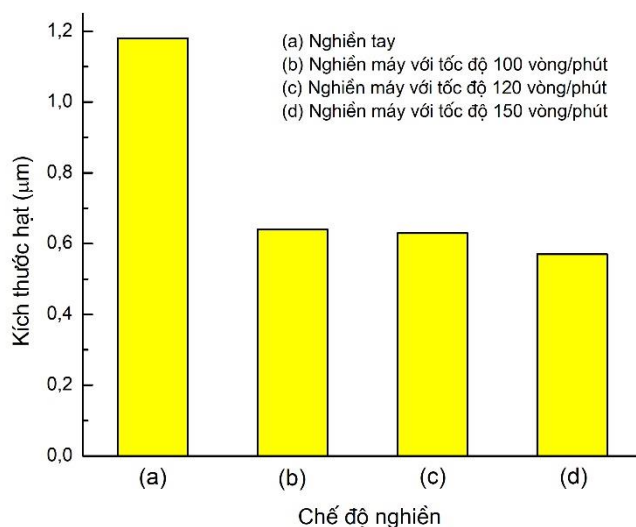
Trong đó: d_{TB} : kích thước hạt trung bình; $a = 1.56$: hệ số thống kê; L: độ dài đoạn thẳng kẻ trên hình vi cấu trúc (mm); P: số đường kẻ; N: số hạt bị cắt bởi số đường kẻ; V: độ phóng đại của ảnh

Kết quả xác định kích thước hạt trung bình ứng với các chế độ nghiền của gốm KNN được biểu diễn ở bảng 1.

Bảng 1. Kích thước hạt của gốm KNN ở các chế độ nghiền.

Chế độ nghiền	Nghiền tay	Nghiền máy với tốc độ nghiền		
		100 vòng/phút	120 vòng/phút	150 vòng/phút
Kích thước hạt (μm)	1.18	0.64	0.63	0.57

Từ kết quả thu được ở bảng 1, mối tương quan của kích thước hạt trung bình ứng với chế độ nghiền tay và chế độ nghiền máy với các tốc độ nghiền lần lượt là 100, 120, 150 (vòng/ phút) được hiển thị ở hình 3.



Hình 3. Biểu đồ kích thước hạt của hệ gốm KNN ở các chế độ nghiền

Từ đồ thị hình 3 có thể nhận định rằng bên cạnh ưu điểm làm giảm đáng kể thời gian tiến hành công đoạn nghiền trộn, chế độ nghiền máy còn có khả năng giảm kích thước hạt của gốm KNN về cỡ vài trăm nano mét. Như chúng ta đã biết, một trong những hạn chế của việc tổng hợp vật liệu bằng phương pháp vật lý (phương pháp top-down) là không thể tổng hợp vật liệu với kích thước hạt nhỏ hơn cỡ micro mét. Điều này ảnh hưởng đến khả năng xếp chặt của các hạt vật liệu và là nguyên nhân làm mật độ gốm thu được có giá trị không cao. Do đó, việc kích thước hạt của gốm KNN có thể đạt cỡ vài trăm nano mét khi nghiền máy là tín hiệu tốt trong việc cải tiến công nghệ chế tạo gốm bằng phương pháp truyền thống. Bên cạnh đó, chiều cao của các cột (b, c, d) ở hình 3 cũng cho thấy kích thước hạt giảm khi tốc độ nghiền tăng. Với tốc độ nghiền 150 vòng/phút, kích thước hạt của gốm đạt giá trị thấp nhất là 0.57 μm. Chế độ nghiền máy với tốc độ nghiền 150 vòng/ phút đã có thể giảm kích thước hạt gốm KNN, nhưng kết quả thực nghiệm thu được vẫn chưa đạt được như kì vọng của nhóm nghiên cứu là đưa kích thước hạt vật liệu về cỡ vài chục nano mét. Do đó, nghiên cứu cần được tiếp tục để đánh giá ảnh hưởng của thời gian nghiền, số lượng bi nghiền, kích thước bi nghiền đến kích thước hạt của gốm KNN. Ngoài ra, việc đánh giá tác động của chế độ nghiền máy trên các hệ vật liệu khác nhau cũng thật sự cần thiết cho những kết luận tổng quan về máy nghiền này.

KẾT LUẬN

Máy nghiền theo cơ chế cọ xát được nghiên cứu thử nghiệm. Tác động của một trong những thông số máy nghiền đến kích thước hạt vật liệu KNN được tiến hành

Nghiên cứu ảnh hưởng tốc độ nghiền của thiết bị nghiền hoạt động theo cơ chế cọ xát ...

khảo sát. Công nghệ nghiền máy không những làm giảm đáng kể thời gian nghiền trộn vật liệu gốm KNN mà có thể giảm kích thước hạt gốm so với chế độ nghiền tay. Ở chế độ nghiền máy với tốc độ nghiền 150 vòng/phút hạt gốm KNN có kích thước hạt nhỏ nhất là 0.57 μm . Độ đồng đều của các hạt ở chế độ nghiền máy cũng cao hơn so với chế độ nghiền tay. Cần có những nghiên cứu tiếp theo về ảnh hưởng của thời gian nghiền, tỉ lệ bột và bi nghiền, ... trong quy trình công nghệ chế tạo gốm KNN để đạt được kích thước hạt gốm cỡ vài chục nano mét như kì vọng.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Trần Hồ Minh Luyến (2009). Chế tạo và nghiên cứu các tính chất vật lý của hệ gốm áp điện $(1-x)(\text{K}_{0.52}\text{Na}_{0.48})\text{NbO}_3$, *Tạp chí khoa học, Đại học Huế*, 74b (5), (2012), 167-176.
- [2]. Lê Trần Uyên Tú; Nguyễn Trường Thọ (2017). Chế tạo và nghiên cứu một số tính chất vật lý của hệ gốm áp điện không chì trên nền BiFeO_3 , *Tạp chí Khoa học và Giáo dục, Trường Đại học Sư phạm Huế* ISSN 1859-1612, 02(42), 61-68.
- [3]. Đặng Anh Tuấn, Võ Thanh Tùng; et al (2018). Investigation of Phase Formation and Poling Conditions of Lead-Free $0.48\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3-0.52(\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3})\text{TiO}_3$ Ceramic; *Journal of electronic materials*, 47 (10), 6297-6305;.
- [4]. Phan Đình Gio; Van Thi Bích Thuy (2016). Structure and Physical Properties of ZnO-Doped KNLN Lead-Free Piezoelectric Ceramics, *Composite Materials*, 1(1); 12-18.
- [5]. Leon Y. Sadled; Donald A. Stanley; Donald B. Brooks (1975). Attrition mill operating characteristics, *Powder Tech.*, 12, 19-28.

INVESTIGATION THE AFFECT OF THE GRINDING SPEED OF THE DEVICE USING THE RUBBED MECHANISM ON THE PARTICLE SIZE OF MATERIAL

Tran Nguyen An Tuyen¹, Do Thi Phuong Thao^{1,2}, Hoang Ngoc An¹, Nguyen Thi Kieu Oanh¹,
Le Thi Lien Phuong¹, Nguyen Van Thinh¹, Le Tran Uyen Tu^{1*}, Vo Thanh Tung^{1*}

¹ Faculty of Physics, University of Sciences, Hue University

²Phan Boi Chau high school, Gia Lai, Vietnam

*Email: tuletranuyen@hueuni.edu.vn, vttung@hueuni.edu.vn

ABSTRACT

Improving the manufacturing technology for material has always received the attention from the scientists. In which, the reduction of the grinding time and particle size of materials from the physical synthesis methods are still a problem

that has not been completely solved. This report focuses on introducing a new grinding method using the mechanical friction force. With this method, the grinding time is significantly reduced to 2-3 hours and the particle size after grinding is a few hundred nanometers. The report also evaluates the effect of grinding speed of the device using the friction mechanism on the size of KNN ceramics. The grinding technology is quite advanced when it can simultaneously reduce the size of KNN material particles and shorten the operation time significantly that compared to the manual grinding mode.

Keywords: KNN, rubbing, technology of grinding.



Trần Nguyễn An Tuyền sinh ngày 09/03/1998 tại Thừa Thiên Huế. Năm 2016, bà tham gia học tập cử nhân ngành Vật lý tại Trường Đại học Khoa học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu áp điện.



Hoàng ngọc An sinh ngày 11/11/1997 tại Thừa Thiên Huế. Năm 2019, ông tốt nghiệp cử nhân ngành Vật lý tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Từ năm 2019 đến nay, ông là học viên thạc sĩ chuyên ngành Vật lý Chất rắn tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu áp điện, vật liệu nhiệt điện,...



Nguyễn Thị Kiều Oanh sinh ngày 24/10/1995 tại Thừa Thiên Huế. Năm 2018, bà tốt nghiệp cử nhân ngành Vật lý tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Từ năm 2019 đến nay, cô là học viên thạc sĩ chuyên ngành Vật lý Chất rắn tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu áp điện.



Đỗ Thị Phương Thảo sinh ngày 28/01/1983 tại Đắk Lắk. Năm 2005, bà tốt nghiệp cử nhân khoa học Ngành Vật lý tại Trường Đại học Tây Nguyên. Từ năm 2018 đến nay, bà đang theo học thạc sĩ chuyên ngành Vật lý Chất rắn tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Hiện nay bà là giáo viên trường THPT Phan Bội Châu, Pleiku, GiaLai.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu áp điện.



Lê Thị Liên Phương sinh ngày 18/11/1971 tại Thừa Thiên Huế. Bà tốt nghiệp cử nhân ngành Vật lý tại Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế năm 1993. Hiện bà là nghiên cứu viên tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: gốm áp điện.



Đặng Thị Hoài Trang sinh ngày 24/12/1987 tại Thừa Thiên Huế. Năm 2009, bà tốt nghiệp cử nhân ngành Vật lý tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Năm 2012, bà tốt nghiệp thạc sĩ chuyên ngành Vật lý Chất rắn tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Từ năm 2013 đến nay, bà là giảng viên tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu áp điện, vật liệu nano,....



Lê Trần Uyên Tú sinh ngày 04/ 11/ 1981 tại Thừa Thiên Huế. Năm 2003, bà tốt nghiệp cử nhân ngành Vật lý tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Năm 2007, bà tốt nghiệp thạc sĩ chuyên ngành Vật lý Chất rắn. Năm 2013, bà tốt nghiệp tiến sĩ chuyên ngành Khoa học vật liệu tại Nhật Bản. Hiện nay bà là giảng viên tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu áp điện, vật liệu nano...



Võ Thanh Tùng sinh ngày 17/07/1979 tại Quảng Bình. Năm 2001, ông tốt nghiệp cử nhân ngành Vật lý Chất rắn tại Trường Đại học Tổng hợp Huế. Năm 2004, ông tốt nghiệp thạc sĩ chuyên ngành Vật lý Chất rắn. Năm 2009, ông tốt nghiệp tiến sĩ chuyên ngành Vật lý Chất rắn tại Belarus. Năm 2015, ông được phong hàm PGS và hiện nay là Hiệu trưởng Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu áp điện, kỹ thuật siêu âm, mô phỏng lý thuyết, kỹ thuật vi xử lý và ứng dụng, xử lý tín hiệu số...