

Tổng hợp vật liệu gốm nhôm oxit xốp bằng phương pháp luyện kim bột sử dụng phụ gia thiêu kết TiO₂

Synthesis of Highly Porous Alumina Via Powder Metallurgy Method using TiO₂ as Sintering Additive

Lê Minh Hải*, Nguyễn Minh Đức, Đặng Quốc Khánh

Trường Đại học Bách khoa Hà Nội – Số 1, Đại Cồ Việt, Hai Bà Trưng, Hà Nội

Đến Tòa soạn: 12-01-2017; chấp nhận đăng: 25-01-2018

Tóm tắt

Gốm xốp nhôm oxit được chế tạo bằng phương pháp luyện kim bột với nguyên liệu ban đầu bao gồm bột Al₂O₃, chất kết dính PVA 5%, chất tạo xốp ammoni bicacbonat (NH₄)HCO₃ hoặc axit citric C₆H₈O₇ và chất phụ gia thiêu kết TiO₂. Kết quả đo độ xốp, độ bền và ảnh cấu trúc tế vi (SEM) cho thấy chỉ với hàm lượng rất nhỏ TiO₂ (1%) có thể làm tăng đáng kể khả năng thiêu kết của nhôm oxit dẫn đến làm tăng độ bền của mẫu sau thiêu kết. Hiện tượng này có thể giải thích là do sự hình thành pha liên oxit Al₂TiO₅ làm tăng khả năng khuếch tán tại bề mặt tiếp xúc giữa các hạt bột. Gốm xốp nhôm oxit sau thiêu kết có cấu trúc xốp hỗn hợp trong đó lỗ xốp hở chiếm phần lớn. Độ xốp của mẫu sau thiêu kết tỷ lệ thuận với hàm lượng chất tạo xốp. Độ bền của vật liệu tỷ lệ nghịch với độ xốp. Kích thước lỗ xốp có thể khống chế thông qua kích thước hạt của chất tạo xốp ban đầu, từ vài μm đến vài mm. Kết quả đo độ chịu nhiệt cho thấy gốm xốp nhôm oxit tạo thành có thể chịu được nhiệt độ ≥ 1770°C.

Từ khóa: nhôm oxit, oxit titan, vật liệu xốp, luyện kim bột

Abstract

The highly porous alumina was prepared via powder metallurgy route from alumina powder using ammoni bicarbonate (NH₄)HCO₃ and citric acid as the pore-forming agents and titanium dioxide as the sintering additive. The results shown that a small amount of TiO₂ (1%) led to a remarkable enhancement of the bonding between alumina particles due to the formation of new phase Al₂TiO₅ on the alumina particles surface. Consequently, the densification and the strength of the Al₂O₃-TiO₂ sintered pellets were better than those of Al₂O₃. The pore sizes determined through SEM observation have an average value of 190 μm. The porosity of the sintered samples increases with the concentration of the pore-forming agents and reaches the highest value of 79.3 % corresponding to 80 vol.% ammonia bicarbonates used. The pore size could be controlled by the particle size of the starting pore forming agents, from a few μm to a few mm. The thermal resistance of the porous alumina is higher than 1770°C.

Keywords: alumina, titanium dioxide, porous, powder metallurgy

1. Tổng quan

Vật liệu cách nhiệt đóng vai trò rất quan trọng trong thiết bị luyện kim. Cách nhiệt tốt không những giúp đảm bảo điều kiện làm việc yêu cầu của thiết bị, giảm thiểu tiêu hao năng lượng mà còn bảo vệ môi trường xung quanh nguồn nhiệt [1]. Các vật liệu gốm nói chung có tính ổn định nhiệt cao và độ dẫn nhiệt thấp. Đây là các đặc tính rất quan trọng để ứng dụng vật liệu gốm làm vật liệu cách nhiệt. Ngoài ra, nhờ đặc tính bền hóa học, vật liệu gốm còn có thể sử dụng trong các môi trường hóa học khác nhau.

Khả năng cách nhiệt của vật liệu không chỉ phụ thuộc tính chất của vật liệu sử dụng mà còn phụ thuộc rất lớn vào cấu trúc của vật liệu. So với vật liệu đặc, độ dẫn nhiệt của vật liệu gốm còn thấp hơn ở cấu trúc xốp

[2]. Trong đó, độ xốp (tỷ lệ phần trăm về thể tích xốp), hình dáng, kích thước và cấu trúc xốp ảnh hưởng đáng kể đến tính dẫn nhiệt của vật liệu [3]. Độ xốp cao sẽ làm tăng khả năng cách nhiệt của vật liệu. Tuy nhiên, nếu độ xốp quá cao sẽ ảnh hưởng trực tiếp đến độ bền của vật liệu.

Nhôm oxit là loại gốm kỹ thuật được sử dụng rộng rãi do giá thành rẻ, có độ bền nhiệt cao, bền hóa học và độ dẫn điện thấp. Trên thế giới, nhôm oxit xốp được chế tạo bằng 3 kỹ thuật chính bao gồm kỹ thuật thay thế/bản sao (replica), kỹ thuật mẫu cháy và kỹ thuật tạo xốp trực tiếp [4]. Trong các kỹ thuật này, kỹ thuật mẫu cháy có ưu điểm là độ xốp và kích thước lỗ xốp có thể dễ dàng khống chế theo hàm lượng và kích thước của chất tạo xốp ban đầu.

* Địa chỉ liên hệ: Tel.: (+84) 912.098.484

Email: hai.leminh@hust.edu.vn

Trong nhóm các phương pháp sử dụng kỹ thuật mẫu cháy, phương pháp luyện kim bột được sử dụng phổ biến do quy trình, nguyên công đơn giản, tồn hao nguyên vật liệu ít, nhiệt độ thấp hơn so với các phương pháp khác (ví dụ như phương pháp đúc) và thân thiện với môi trường. Trong qui trình chế tạo vật liệu xốp bằng phương pháp luyện kim bột, thông thường chất tạo xốp được trộn với bột nguyên liệu ban đầu. Hỗn hợp này sau đó được ép tạo hình và thiêu kết để tạo vật liệu khối. Trong quá trình thiêu kết, chất tạo xốp bị phân hủy hoặc bay hơi tạo thành vật liệu gốm xốp. Hiện nay trên thế giới đã có các tài liệu khoa học công bố về việc chế tạo vật liệu nhôm oxit xốp bằng phương pháp luyện kim bột không sử dụng hoặc sử dụng các chất tạo xốp khác nhau như hạt sáp nến, NaCl, hạt nhựa PMMA, PVC, tinh bột... [5]. Khi không sử dụng chất tạo xốp, nhôm oxit xốp nhận được thường có độ xốp thấp (<30%) dẫn đến độ truyền nhiệt của vật liệu giảm không đáng kể [6].

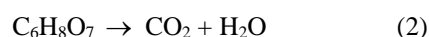
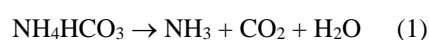
Như ta biết, nhiệt độ thiêu kết của nhôm oxit cao lên đến 1700°C [7]. Để tăng khả năng thiêu kết nhôm oxit khối ở nhiệt độ thấp hơn (1500°C), có thể sử dụng các phương pháp thiêu kết tiên tiến (thiêu kết xung plasma [8], thiêu kết bằng sóng điện từ [9]), hoặc dùng một số chất phụ gia có thể tạo ra các pha liên oxit hoặc dung dịch rắn trong quá trình thiêu kết nhôm oxit như các loại oxit kim loại khác nhau bao gồm CuO₂, TiO₂, MgO và Cr₂O₃ [7,10]. Các công bố trên cho thấy chất phụ gia chỉ với hàm lượng rất nhỏ (<0.5%) không những tăng tính khả thi của nhôm oxit ở nhiệt độ thấp hơn mà còn làm tăng đáng kể độ bền của vật liệu gốm tạo thành. Tuy nhiên, cho đến nay chưa có công bố về việc ứng dụng phụ gia thiêu kết để tổng hợp gốm xốp nhôm oxit bằng phương pháp luyện kim bột. Như đã đề cập ở trên, khi độ xốp càng tăng thì độ bền của vật liệu càng giảm. Vì vậy, việc sử dụng phụ gia thiêu kết trong qui trình chế tạo gốm xốp nhôm oxit nhằm mục đích đảm bảo vật liệu vừa có độ xốp cao vừa có độ bền cao.

Bài báo trình bày nghiên cứu chế tạo gốm xốp nhôm oxit bằng phương pháp luyện kim bột với nguyên liệu ban đầu bao gồm bột Al₂O₃, chất kết dính Polyvinyl alcohol (PVA) 5%, chất tạo xốp ammoni bicacbonat (NH₄)HCO₃ và chất phụ gia thiêu kết TiO₂.

2. Qui trình thực nghiệm

Bột Al₂O₃, xuất xứ Trung Quốc, có độ sạch ≥99,5% , hạt bột có dạng phiến với kích thước hạt trung bình 8 μm. Phụ gia thiêu kết sử dụng là bột TiO₂, xuất xứ Liên Xô, có độ sạch ≥99,9 % với kích thước hạt trung bình 3 μm. Chất kết dính sử dụng là dung dịch polyvinyl alcohol (PVA) hàm lượng 5% khối lượng. Bột muối ammoni bicacbonat (NH₄HCO₃) và axit citric C₆H₈O₇ được sử dụng làm chất tạo xốp. Đây là hợp chất hóa học có khả năng bay hơi hoàn toàn ở

nhiệt độ thấp ≤ 150°C. Các bột ban đầu được cân phối liệu theo các tỷ lệ thành phần định trước bằng cân phân tích điện tử với độ chính xác 0.001g. Để đánh giá ảnh hưởng của phụ gia thiêu kết, mẫu không sử dụng phụ gia thiêu kết được chế tạo với cùng một quy trình thực nghiệm. Bột sau khi phối liệu được trộn đồng đều hóa trong máy trộn tang trống với tỷ lệ bi:bột là 4:1 trong thời gian 3h. Hỗn hợp bột sau khi trộn đồng đều hóa được tạo hình bằng phương pháp ép đồng trục một chiều trên máy ép thủy lực (Liên Xô) sử dụng khuôn hợp kim cứng dạng hình trụ đường kính 20 mm với lực ép lần lượt là 100, 200 và 300 MPa. Viên mẫu sau khi ép được đưa vào lò điện trở Linn - HT1300 (Đức) để nung bay chất tạo xốp ở nhiệt độ 200°C trong 2h. Trong công đoạn này, chất tạo xốp muối ammoni bicacbonat và axit citric bị bay hơi hoàn toàn theo phản ứng (1) và (2).



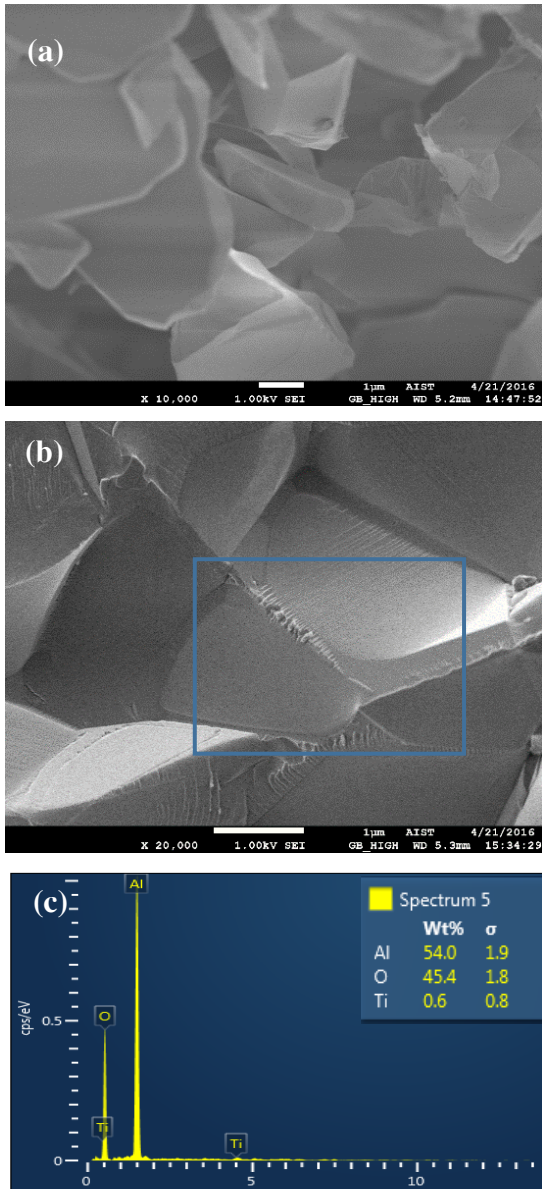
Các mẫu sau khi nung bay chất tạo xốp được chuyển sang lò điện trở Linn - HT1600 (Đức) để thiêu kết ở nhiệt độ 1550°C trong 4h. Tốc độ nung nhiệt 5°C/phút và môi trường thiêu kết là khí argon.

Tỷ trọng, độ xốp của mẫu sau thiêu kết được xác định bằng phương pháp cân thủy tĩnh theo tiêu chuẩn TCVN 6530-1:1999 tại Trung tâm kiểm định Vật liệu xây dựng (VILAS 003). Cấu trúc xốp, hình dáng và kích thước lỗ xốp được tiến hành kiểm tra bằng máy hiển vi điện tử quét JOEL (Viện AIST – Trường ĐHBKHN). Độ bền nén và độ bền uốn của mẫu gốm xốp được xác định bằng máy đo MTS (PTN Công nghệ Vật liệu Kim loại – Viện KHKTVL – Trường ĐHBKHN) theo tiêu chuẩn đo JIS-R 1608-2003 và JIS-R 1664-2004 của Nhật.

3. Kết quả và thảo luận

Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của các mẫu gốm nhôm oxit thiêu kết ở nhiệt độ 1550°C trong 4h không sử dụng phụ gia thiêu kết và có sử dụng phụ gia thiêu kết Al₂O₃-1,0%TiO₂ và phổ tán xạ năng lượng tia X tương ứng được trình bày ở hình 1. Kết quả ảnh chụp SEM các mẫu cho ta thấy đối với mẫu không sử dụng phụ gia thiêu kết (hình 1a) các hạt bột liên kết rời rạc và không có liên kết ở biên giới các hạt bột. Khi các phụ gia thiêu kết được sử dụng, 1,0% TiO₂ (hình 1b) ta thấy có sự liên kết rõ ràng tại biên giới các hạt bột. Kết quả này cho thấy sự hiệu quả khi sử dụng TiO₂ làm phụ gia thiêu kết Al₂O₃. Sự tăng khả năng thiêu kết khi sử dụng TiO₂ được giải thích thông qua việc hình thành các pha trung gian trên bề mặt các hạt bột thông qua các phản ứng pha rắn trong quá trình thiêu kết. Giản đồ pha của Al₂O₃ và TiO₂ cho thấy các oxit này có khả năng thành pha Al₂TiO₅ trong quá trình thiêu kết. Việc hình thành pha liên oxit này dẫn đến làm tăng khả năng

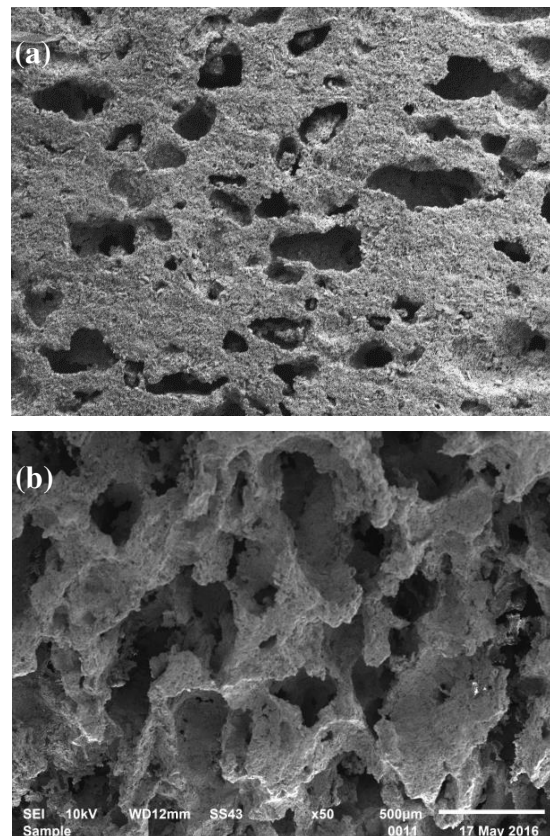
liên kết tại biên giới các hạt bột nhôm oxit. Kết quả chụp phổ tán xạ năng lượng tia X (EDS) (hình 1c) thực hiện tại vùng biên giới hạt (đánh dấu vuông trên các ảnh SEM) đã cho thấy sự có mặt của các nguyên tố Ti khi sử dụng phụ gia thiêu kết TiO_2 . Bên cạnh đó, việc hình thành pha Al_2TiO_5 còn được chứng minh thông qua sự thay đổi màu sắc của các mẫu sau khi thiêu kết. Mẫu không sử dụng phụ gia thiêu kết có màu trắng trong khi đó mẫu Al_2O_3 -1,0% TiO_2 có màu xanh đậm tương ứng với màu của pha Al_2TiO_5 đã được chứng minh trong các công bố trước đây [11].



Hình 1. Ảnh hiển vi điện tử quét của các mẫu gốm nhôm oxit thiêu kết ở nhiệt độ 1500°C trong 4h (a) không sử dụng phụ gia thiêu kết và có sử dụng phụ gia thiêu kết (b) TiO_2 , (c) phổ tán xạ năng lượng tia X tương ứng.

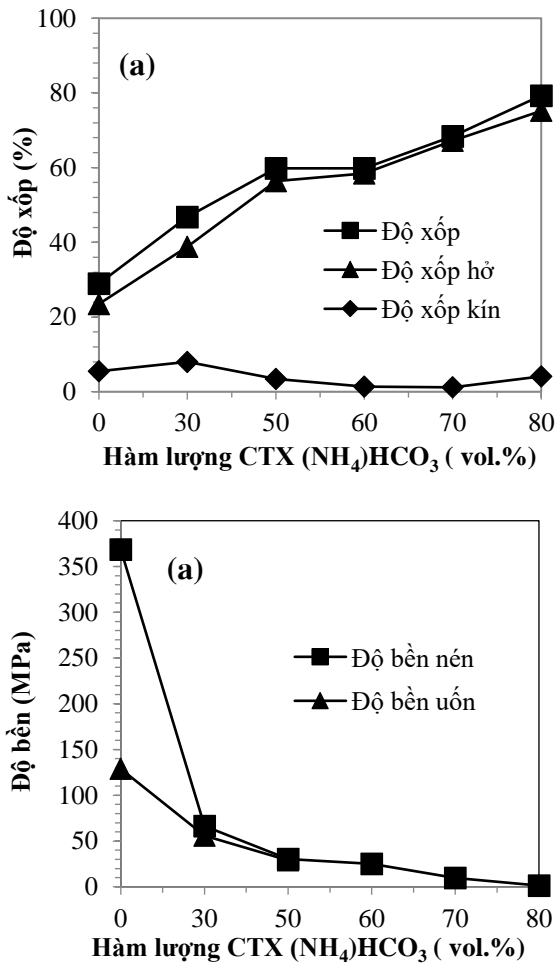
Kết quả đo độ xốp và độ bền của các mẫu gốm nhôm oxit sau thiêu kết cho thấy sự có mặt của phụ gia thiêu kết TiO_2 làm giảm độ xốp và làm tăng đáng kể độ bền uốn và độ bền nén so với mẫu không sử dụng phụ gia thiêu kết. Độ xốp của mẫu giảm từ 39 ± 3 xuống còn $29 \pm 2\%$, độ bền nén tăng từ 66,2 lên đến 368,5 MPa và độ bền uốn tăng từ 45,2 lên đến 128,3 MPa.

Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu gốm xốp nhôm oxit với phụ gia thiêu kết 1,0% TiO_2 và 50% thể tích chất tạo xốp $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ được trình bày trên hình 2a. Kết quả cho thấy các lỗ xốp có hình dạng phức tạp, phân bố đồng đều và có kích thước trung bình $190 \mu\text{m}$. Hình dạng và kích thước lỗ xốp hoàn toàn khác biệt so với hình dạng (cầu) và kích thước của chất tạo xốp sử dụng ($120 \mu\text{m}$). Hiện tượng này có thể giải thích do các hiện tượng xảy ra trong quá chế tạo như sự tích tụ của các hạt chất tạo xốp trong quá trình trộn, lực đẩy do tăng áp suất trong quá trình bay hơi chất tạo xốp hoặc do sự co ngót của mẫu trong quá trình thiêu kết. Khi tăng hàm lượng chất tạo xốp từ 50 lên 80 % thể tích (Hình 2b), ta thấy mật độ lỗ xốp tăng lên và các lỗ xốp liên thông với nhau.



Hình 2. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu gốm xốp nhôm oxit sau thiêu kết với phụ gia thiêu kết 1% TiO_2 và hàm lượng chất tạo xốp $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ (a) 50% và (b) 80% thể tích

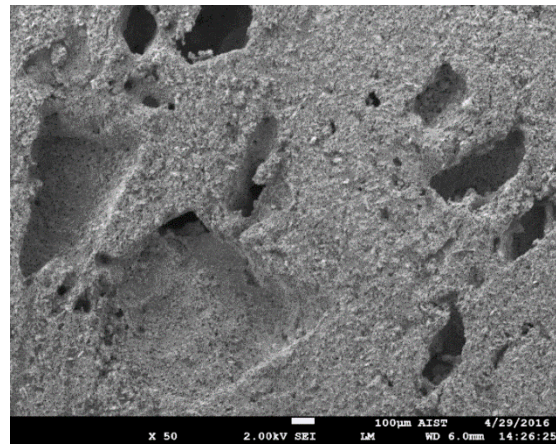
Hình 3a trình bày ảnh hưởng của hàm lượng chất tạo xốp ($(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ đến độ xốp thực, hàm lượng xốp kín và xốp hở của mẫu gốm xốp nhôm oxit sử dụng 1,0% TiO_2 làm phụ gia thiêu kết. Kết quả cho thấy các mẫu gốm xốp đều có cấu trúc xốp hỗn hợp (bao gồm cả lỗ xốp kín và lỗ xốp hở) và lỗ xốp hở chiếm phần lớn. Hàm lượng chất tạo xốp tỷ lệ thuận với độ xốp của mẫu. Khi tăng hàm lượng chất tạo xốp từ 0 đến 80% thể tích, độ xốp thực của mẫu tăng từ 28,9% lên đến 79,3%. Độ bền của gốm xốp tỷ lệ nghịch với độ xốp của mẫu. Khi độ xốp của mẫu tăng 29,8% lên đến 78,3% tương ứng với hàm lượng chất tạo xốp sử dụng từ 0 đến 80 vol.% thì độ bền nén của mẫu giảm từ 368,5 xuống còn 1,4 MPa và độ bền uốn của mẫu giảm từ 128,8 xuống còn 29,0 MPa (Hình 3b).



Hình 3. Ảnh hưởng của hàm lượng chất tạo xốp ($(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ đến (a) độ xốp và (b) độ bền của mẫu gốm xốp với phụ gia thiêu kết 1,0% TiO_2

Bên cạnh ammoni bicacbonat ($(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$, axit citric $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ cũng được sử dụng làm chất tạo xốp với mục đích khảo sát ảnh hưởng của kích thước chất tạo xốp đến cấu trúc và hình thái lỗ xốp tạo thành trong vật liệu do kích thước hạt trung bình của axit citric $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$

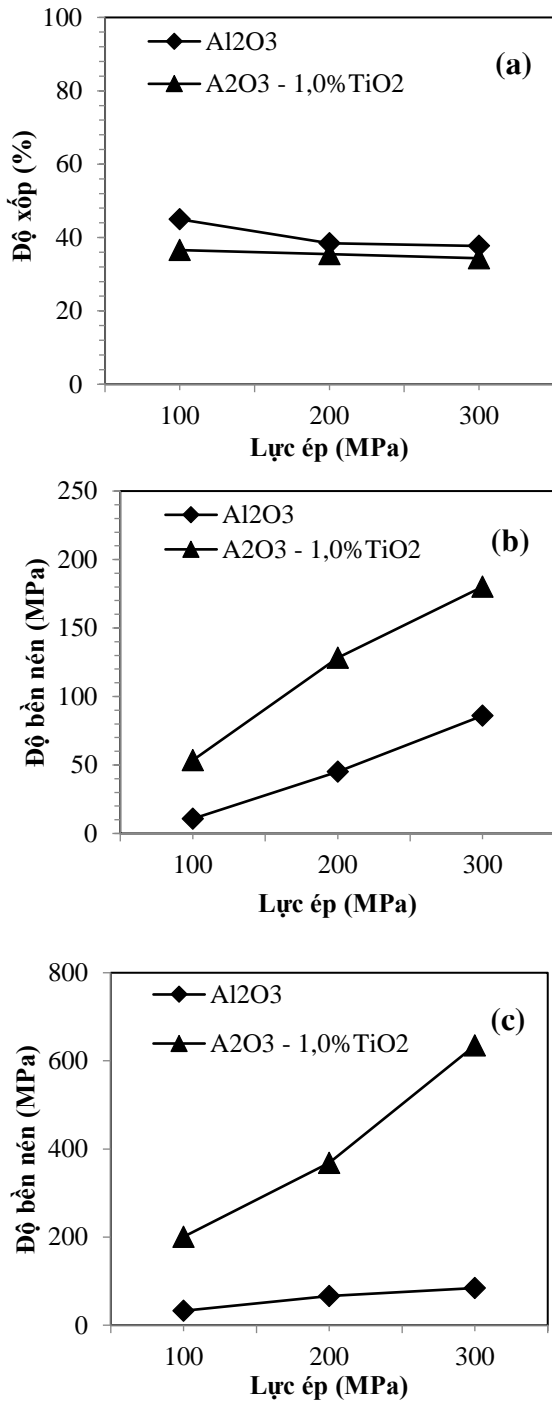
sử dụng là 1000 μm , gấp gần 10 lần so với kích thước hạt trung bình của ammoni bicacbonat ($(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ là 120 μm . Hình 4 trình bày ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của các mẫu gốm xốp nhôm oxit với phụ gia thiêu kết 1,0% TiO_2 hàm lượng chất tạo xốp axit citric $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 30 vol.%. Kết quả cho ta thấy cũng giống như khi sử dụng chất tạo xốp là ammoni bicacbonat ($(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$, lỗ xốp có hình dạng phức tạp. Tuy nhiên, khi sử dụng axit citric $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ làm chất tạo xốp thì kích thước lỗ xốp phân bố không đồng đều từ 100 lên tới 1000 μm . Kết quả đo độ xốp và đo độ bền cho thấy mẫu có giá trị độ xốp thực và độ bền nén tương đương với các mẫu tương ứng sử dụng ammoni bicacbonat làm chất tạo xốp ở cùng một hàm lượng chất tạo xốp là 30 vol.%. Tuy nhiên, khi tăng hàm lượng chất tạo xốp axit citric $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ lên lớn hơn 30% thể tích, các mẫu bị phá hủy hoàn toàn sau quá trình nung bay chất tạo xốp. Hiện tượng này có thể giải thích là do kích thước hạt của chất tạo xốp lớn dẫn đến sự thay đổi áp suất lớn trong thể tích của mẫu trong quá trình nung bay chất tạo xốp gây nên phá hủy mẫu trong quá trình nung.



Hình 4. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu gốm xốp nhôm oxit sau thiêu kết với phụ gia thiêu kết 1,0% TiO_2 , hàm lượng chất tạo xốp $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 50%

Lực ép là một thông số công nghệ quan trọng trong qui trình chế tạo vật liệu bằng phương pháp luyện kim bột vì nó ảnh hưởng trực tiếp đến tính chất của sản phẩm. Ảnh hưởng của lực ép đến tính chất của gốm xốp nhôm oxit được khảo sát trước hết với các mẫu không sử dụng chất tạo xốp và tiếp theo với các mẫu có sử dụng chất tạo xốp ammoni bicacbonat ($(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ với các hàm lượng khác nhau.

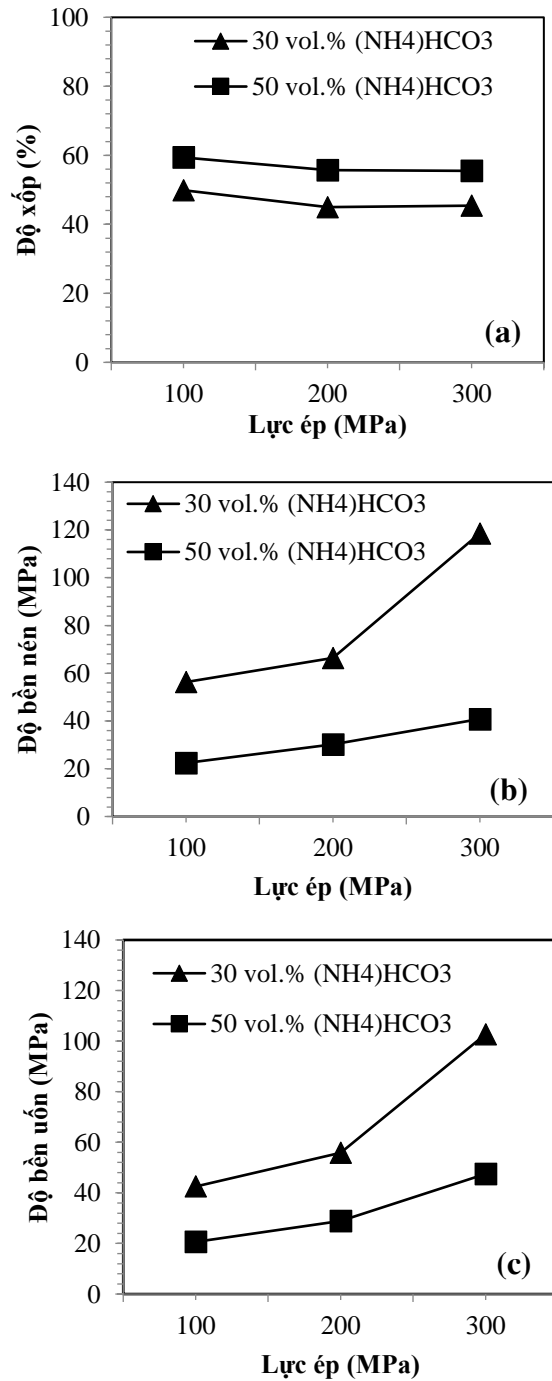
Hình 5a, 5b và 5c trình bày ảnh hưởng của lực ép đến độ xốp thực, độ bền nén và độ bền uốn của các mẫu gốm xốp nhôm oxit không sử dụng phụ gia thiêu kết, có sử dụng phụ gia thiêu kết 1,0% TiO_2 . Kết quả nhận được cho thấy xu hướng thay đổi giống nhau của độ xốp thực, độ bền nén và độ bền uốn khi tăng lực ép từ 100 đến 300 MPa đối với tất cả các mẫu khảo sát.



Hình 5. Ảnh hưởng của lực ép đến (a) độ xốp thực, (b) độ bền nén và (c) độ bền uốn của mẫu gốm xốp nhôm oxit tiêu kết ở nhiệt độ 1550°C trong 4h không sử dụng phụ gia tiêu kết 1,0% TiO₂.

Khi tăng lực ép từ 100 lên 200 MPa, độ xốp của các mẫu đều giảm đáng kể, ví dụ như mẫu không sử dụng phụ gia tiêu kết độ xốp giảm từ 45,0% xuống còn 38,4%. Độ bền nén và độ bền uốn của các mẫu đều tăng đáng kể khi tăng lực ép từ 100 lên 200 MPa. Hiện

tượng này có thể giải thích là do tăng lực ép từ 100 lên 200 MPa các hạt bột có xu hướng sắp xếp lại và điền đầy các khe hở lớn giữa các hạt bột. Điều đó làm giảm đáng kể độ xốp và làm tăng độ bền của mẫu.



Hình 6: Ảnh hưởng của lực ép đến (a) độ xốp thực, (b) độ bền nén và (c) độ bền uốn của mẫu gốm xốp tiêu kết ở nhiệt độ 1550°C trong 4h sử dụng phụ gia tiêu kết 1,0% TiO₂ với hàm lượng chất tạo xốp (NH₄)HCO₃ khác nhau 30 và 50% thể tích.

Khi tăng lực ép từ 200 lên 300 MPa thì độ xốp giảm không đáng kể nhưng độ bền nén và độ bền uốn đều tăng đáng kể, ví dụ như mẫu Al_2O_3 -1,0% TiO_2 , độ xốp thực của mẫu chỉ giảm từ 38,8 xuống 37,7% nhưng độ bền của mẫu tăng từ 82,0 lên đến 112,9 MPa. Hiện tượng này có thể giải thích là ở giai đoạn khi tăng lực ép từ 200 lên 300 MPa gần như sự sắp xếp lại của các hạt bột rất nhỏ nên không có sự thay đổi mạnh về giá trị độ xốp giống như ở giai đoạn trước. Tuy nhiên, lực ép tăng trong giai đoạn này làm tăng mật độ và khả năng tiếp xúc giữa các hạt bột làm cho quá trình khuếch tán tạo liên kết diễn ra thuận lợi hơn trong quá trình thiêu kết, qua đó làm tăng đáng kể độ bền của mẫu.

Hình 6a, 6b và 6c trình bày ảnh hưởng của lực ép đến độ xốp thực, độ bền nén và độ bền uốn của các mẫu gốm xốp nhôm oxit sử dụng phụ gia thiêu kết 1,0% TiO_2 với các hàm lượng chất tạo xốp ammoni bicacbonat $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ khác nhau 30 và 50% thể tích. Kết quả cho thấy ảnh hưởng của lực ép đến độ xốp và độ bền của mẫu có xu hướng tương tự như đối với các mẫu không sử dụng chất tạo xốp thảo luận ở phần trên đó là: Khi tăng lực ép từ 100 lên 200 MPa, độ xốp thực của các mẫu giảm đáng kể, độ bền nén và độ bền uốn của mẫu đều tăng mạnh. Khi tăng lực ép từ 200 lên 300 MPa, độ xốp của các mẫu giảm nhẹ nhưng độ bền nén và độ bền uốn tăng đáng kể.

Độ chịu nhiệt của các mẫu gốm xốp được xác định bằng phương pháp côn mẫu thử theo TCVN 6530-1:1999. Các mẫu tiến hành đo bao gồm các mẫu gốm xốp nhôm oxit thiêu kết ở nhiệt độ 1550°C trong 4h không sử dụng và có sử dụng phụ gia thiêu 1,0% TiO_2 , và các mẫu có sử dụng chất tạo xốp với hàm lượng ammoni bicacbonat $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ 50 vol.%. Kết quả đo cho thấy khi nhiệt độ của thiết bị đo đạt giá trị tới hạn ở 1770°C góc nghiêng của côn thử không thay đổi đối với tất cả các mẫu đo, điều đó chứng minh khả năng bền nhiệt của các mẫu gốm xốp nhôm oxit là $\geq 1770^\circ\text{C}$.

4. Kết luận

TiO_2 sử dụng làm phụ gia thiêu kết làm tăng đáng kể khả năng thiêu kết của nhôm oxit ở nhiệt độ 1550°C qua đó làm tăng đáng kể cơ tính của sản phẩm gốm xốp Al_2O_3 . Gốm xốp nhôm oxit chế tạo bằng phương pháp luyện kim bột sử dụng ammoni bicacbonat NH_4HCO_3 và axit citric $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ làm chất tạo xốp có cấu trúc xốp hỗn hợp (kín và hở) trong đó hàm lượng lỗ xốp hở chiếm phần lớn. Lỗ xốp có hình dạng phức tạp và phân bố đều trong toàn bộ thể tích mẫu, kích thước lỗ xốp trung bình 190 μm (khi sử dụng ammoni bicacbonat NH_4HCO_3 làm chất tạo xốp). Độ xốp của vật liệu tăng tỷ lệ thuận với hàm lượng chất tạo xốp sử dụng và đạt tối đa 79,3%. Độ bền uốn và độ bền nén tỷ lệ nghịch với độ xốp của mẫu. Kích thước hạt của chất tạo xốp

ban đầu tăng làm kích thước lỗ xốp tăng tuy nhiên hàm lượng chất tạo xốp sử dụng bị hạn chế. Độ chịu lửa của gốm xốp nhôm oxit $\geq 1770^\circ\text{C}$.

Lời cảm ơn

Các tác giả chân thành cảm ơn sự giúp đỡ của TS. Đỗ Minh Đức trong việc xác định độ bền của các mẫu đo. Nghiên cứu sử dụng kinh phí của đề tài cấp trường Đại học Bách Khoa Hà Nội T2016-PC-151.

References

- [1] E.C. Hammel, O.L.-R. Ighodaro, O.I. Okoli, Processing and properties of advanced porous ceramics: An application based review, *Ceram. Int.* 40 (2014) 15351–15370.
- [2] I.Y. Guzman, Certain Principles of Formation of Porous Ceramic Structures. Properties and Applications (A Review), *Glass Ceram.* 60 (2003) 280–283.
- [3] D. Li, M. Li, Porous Y_2SiO_5 Ceramic with Low Thermal Conductivity, *J. Mater. Sci. Technol.* 28 (2012) 799–802.
- [4] A.R. Studart, U.T. Gonzenbach, E. Tervoort, L.J. Gauckler, Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review, *J. Am. Ceram. Soc.* 89 (2006) 1771–1789.
- [5] E. Chevalier, D. Chulia, C. Pouget, M. Viana, Fabrication of porous substrates: a review of processes using pore forming agents in the biomaterial field, *J. Pharm. Sci.* 97 (2008) 1135–1154.
- [6] T. Ohji, M. Fukushima, Macro-porous ceramics: processing and properties, *Int. Mater. Rev.* 57 (2012) 115–131.
- [7] L.A. Xue, I.-W. Chen, Low-Temperature Sintering of Alumina with Liquid-Forming Additives, *J. Am. Ceram. Soc.* 74 (1991) 2011–2013.
- [8] Z. Shen, M. Johnsson, Z. Zhao, M. Nygren, Spark Plasma Sintering of Alumina, *J. Am. Ceram. Soc.* 85 (2002) 1921–1927.
- [9] S.-T. Oh, K. Tajima, M. Ando, T. Ohji, Fabrication of porous Al_2O_3 by microwave sintering and its properties, *Mater. Lett.* 48 (2001) 215–218.
- [10] I.B. Cutler, C. Bradshaw, C.J. Christensen, E.P. Hyatt, Sintering of Alumina at Temperatures of 1400°C and Below, *J. Am. Ceram. Soc.* 40 (1957) 134–139.
- [11] J.J. Kanga, B.S. Xub, H.D. Wang, C.B. Wanga, Influence of Spraying Parameters on the Microstructure and Properties of Plasma-sprayed $\text{Al}_2\text{O}_3/40\%\text{TiO}_2$ Coating, *Physics Procedia Volume 50* (2013) 169–176.
- [12] A. Azarniya, A. Azarniya, H. R. Hosseinia, Abdolreza Simchib, Mechanical and thermal properties of highly porous Al_2TiO_5 -Mullite ceramics, *Ceramics International, Volume 42, Issue 2, Part B* (2016) 3548–3555

