

# Nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ sấy đến chất lượng gốm cao nhôm làm vật liệu chống va đập, chống đạn

Ngô Minh Tiến<sup>1</sup>, Vũ Minh Thành<sup>1</sup>, Đồng Thị Nhung<sup>2</sup>, Điền Trung Nghĩa<sup>3</sup>,  
Nguyễn Xuân Việt<sup>3</sup>, Nguyễn Thế Hữu<sup>4</sup>, Đào Văn Chương<sup>5</sup>, Lê Văn Thu<sup>5,\*</sup>

<sup>1</sup>*Viện Hóa học-Vật liệu, Viện Khoa học và Công nghệ Quân sự*

<sup>2</sup>*Khoa Hoá học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Thái Nguyên*

<sup>3</sup>*Khoa Hoá học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội*

<sup>4</sup>*Khoa Công nghệ Hoá học, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội*

<sup>5</sup>*Viện Kỹ thuật Hoá học, Sinh học và Tài liệu nghiệp vụ, Bộ Công an*

Nhận ngày 07 tháng 7 năm 2016

Chỉnh sửa ngày 30 tháng 7 năm 2016; Chấp nhận đăng ngày 01 tháng 9 năm 2016

**Tóm tắt:** Chế độ sấy đóng vai trò quan trọng đến chất lượng của gốm cao nhôm ứng dụng trong chế tạo vật liệu chống va đập, chống đạn. Trong bài báo này, ảnh hưởng của chế độ sấy đến chất lượng của vật liệu gốm cao nhôm được nghiên cứu bằng phương pháp xác định hàm lượng nước, độ cứng, độ bền uốn, khối lượng riêng, độ xốp, phân tích nhiệt vi sai. Kết quả phân tích thấy rằng, chế độ sấy quyết định đến tổ chức, các tính chất cơ lý của sản phẩm. Chế độ sấy phù hợp: nhiệt độ sấy 110°C, thời gian sấy 24 giờ, tốc độ gia nhiệt 5°C/phút cho gốm cao nhôm có thành phần  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 95\%$ ,  $\text{TiO}_2 = 4\%$ ;  $\text{MgO} = 1\%$  sau khi nung đảm bảo các chỉ tiêu cần thiết làm vật liệu chống va đập, chống đạn cấp cao.

**Từ khóa:** Gốm chống đạn, gốm cao nhôm, chế độ sấy gốm.

## 1. Đặt vấn đề

Vật liệu chống sốc nhiệt, chống va đập, chống đạn sử dụng gốm cao nhôm có bổ sung thêm một số thành phần như:  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  và  $\text{MgO}$ ... đã được nghiên cứu nhiều trên thế giới [1, 3-4]. Trong những năm gần đây, ở nước ta cũng bắt đầu nghiên cứu sử dụng bổ sung thêm thành phần  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MgO}$  cho gốm cao nhôm để làm các vật liệu chống va đập, chống đạn. Các nghiên cứu đã đưa ra được thành phần, chế độ gia công, qui trình nung thiêu

kết,... cho loại gốm cao nhôm này [2]. Tuy nhiên, quá trình sấy ảnh hưởng đến tổ chức, tính chất, chất lượng của gốm cao nhôm làm vật liệu chống va đập, chống đạn thì chưa được quan tâm đề cập đến. Qua thực tế sản xuất cho thấy, chế độ sấy ảnh hưởng nhiều đến tổ chức, tính chất cơ lý của sản phẩm gốm nói chung và gốm cao nhôm nói riêng. Bài báo này nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ sấy đến chất lượng của gốm cao nhôm, từ đó đưa ra chế độ sấy tối ưu cho gốm oxit nhôm có thành phần  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 95\%$ ,  $\text{TiO}_2 = 4\%$ ;  $\text{MgO} = 1\%$  ứng dụng làm vật liệu chống va đập, chống đạn, đảm bảo các chỉ tiêu cần thiết dùng trong chế tạo sản phẩm

\* Tác giả liên hệ. ĐT: 84-989099584  
E-mail: thulv81@yahoo.com

chống đạn cấp cao (cấp IV, V theo tiêu chuẩn chống đạn NIJ 01.01.04, Mỹ) [5].

## 2. Thực nghiệm

### 2.1. Nguyên vật liệu

- Bột Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kích thước hạt trung bình 2  $\mu$ m, được chế tạo từ bột Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, hàm lượng > 99%, kích thước 5 $\mu$ m, Inframat, Mỹ;
- MgO hàm lượng 99,99% kích thước hạt trung bình 100 nm, Merck, Đức;
- TiO<sub>2</sub> hàm lượng 99,99%, kích thước hạt trung bình 100 nm, Merck, Đức;
- Keo Polyvinylalcol (PVA) hàm lượng 5% được chế tạo từ bột PVA Solutia.Inc, Singapore;
- Nước cất 1 lần được cất tại phòng thí nghiệm Viện Hóa học - Vật liệu.

### 2.2. Phương pháp và các thiết bị nghiên cứu

#### a) Thiết bị nghiên cứu:

- Cân phân tích điện tử PA214DHAUS, Mỹ, độ chính xác  $\pm 10^{-4}$  gam;
- Máy nghiền bi 04149-05, Mỹ với bi nghiền oxit nhôm để đồng đều thành phần và làm nhỏ kích thước hạt oxit nhôm;
- Khuôn gốm kim loại kích thước 56 x 56 mm;
- Máy ép thủy lực của Đức, lực ép lớn nhất 60 tấn;
- Lò sấy DHG-9240B, Trung Quốc, nhiệt độ chính xác  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ;
- Lò nung nhiệt độ cao có khả năng điều chỉnh nhiệt độ theo chu trình, nhiệt độ nung tối đa 1700  $^{\circ}\text{C}$  tại Viện Vật liệu Xây dựng.

#### b) Phương pháp nghiên cứu:

- Xác định độ bền uốn trên máy Tinius Olsen H100KT Hounfield, Anh tại Viện Kỹ thuật Hoá học, Sinh học và Tài liệu nghiệp vụ;
- Xác định độ cứng theo thang HV<sub>10</sub> tại Học viện Kỹ thuật quân sự;
- Xác định độ xốp, khối lượng riêng của gốm theo TCVN 6415-3:2005;

- Xác định hàm lượng nước sau khi sấy trên máy phân tích nhiệt vi sai, NETZSCH STA 409 PC/PG tại Viện Hóa học - Vật liệu.

### 2.3. Chế tạo mẫu

Thành phần phối trộn nguyên liệu chứa TiO<sub>2</sub> = 40g; MgO = 10g; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 950g. Đưa các hệ vật liệu này vào máy nghiền bi theo tỷ lệ 1kg vật liệu + 1,9 kg bi nghiền + 630ml nước cất + 70ml keo PVA 5%, thời gian nghiền trộn trong 240 phút, tốc độ nghiền trộn 120 vòng/phút. Lấy sản phẩm ra, để khô tự nhiên ngoài không khí.

Bột sau khi khô được nghiền nhỏ bằng máy nghiền bi, đưa vào khuôn ép và ép tạo hình bằng máy ép thủy lực với lực ép 1200 kG/cm<sup>2</sup> (ép hai chiều). Mẫu sau khi ép có kích thước 56 x 56 x 10 mm được sấy ở các chế độ sấy khác nhau.

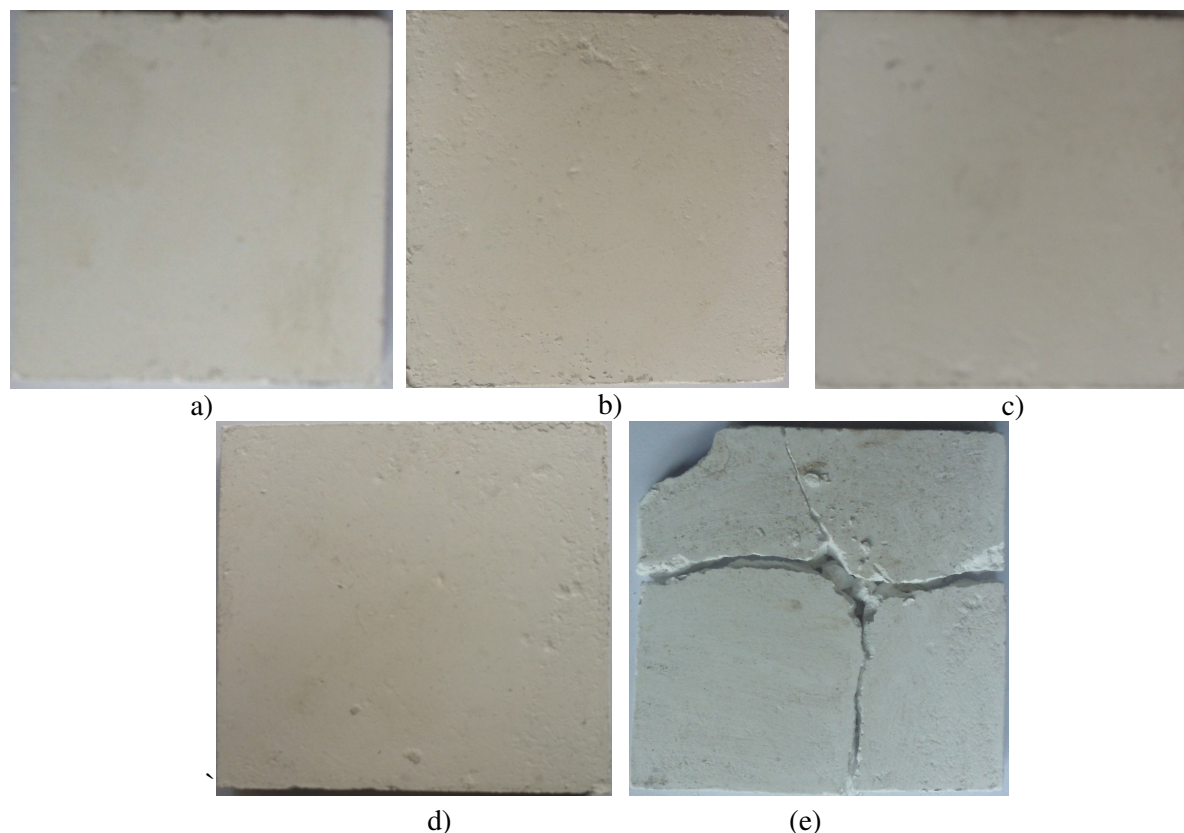
Quy trình nung thiêu kết gồm như sau: nung từ nhiệt độ phòng đến 550 $^{\circ}\text{C}$  với tốc độ gia nhiệt 2,5 $^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ , giữ ở nhiệt độ này 45 phút để loại bỏ các chất hữu cơ; tiếp đó nâng nhiệt từ 550  $^{\circ}\text{C}$  đến nhiệt độ 1550 $^{\circ}\text{C}$  với tốc độ gia nhiệt 5 $^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ , giữ nhiệt độ thiêu kết ở 1550 $^{\circ}\text{C}$  trong 120 phút và làm nguội tự nhiên ở trong lò đến nhiệt độ dưới 80  $^{\circ}\text{C}$ .

## 3. Kết quả nghiên cứu và thảo luận

### 3.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy đến chất lượng của gốm cao nhôm

Tiến hành sấy gốm trong thời gian 24h, tốc độ gia nhiệt là 5 $^{\circ}\text{C}/\text{phút}$  với nhiệt độ sấy thay đổi từ 90 $^{\circ}\text{C}$  đến 120 $^{\circ}\text{C}$ . Kết quả sau khi sấy được trình bày hình 1.

Nhìn cảm quan tại hình 1 cho thấy, các mẫu sấy ở nhiệt độ 100  $^{\circ}\text{C}$ , 110  $^{\circ}\text{C}$ , 115  $^{\circ}\text{C}$  có bề mặt khô đều, cấu trúc bền chắc, sản phẩm sau khi sấy không bị nứt vỡ. Mẫu sấy tại nhiệt độ 90  $^{\circ}\text{C}$  bề mặt vẫn còn hơi ẩm nhiều, sẽ gây ảnh hưởng xấu đến chất lượng sản phẩm sau khi nung, còn tại nhiệt độ 120  $^{\circ}\text{C}$  mẫu bị vỡ khi lấy ra khỏi tủ sấy. Do mẫu bị khô, không còn lượng ẩm dư cần thiết để liên kết bột oxit lại.



Hình 1. Ảnh chụp bề mặt gốm cao nhôm sau khi sấy với tốc độ gia nhiệt 5 °C/phút, thời gian giữ nhiệt 24 giờ ở 90 °C (a), 100 °C (b), 110 °C (c), 115 °C (d) và 120 °C (e)

Bảng 1. Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy đến chất lượng gốm cao nhôm

TT	Mẫu	Nhiệt độ sấy, °C	Hàm lượng nước, %	Độ cứng, MPa	Các chỉ tiêu cơ lý sau khi nung		
					Độ bền uốn, MPa	Khối lượng riêng, g/cm <sup>3</sup>	Độ xốp, %
1	T1	90	2,5	1240	360	3,70	3,38
2	T2	100	1,5	1247	370	3,76	3,35
3	T3	110	0,9	1253	375	3,80	3,30
4	T4	115	0,7	1251	372	3,79	3,34

Bảng 1 cho thấy, mẫu gốm sau khi sấy tại các nhiệt độ khác nhau được nung với cùng chế độ cho các chỉ tiêu cơ lý là khác nhau. Chế độ T3 cho độ cứng, độ bền uốn và khối lượng riêng là lớn nhất, sản phẩm phù hợp để làm tấm chống đạn cấp cao (cấp IV, V theo tiêu chuẩn chống đạn NIJ 01.01.04, Mỹ). Nguyên nhân tại chế độ sấy T1 và T2 do nhiệt độ sấy còn thấp nên sau khi sấy lượng ẩm còn trong mẫu gốm nhiều, do đó khi nung lượng hơi này thoát ra mạnh để lại nhiều lỗ xốp (khối lượng riêng nhỏ,

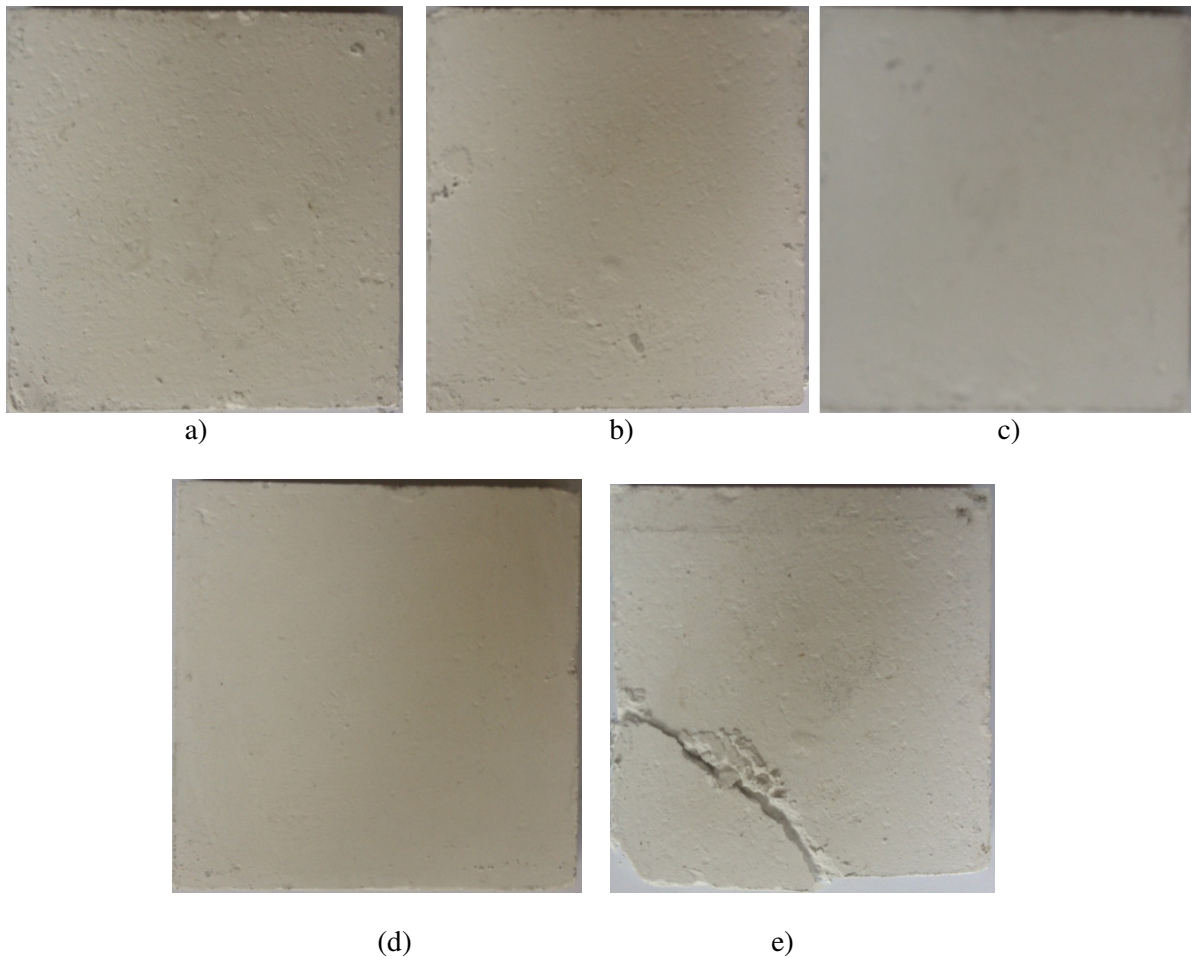
độ xốp lớn). Ngược lại, mẫu T4 được sấy tại nhiệt độ cao hơn mẫu T3 nên sau khi sấy mẫu T4 có hàm lượng nước ít hơn, nước thoát ra nhanh để lại các lỗ xốp, lực liên kết giữa các hạt bột giảm, độ xếp chặt của mẫu sau khi sấy kém hơn. Do đó, các chỉ tiêu cơ lý của mẫu T4 sau khi nung kém hơn so với mẫu T3. Điều này cũng phù hợp với một số nghiên cứu chỉ ra rằng, hàm lượng nước sau khi sấy khoảng 1% cho chất lượng gốm oxit nhôm là cao nhất.

Như vậy, chọn nhiệt độ sấy tại 110 °C cho gốm cao nhôm làm tấm chống va đập, chống đạn là tối ưu nhất.

### 3.2. Ảnh hưởng của thời gian sấy đến chất lượng của gốm cao nhôm

Tiến hành sấy gốm tại nhiệt độ 110 °C, tốc độ gia nhiệt là 5 °C/phút với thời gian giữ nhiệt thay đổi từ 15 giờ đến 30 giờ. Kết quả sau khi sấy được trình bày trên hình 2.

Trên hình 2 thấy rằng, mẫu sấy thời gian 30h bị nứt vỡ khi lấy ra khỏi tủ sấy do thời gian sấy dài, mẫu không còn độ ẩm cần thiết để liên kết các hạt bột oxit. Các mẫu sấy tại các thời gian khác nhau có bề mặt khô khác nhau. Mẫu H1 sấy trong 15h bề mặt có độ ẩm cao, các mẫu sấy trong 20h, 24h, 26h có bề mặt khô đều, liên kết tốt.



Hình 2. Ảnh chụp bề mặt gốm cao nhôm sau khi sấy với nhiệt độ sấy 110 °C, tốc độ gia nhiệt 5 °C/phút trong 15h (a), 20h (b), 24h (c), 26h (d) và 30h (e).

Bảng 2. Ảnh hưởng của thời gian sấy đến chất lượng gốm cao nhôm

TT	Mẫu	Thời gian sấy, h	Hàm lượng nước, %	Các chỉ tiêu cơ lý sau khi nung			
				Độ cứng, MPa	Độ bền uốn, MPa	Khối lượng riêng, g/cm <sup>3</sup>	Độ xốp, %
1	H1	15	1,8	1245	366	3,74	3,37
2	H2	20	1,2	1250	372	3,77	3,34
3	H3	24	0,9	1253	375	3,80	3,30
4	H4	26	0,8	1252	373	3,79	3,32

Bảng 2 cho thấy, mẫu gốm sau khi sấy tại các thời gian sấy khác nhau, được nung với cùng chế độ cho các chỉ tiêu cơ lý là khác nhau. Tại chế độ H1 và H2 mẫu sấy với các thời gian ngắn nên hàm lượng nước trong mẫu sau khi sấy là nhiều. Mẫu sau khi nung có độ xốp lớn, khối lượng riêng nhỏ, các chỉ tiêu cơ lý của mẫu là không cao. Mẫu H3 và H4 có thời gian sấy lâu hơn nên hàm lượng nước sau khi sấy là nhỏ hơn. Sản phẩm thu được sau khi nung có

các chỉ tiêu cơ lý cao hơn so với các mẫu H1 và H2. Mẫu H3 và H4 có các chỉ tiêu cơ lý gần giống nhau, phù hợp để chế tạo vật liệu chống va đập, chống đạn cấp cao (cấp IV, V theo tiêu chuẩn chống đạn NIJ 01.01.04, Mỹ). Do đó, để tiết kiệm thời gian, giảm chi phí sản xuất, nâng cao năng suất thì chọn chế độ sấy H3 là hợp lý.

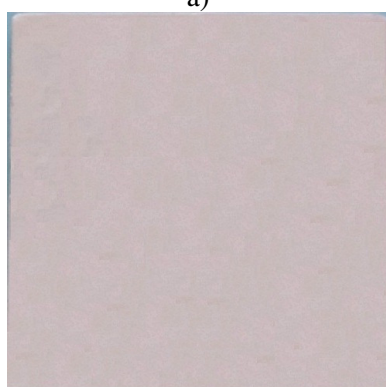
Như vậy, thời gian sấy 24h cho gốm cao nhôm làm tấm chống va đập, chống đạn là tối ưu nhất.



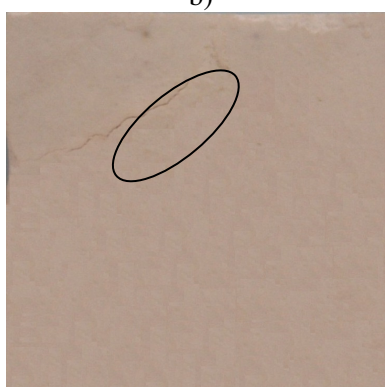
a)



b)



c)



d)

Hình 3. Ảnh chụp bề mặt gốm cao nhôm sau khi nung cùng chế độ với nhiệt độ sấy 110 °C, thời gian sấy 24h, tốc độ gia nhiệt 3 °C/ph (a), 5 °C/ph (b), 7 °C/ph (c), 10 °C/ph (d).

### 3.3. Ảnh hưởng của tốc độ sấy đến chất lượng của gốm cao nhôm

Tiến hành sấy gốm tại nhiệt độ 110 °C, thời gian giữ nhiệt 24h với tốc độ gia nhiệt thay đổi từ 3 °C/phút đến 10 °C/phút. Mẫu sau khi sấy được nung cùng chế độ, kết quả sau khi nung được trình bày trên hình 3.

Hình 3 nhận thấy, các mẫu chế độ gia nhiệt từ 3 °C/phút đến 7 °C/phút sau khi nung có chất

lượng bề mặt là tốt, bề mặt nhẵn đều không xảy ra cong vênh trong quá trình chế tạo. Mẫu được sấy với tốc độ gia nhiệt cao hơn (10 °C/phút), sau khi nung (hình 3d) bị nứt vỡ, cong vênh trên bề mặt. Nguyên nhân với tốc độ nâng nhiệt cao gây nên thoát ẩm nhanh, tạo vết nứt tế vi, lỗ xốp và ứng suất lớn bên trong mẫu sấy. Khi tiến hành nung, các ứng suất và vết nứt tế vi sẽ gây nên cong vênh, nứt vỡ bề mặt.

Bảng 3. Ảnh hưởng của tốc độ sấy đến chất lượng gốm cao nhôm

TT	Mẫu	Tốc độ gia nhiệt, °C/ph	Hàm lượng nước, %	Các chỉ tiêu cơ lý sau khi nung			
				Độ cứng, MPa	Độ bền uốn, MPa	Khối lượng riêng, g/cm <sup>3</sup>	Độ xốp, %
1	S1	3	0,9	1253	375	3,80	3,30
2	S2	5	0,9	1253	375	3,80	3,30
3	S3	7	0,9	1252	374	3,79	3,32
4	S4	10	0,8	1240	365	3,70	3,38

Bảng 3 cho thấy, mẫu gốm được sấy với tốc độ gia nhiệt từ 3 °C/phút đến 7 °C/phút, sau khi nung có các chỉ tiêu cơ lý như nhau. Mẫu S4 có các chỉ tiêu cơ lý là thấp hơn so với mẫu S1, S2, S3. Do đó, để hạn chế rủi ro mà vẫn đảm bảo chất lượng của sản phẩm tốt, lựa chọn tốc độ gia nhiệt 5 °C/phút là phù hợp nhất.

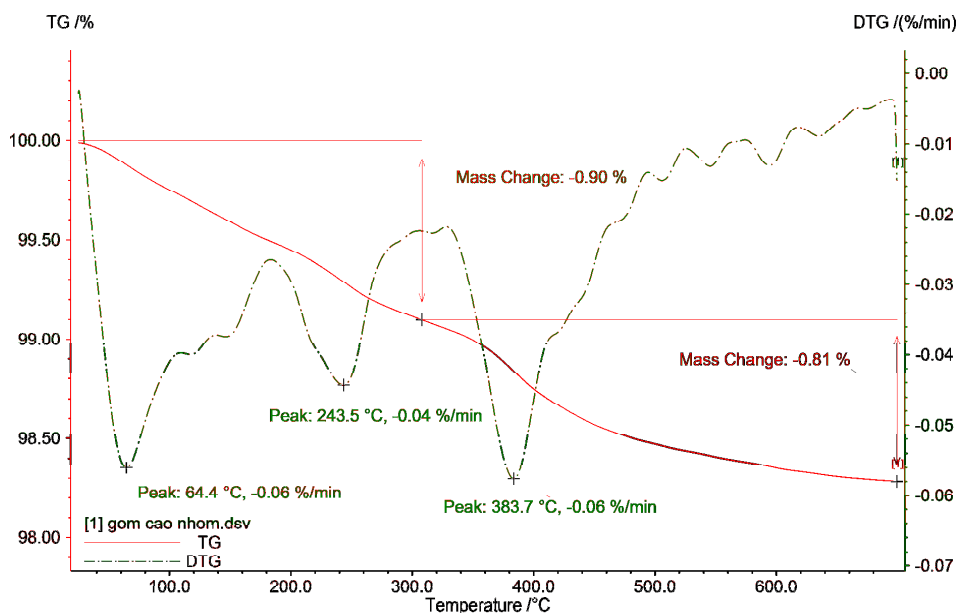
Để xác định rõ hơn hàm lượng nước sau khi sấy của mẫu gốm có chế độ sấy: nhiệt độ sấy 110 °C, thời gian sấy 24h, tốc độ nâng nhiệt 5 °C/phút, tiến hành phân tích nhiệt vi sai. Kết quả phân tích nhiệt vi sai được thể hiện trên hình 4.

Trên giản đồ hình 4 cho thấy, mẫu được nung đến 300 °C, khối lượng mẫu giảm 0,9%, đây chính là lượng nước còn lại trong mẫu sau khi sấy. Tiếp tục nung đến 700 °C khối lượng mẫu giảm thêm 0,81%, đây là lượng chất hữu

cơ bị cháy. Như vậy, hàm lượng nước sau khi sấy khoảng 0,9% là phù hợp.

## 4. Kết luận

Đã tiến hành nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ sấy đến tính chất cơ lý của vật liệu gốm cao nhôm chứa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 95%, TiO<sub>2</sub> = 4%; MgO = 1% và lựa chọn được chế độ sấy phù hợp: nhiệt độ sấy 110 °C, thời gian sấy 24h, tốc độ nâng nhiệt 5 °C/phút. Gốm chế tạo có các chỉ tiêu như sau: độ cứng 1253 MPa; độ bền uốn 375 MPa; khối lượng riêng 3,80 g/cm<sup>3</sup>; độ xốp 3,30 %, phù hợp dùng trong chế tạo sản phẩm chống đạn cấp cao (cấp IV, V theo tiêu chuẩn chống đạn NIJ 01.01.04, Mỹ).



Hình 4. Giảm đồ phân tích nhiệt vi sai mẫu gốm cao nhôm sau khi sấy S2.

#### Tài liệu tham khảo

- [1] Vũ Đình Khiêm, Lê Trọng Thiệp, Nguyễn Quốc Hà, "Một số kết quả khảo sát áo giáp chống đạn nước ngoài", Tạp chí nghiên cứu Khoa học & Công nghệ quân sự, 26 (2009), tr 83-88.
- [2] Lê Văn Thu, "Ảnh hưởng của quá trình nung đến cấu trúc và tính chất gốm hàm lượng oxit nhôm cao", Tạp chí Hóa học, Hội thảo Khoa học và Công nghệ Hóa vô cơ lần thứ 2, T. 52(5A) 5-9, Tháng 12 năm 2014.
- [3] A.S. Kaigorodov, V.R. Khurstov, V.V. Ivanov, A.I. Medvedev, A.K. Shtol'ts, "Structural-Phase Transformation Kinetics During Sintering of Alumina Ceramics using Metastable Nanopowders", Science of Sintering, 37(2005), p 35-43.
- [4] R.W. Rice, "Machining of ceramic, Ceramic for high performance application", Brook Hill Publ. Comp, 1974, 287-343.
- [5] NIJ Standard-01.01.04, "Ballistic Resistance of Personal Armor", National Institute of Justice, USA. (2001).

## Study on Effects of Drying Process to the Alumina Oxide Ceramic Quality for Impact-Resistant, Bullet-Proof Material

Ngo Minh Tien<sup>1</sup>, Vu Minh Thanh<sup>1</sup>, Dong Thi Nhung<sup>2</sup>, Dien Trung Nghia<sup>3</sup>,  
 Nguyen Xuan Viet<sup>3</sup>, Nguyen The Huu<sup>4</sup>, Dao Van Chuong<sup>5</sup>, Le Van Thu<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Institute of Material Chemistry, Vietnam Academy of Military Science and Technology

<sup>2</sup>Faculty of Chemistry, Thainguyen University of Science, Vietnam

<sup>3</sup>Faculty of Chemistry, VNU University of Science

<sup>4</sup>Faculty of Chemical Technology, Hanoi University of Industry, Vietnam

<sup>5</sup>Institute of Chemistry-Biology and Professional Documents, Ministry of Public Security, Vietnam

**Abstract:** Drying conditions play an important role on the quality of alumina oxide ceramics for application in manufactured impact - resistant, bulletproof products. In this paper, the effects of drying process to the alumina oxide ceramic quality for the impact-resistant, bulletproof material have been

studied. The characterised methods, such as determine the water content, hardness, modulus, density, porosity, differential thermal analysis. The results showed that the drying process decide the organization and the physical properties of the product. The optimal drying conditions are: Drying temperature 110°C, 24 hours drying time, heating rate 5°C/min with samples containing 95% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 4% TiO<sub>2</sub>; 1% MgO after firing ensure the necessary criteria for the impact-resistance, high grade bullet-proof material.

*Keywords:* Bullet-proof ceramic, alumina oxide ceramic, ceramic drying process.