

Mô phỏng kính hiển vi đốt nóng phân tích biến dạng mẫu khi nung

Bùi Khắc Thạch¹, Đỗ Quang Minh^{2*}

¹ Nhóm nghiên cứu Vật liệu Tiên tiến và Ứng dụng, Trường Đại học Công nghệ Tp Hồ Chí Minh, 475A đường Điện Biên Phủ, Quận Bình Thạnh, Tp Hồ Chí Minh, Việt Nam

^{2*} Bộ môn Công nghệ vật liệu Silicat, Khoa Công nghệ Vật liệu, Trường Đại học Bách khoa Tp Hồ Chí Minh, 268^{bis} Lý Thường Kiệt, Quận 10, Tp Hồ Chí Minh, Việt Nam

TỪ KHÓA

Kính hiển vi đốt nóng
Phân tích biến dạng khi nung
Khoảng biến mềm
Nhiệt độ đặc trưng
Tối ưu hóa quá trình nung nung
Nhiệt độ nung tối ưu

TÓM TẮT

Bài báo giới thiệu kỹ thuật quan sát và phân tích biến dạng mẫu khi nung. Kỹ thuật mô phỏng thiết bị kính hiển vi đốt nóng bằng cách kết hợp một lò nung có điều khiển chế độ nhiệt với máy ảnh kỹ thuật số và phần mềm phân tích ảnh ImageJ. Một số kết quả nghiên cứu biến dạng mẫu thủy tinh trong khoảng biến mềm thể hiện tính hiệu quả của kỹ thuật này. Đây là phương pháp quan sát và phân tích mẫu nung tương đối đơn giản có thể ứng dụng trong thực tế sản xuất và nghiên cứu khoa học.

KEY WORDS

Hot stage microscopy
Analysis of deformation during firing
Softening range
Characteristic temperature
Optimization of the firing process
Optimal firing temperature

ABSTRACT

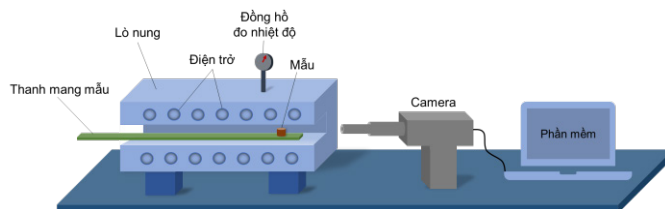
The technique for observing and analyzing glass sample deformation during heating is introduced in this article. This technique simulates a Heating Microscope device by combining a temperature-controlled furnace with a digital camera and ImageJ image analysis software. Some results of studying the deformation of glass samples in the softening range demonstrated this technique's effectiveness. This is a relatively simple method of observing and analyzing heated samples that can be applied in practical production and scientific research.

1. Giới thiệu về Kính hiển vi đốt nóng (KHVDN)

Kính hiển vi đốt nóng (KHVDN), dịch từ tiếng Anh Heating Microscopy, là kỹ thuật phân tích hình ảnh mô tả quá trình biến dạng của mẫu thử dưới tác dụng của nhiệt độ cao. Chế độ nhiệt tác dụng thường mô phỏng điều kiện nung trong thực tế công nghiệp hoặc theo những điều kiện chuẩn qui ước chung. Sự phân tích đồng thời các đặc tính biến dạng trong quá trình biến đổi nhiệt độ trong thực tế cho phép tối ưu hóa quá trình nung sản phẩm. KHVDN được ứng dụng rộng rãi trong kỹ thuật vật liệu như nung gốm sứ, kết khối kim loại bột, nhiệt độ chảy của men [1], phân tích thuốc trong dược phẩm, thực phẩm [2], ứng xử nhiệt của thủy tinh [3, 4], sự chảy của tro [5], xi than [6], xi thép [7], ... Trong một số biến thể nâng cao [8, 9], KHVDN được tích hợp các tính năng phân tích nhiệt vi sai (DTA), nhiệt lượng vi sai (DSC) và được cho là có thể phát hiện những biến đổi rất nhỏ của vật liệu khi nung [2].

Về cấu tạo, một KHVDN gồm các bộ phận cơ bản như sau (Hình 1): Mẫu thử thường có dạng hình trụ, chiều cao H_0 , chiều rộng D_0 được đặt trên bề đỡ bằng oxit nhôm kết khối (sintered $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) trong lò nung. Lò nung có thể điều chỉnh chế độ nhiệt độ và một camera quan sát có thể ghi hình mẫu biến dạng trong quá trình nung. Tốc độ tăng nhiệt độ có thể ảnh hưởng các đặc trưng nhiệt độ biến dạng mẫu [10], trên thực tế thường quy ước 2 – 10 °C/phút. Camera quan sát qua cửa sổ nhỏ bằng thủy tinh quartz có thể phóng đại hình ảnh mẫu và có phần mềm chuyên dụng xử lý các thông số biến dạng theo nhiệt độ nung (chiều

cao, chiều rộng, góc tiếp xúc) để xác định các điểm đặc trưng của vật liệu [11-12].



Hình 1. Sơ đồ cấu tạo kính hiển vi đốt nóng (KHVDN).

Một ứng dụng phổ biến của KHVDN là xác định khoảng nhiệt độ biến mềm của pha vô định hình của các vật liệu như tro, thủy tinh, và các vật liệu mà pha thủy tinh ảnh hưởng quyết định tới sự chảy mềm, kết khối. Trong buồng đốt nhà máy nhiệt điện, nhiệt độ của buồng cháy phải điều chỉnh luôn thấp hơn nhiệt độ hóa mềm của tro nhằm tránh tro bị chảy, bám vào thành buồng đốt, làm hỏng đầu đốt. Với sản phẩm thủy tinh, khoảng biến mềm quyết định kỹ thuật nung men gốm sứ, sản xuất frit, kết khối thủy tinh...

Khoảng biến mềm hay khoảng nhiệt độ chuyển từ pha rắn sang pha lỏng của pha vô định hình (tro, thủy tinh) được xác định theo DIN 51730 (1998)/ISO 540 (2008) [11, 13]. Do pha vô định hình không có nhiệt độ nóng chảy cố định, mà quá trình chuyển pha xảy ra trong khoảng biến mềm. Khoảng biến mềm được xác định theo biến dạng mẫu hình trụ có kích thước quy ước. Kích thước mẫu thử phổ biến là hình trụ, chiều cao (H_0) bằng bán kính (D_0). Kích thước phổ biến là H_0

*Liên hệ tác giả: mnh_doquang@hcmut.edu.vn

Nhận ngày 07/06/2024, sửa xong ngày 30/10/2024, chấp nhận đăng ngày 06/11/2024

Link DOI: <https://doi.org/10.54772/jomc.06.2024.731>

= $D_0 = 3\text{ mm}$, hoặc cũng có thể $H_0 = 2,5\text{ mm}$ và $D_0 = 2,5\text{ mm}$. Theo ISO 540:2008 (tương đương TCVN 4917:2011) [14] kích thước mẫu có thể 2 – 9 mm.

Các điểm đặc trưng khoảng biến mềm được quy ước là nhiệt độ kết khối (T_{sinter}), nhiệt độ chảy mềm (T_{soft}), nhiệt độ cầu (T_{sphere}), bán cầu ($T_{\text{hemisphere}}$), và nhiệt độ chảy (T_{flow}). Theo hình ảnh thu được từ KHVĐN, các nhiệt độ đặc trưng được xác định như sau (Hình 2):

- T_{sinter} : Nhiệt độ tại đó $H = 95\% H_0$.
- T_{soft} : Nhiệt độ tại đó $H = \frac{3}{4} H_0$.
- T_{sphere} : Nhiệt độ tại đó $H = D$.
- $T_{\text{hemisphere}}$: Nhiệt độ tại đó $H = 1/2D$.
- T_{flow} : Nhiệt độ tại đó $H = 1/3H_0$.

Khoảng nhiệt độ biến mềm ΔT của thủy tinh được xác định bởi hiệu số $\Delta T = T_{\text{flow}} - T_{\text{soft}}$.



Hình 2. Cách xác định khoảng biến mềm từ phân tích ảnh của KHVĐN.

Như vậy, kỹ thuật phân tích hình ảnh bằng KHVĐN về thực chất là ghi nhận biến dạng theo nhiệt độ nung (do camera thực hiện) và phân tích biến dạng theo các qui tắc đồng dạng hình học bằng phần mềm chuyên dụng trang bị theo máy.

Bài báo này giới thiệu một kỹ thuật phân tích biến dạng vật liệu khi nung mô phỏng nguyên lý của một KHVĐN. Theo đó, camera chuyên dụng được thay bằng một máy ảnh kỹ thuật số và hình ảnh ghi nhận được phân tích bằng phần mềm máy tính cá nhân. Trong thực tế [15], kỹ thuật này có thể thay thế một KHVĐN.

2. Phương pháp thực hiện

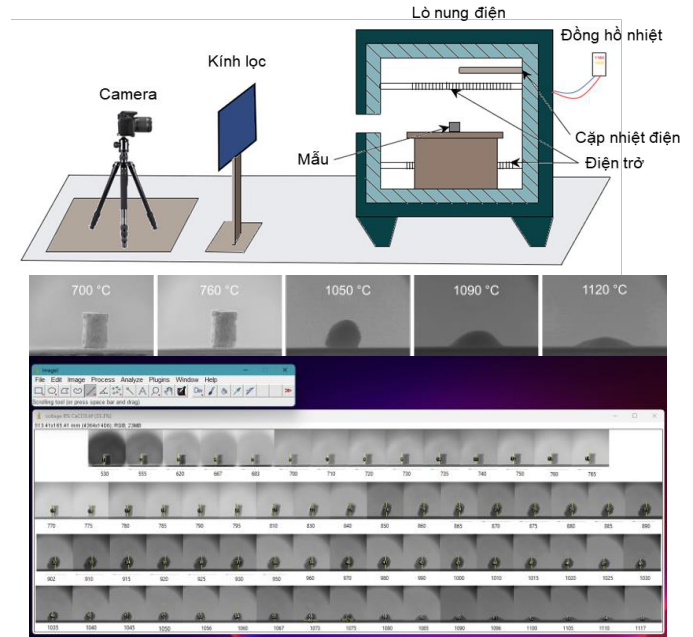
Bố trí thí nghiệm mô phỏng KHVĐN được mô tả trong Hình 3. Mẫu phân tích hình trụ được đặt trong lò nung với tốc độ gia nhiệt $10^\circ\text{C}/\text{phút}$. Toàn bộ quá trình biến dạng mẫu được theo dõi bằng máy ảnh kỹ thuật số Canon 700D với ống kính Canon 50mm f/1.8 STM. Phân tích biến dạng mẫu trong quá trình gia nhiệt được tiến hành bằng phần mềm ImageJ. ImageJ là phần mềm phân tích hình ảnh miễn phí có thể tải về sử dụng trong máy tính cá nhân.

3. Một số kết quả

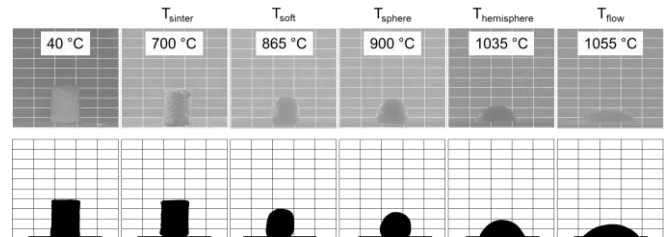
3.1. Xác định khoảng biến mềm và nhiệt độ chảy của thủy tinh

Hình 4 là kết quả phân tích ảnh chụp từ máy ảnh kết hợp phần mềm Image J mô phỏng một KHVĐN các nhiệt độ đặc trưng khoảng biến mềm của thủy tinh kính tấm. Trong trường hợp này, khoảng biến mềm của thủy tinh sẽ là:

$$\Delta T = T_{\text{flow}} - T_{\text{soft}} = 1055^\circ\text{C} - 865^\circ\text{C} = 190^\circ\text{C}$$



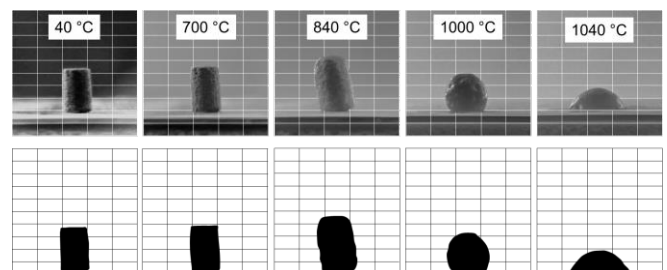
Hình 3. Sơ đồ thí nghiệm mô phỏng KHVĐN và hình ảnh thu nhận được từ phần mềm Image J.

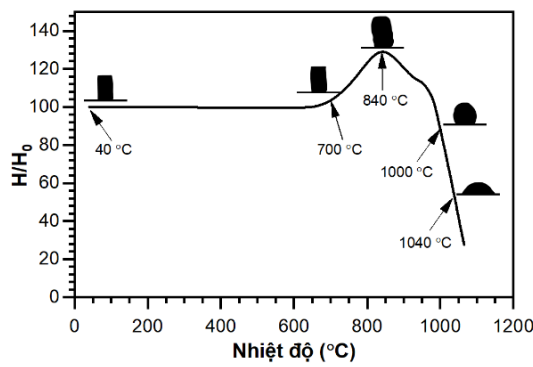


Hình 4. Xác định các nhiệt độ đặc trưng khoảng biến mềm thủy tinh mô phỏng KHVĐN.

3.2. Phát hiện biến dạng nở phồng khi nung:

Hình 5 là hình ảnh biến dạng của mẫu bột thủy tinh dùng chất liên kết là thủy tinh lỏng ($\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) và kết quả phân tích biến dạng bằng ImageJ. Trong trường hợp này, mẫu bị nở phồng do thủy tinh lỏng tạo màng liên kết, đồng thời nước bị phân hủy làm kích thước mẫu tăng trong khoảng 700 tới 1000 °C.





Hình 5. Hình ảnh sự nở phồng của mẫu bột thủy tinh khi nung dùng chất liên kết thủy tinh lỏng và kết quả phân tích biến dạng bằng ImageJ.

4. Kết luận

Kết hợp máy ảnh kỹ thuật số và phần mềm ImageJ trong nghiên cứu phân tích biến dạng mẫu khi nung là kỹ thuật đơn giản mà hiệu quả trong trường hợp chưa trang bị KHVĐN.

Có thể mở rộng phương pháp mô phỏng KHVĐN này để xác định các đặc trưng nhiệt độ trong khoảng biến mềm thủy tinh, theo dõi các đặc trưng biến dạng khác như nở phồng, thoát khí, men chảy... của các vật liệu gốm sứ khác.

Tài liệu tham khảo

- [1]. T. Kronberg and L. Hupa, "Melting behaviour of raw glazes," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 39, no. 14, pp. 4404–4416, Nov. 2019. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2019.03.041.
- [2]. A. Kumar, P. Singh, and A. Nanda, "Hot stage microscopy and its applications in pharmaceutical characterization," *Applied Microscopy*, vol. 50, no. 1, p. 12, Jun. 2020. DOI: 10.1186/s42649-020-00032-9.
- [3]. P. Mošner, M. Vorokhta, and L. Koudelka, "Application of heating microscopy to the study of thermal behaviour of ZnO–P₂O₅–WO₃ glasses," *J Therm Anal Calorim*, vol. 112, no. 2, pp. 659–664, May 2013. DOI: 10.1007/s10973-012-2572-3.
- [4]. M. D. Bilandžić, S. Wollgarten, J. Stollenwerk, R. Poprawe, M. Esteves-Oliveira, and H. Fischer, "Glass-ceramic coating material for the CO₂ laser-

- based sintering of thin films as caries and erosion protection," *Dental Materials*, vol. 33, no. 9, pp. 995–1003, Sep. 2017. DOI: 10.1016/j.dental.2017.06.008.
- [5]. S. Arvelakis, H. Gehrmann, M. Beckmann, and E. G. Koukios, "Studying the ash behaviour of agricultural residues using thermal analysis," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 72, no. 3, pp. 1019–1030, Jun. 2003. DOI: 10.1023/A:1025099005866.
- [6]. Y.-H. Niu *et al.*, "Effect of Na₂CO₃ content on thermal properties of foam-glass ceramics prepared from smelting slag," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 256, p. 123610, Dec. 2020. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2020.123610.
- [7]. J. Ramult, K. Wiśniewska-Tobiasz, R. Prorok, and D. Madej, "Fundamental Investigations on the High-Temperature Corrosion of Spinel-Forming Alumina Castables by Steel Slags," *Applied Sciences*, vol. 12, no. 2, Jan. 2022. DOI: 10.3390/app12020704.
- [8]. W. Panna, P. Wyszomirski, and P. Kohut, "Application of hot-stage microscopy to evaluating sample morphology changes on heating," *J Therm Anal Calorim*, vol. 125, no. 3, pp. 1053–1059, Sep. 2016. DOI: 10.1007/s10973-016-5323-z.
- [9]. L. F. Allard, W. C. Bigelow, S. A. Bradley, and J. Liu, "A Novel Heating Technology for Ultra-High-Resolution Imaging in Electron Microscopes," *Microscopy Today*, vol. 17, no. 4, pp. 50–55, Jul. 2009. DOI: 10.1017/S1551929509000030.
- [10]. B. Burzacchini, "Use of the hot stage microscope to evaluate the characteristics and behaviour of frits and glazes at different heating rates," in *Qualicer 96. IV World Congress on Ceramic Tile Quality. General Conferences and Communications. Pt. 2. Castellon*, 1996.
- [11]. C. Venturelli, "Heating Microscopy and its Applications," *Micros. Today*, vol. 19, no. 1, pp. 20–25, Jan. 2011. DOI: 10.1017/S1551929510001185.
- [12]. P. Mariano and D. Sighinolfi, "New Double Optic Heating Microscope for Multi-Standard Analysis," *Ceramic Forum International*, vol. 86, no. 5, 2009.
- [13]. S. Link and M. Engels, "Glaze characterisation using the hot stage microscope: A practical approach," *Interceram*, vol. 55, no. 5, 2006.
- [14]. TCVN 4917:2011. *Than đá và cốc - xác định tính tính nóng chảy của tro*. Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam.
- [15]. B. K. Thach, L. N. Tan, D. Q. Minh, L. C. Hung, and P. D. Tuan, "Production of Porous Glass-Foam Materials from Photovoltaic Panel Waste Glass," in *Proceedings of the Green Materials and Electronic Packaging Interconnect Technology Symposium*, M. A. A. Mohd Salleh, D. S. Che Halin, K. Abdul Razak, and M. I. I. Ramli, Eds., Singapore: Springer Nature, 2023, pp. 317–327. DOI: 10.1007/978-981-19-9267-4_34.