NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO MEN KẾT TINH

Đặng Đình Khôi – Bùi Thị Thanh Ngọc
Trường Đại học Tôn Đức Thắng

TÓM TẮT

Trong công nghệ gốm sứ, đặc biệt là gốm sứ mỹ nghệ, một trong các vai trò đặc biệt quan trọng của men là nâng cao giá trị thẫm mỹ của sản phẩm. Sản phẩm men kết tinh là dạng sản phẩm mỹ nghệ có giá trị kinh tế và thẩm mỹ rất cao thể hiện ở tính độc đáo của nó.

Sản phẩm men kết tinh đã được nghiên cứu nhiều ở Châu Âu, Mỹ [3,4,5]. Trung Quốc cũng có nhiều nơi nghiên cứu và sản xuất thành công sản phẩm này như sứ Giang Tây. Tuy nhiên, chế độ công nghệ để sản xuất rất khắt khe, nhất là nhiệt độ nung cao (>1300^{o}C).

Ở Việt Nam có một vài cơ sở ở Bát Tràng đã nghiên cứu và sản xuất thành công nhưng mức độ còn hạn chế so với các sản phẩm nước ngoài.

Trong đề tài này, chúng tôi nghiên cứu chế tạo men kết tinh từ nguồn nguyên liệu tchủ yếu trong nước với chế độ nung tương đối phù hợp để sản xuất đại trà ở Việt Nam, đặc biệt là ơ khu vực phía Nam như Bình Dương, Đồng Nai...

Kết quả nghiên cứu cho thấy chúng tôi đã chọn được hệ men phù hợp và xác định được chế độ nung theo đó men kết tinh đều với tinh thể to, đẹp.

1. GIỚI THIỆU

Men kết tinh là sản phẩm chỉ kết tinh một phần từ pha thủy tinh nhờ vào chế độ gia nhiệt phù hợp. Mầm tinh thể xuất hiện ngay trong lớp men nóng chảy và phát triển to dần theo thời gian tại nhiệt độ xác định [5].

Để tạo được men kết tinh, trong men phải có các cấu tử gây mầm với tỷ lệ và hàm lượng phù hợp. Điều quan trọng để men kết tinh tốt là khi làm nguội, độ nhớt của tinh thể đủ nhỏ để mầm tinh thể tự lớn lên, nếu độ nhớt quá lớn thì mầm tinh thể sẽ không thể phát triển được. [2,3]

Chất tạo mầm phổ biến nhất là khoáng Willemite (silicate kẽm – Zn_2SiO_4). [1,2]

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Chọn công thức men

Quá trình kết tinh của tinh thể trong men phụ thuộc vào nhiều yếu tố: hàm lượng mầm kết tinh, độ nhớt của men và chế độ nung. Trong đó 2 yếu tố đầu phụ thuộc chủ yếu vào thành phần phối liệu. Theo các tài liệu [3,4,5] có rất nhiều hệ men kết tinh ở các nhiệt độ khác nhau. Dựa trên khả năng lò nung thí nghiệm và điều kiện sản xuất thực tế ở nước ta, chúng tôi chọn hệ men có nhiệt độ nóng chảy 1100^{o}C – 1200^{o}C. Thành phần hóa của men như sau:

Oxit	Na_2O	B_2O_3	CaO	ZnO	Al_2O_3	SiO_2	TiO_2
% Khối lượng	18.5	14	2.8	52.65	5.1	108	16

2.2. Quá trình chuẩn bị men:

Nguyên liệu sau khi cân trộn theo toa phối liệu được nghiền mịn bằng phương pháp nghiền bi ướt gián đoạn đến khi đạt các yêu cầu kỹ thuật sau [4]:

- Khối lượng riêng d = 1.8 g/ml
- Độ ẩm 35 – 37%
- Độ sót sàng 1%

Men sau khi kiểm tra đạt yếu cầu kỹ thuật sẽ được tráng trên gạch mộc (5cmx5cm) và nung trong lò thí nghiệm. Sản phẩm sau khi nung đem phân tích và đánh giá kết quả.

2.3. Xác định chế độ nung:

2.3.1. Xác định bề dày lớp men tráng:

Thí nghiệm với các mẫu thử có bề dày men từ 0.3 mm; 0.5 mm; 0.7 mm và 0.9 mm; chúng tôi nhận thấy rằng bề dầy lớp men nhúng là 0.5 mm thì kết quả mẫu thí nghiệm cho thấy men kết tinh tốt nhất.

2.3.2. Xác định nhiệt độ nung:

Tiến hành thí nghiệm xác định nhiệt độ nóng chảy của men với bước nhảy là 20^oC, chúng tôi có kết quả thí nghiệm như sau:

TN	Nhiệt độ nung (^oC)	Nhận xét
1	1120	Men chưa chảy
2	1140	Men chưa chảy
3	1160	Men chưa chảy
4	1180	Men chảy đều, bóng, có vài tinh thể nhỏ
5	1200	Men chảy đều, bóng láng, có vài tinh thể nhỏ
6	1220	Men chảy xuống đáy sản phẩm

Kết quả thí nghiệm cho thấy nhiệt độ nung khoảng 1180 – 1200 là phù hợp. Chúng tôi chọn nhiệt độ nung cao nhất là 1180^oC vì ít tốn năng lượng nhiệt và phù hợp với nhiệt độ nung của sản phẩm sản xuất đại trà ở các lò gốm Bình Dương hiện nay.

2.3.3. Xác định nhiệt độ lưu:

TN	Nhiệt độ nung (^oC)	Nhận xét
1	1140	Men không bóng, không xuất hiện tinh thể
2	1100	Men không bóng, không xuất hiện tinh thể
3	1060	Men bóng, tinh thể nhiều và to
4	1020	Men bóng, tinh thể rất nhiều và chồng chất

Kết quả thí nghiệm cho thấy nhiệt độ lưu 1060 là phù hợp. Chúng tôi chọn nhiệt độ này để lưu mẫu và tiến hành thí nghiệm xác định thời gian lưu.

2.3.4. Xác định thời gian lưu:

TN	Nhiệt độ nung (^oC)	Nhận xét
1	2	Men bóng, kết tinh nhiều nhưng tinh thể còn nhỏ
2	3	Men bóng, kết tinh rất nhiều và tạo thành bông tinh thể
3	4	Men bóng, kết tinh rất nhiều và tạo thành bông tinh thể to
4	5	Men bóng, kết tinh rất nhiều và tạo thành bông tinh thể rất to
5	6	Men bóng, kết tinh rất nhiều và tạo thành bông tinh thể rất to, chồng lên nhau

Thời gian lưu 2h

Thời gian lưu 3h

Thời gian lưu 4h

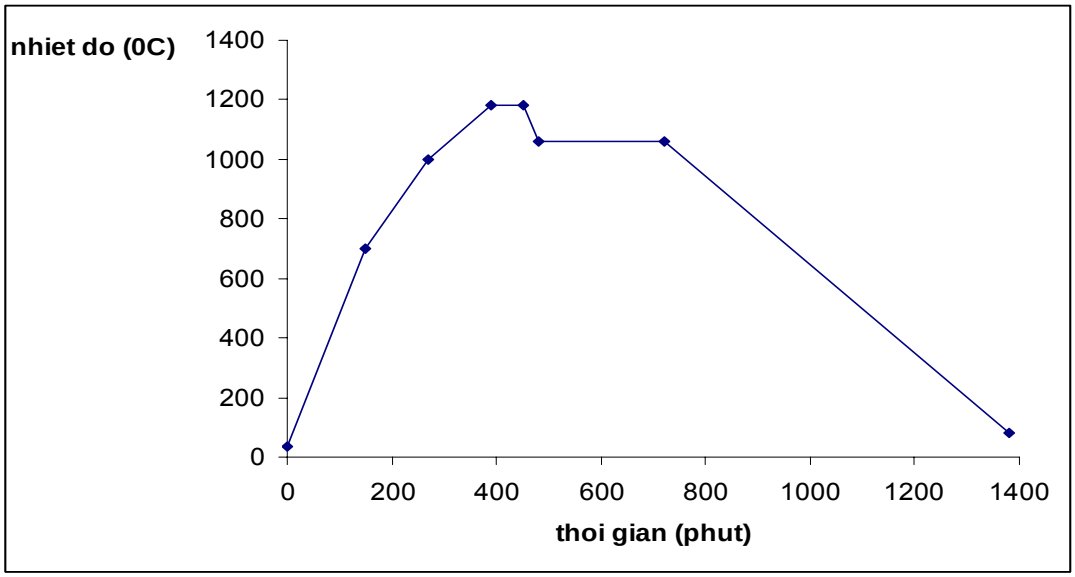
Thời gian lưu 5h

Thời gian lưu 6h

Kết quả thí nghiệm cho thấy thời gian lưu càng dài thì tinh thể kết tinh càng to. Trong thực tế sản xuất, để tiết kiệm chi phí năng lượng, thời gian lưu mẫu là rất ngắn. Vì vậy chúng tôi chọn thời gian lưu mẫu trung bình là 4h.

2.3.5. Chế độ nung:

Từ các kết quả thí nghiệm ở trên, chúng tôi xác định được chế độ nung của mẫu men thí nghiệm như sau:



2.3. Thí nghiệm xác định ảnh hưởng của các oxit tạo màu:

Cho vào thành phần phối liệu của men các oxit tạo màu với các hàm lượng thay đổi khác nhau, chúng tôi thu được một số kết quả như sau:

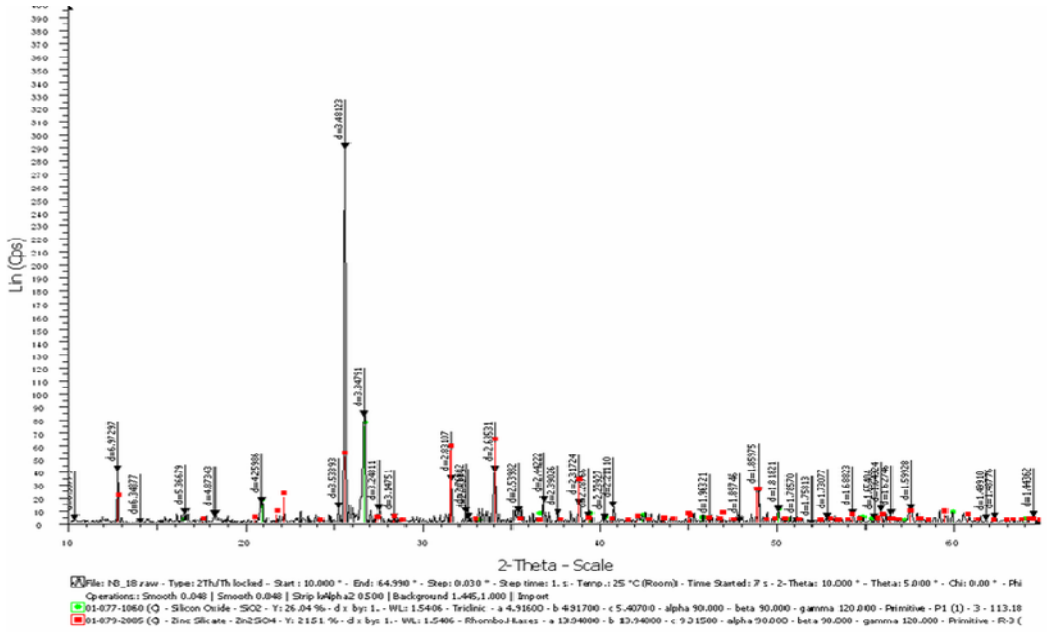
CoO 1%

CuO 1%

Fe_2O_3 0.5%

2.5. Kết quả phân tích:

Mẫu men kết tinh sau khi phân tích X-ray cho thấy tinh thể kết tinh trong men chính là Willemite (silicate kẽm – Zn_2SiO_4).



Mẫu men sau khi chụp hình tinh thể bằng kinh hiển vi quang học có độ phân giải cao tại tâm tinh thể với độ phóng đại 100 lần, chúng tôi nhận thấy tinh thể Willemite tạo thành có cấu trúc hình que, phù hợp với các tài liệu đã công bố [2,5].

3. KẾT LUẬN

Qua quá trình nghiên cứu, tham khảo các tài liệu [3,4,5], chúng tôi đã chọn và tính toán được công thức men kết tinh từ nguồn nguyên liệu trong nước và xác định được chế độ nung phù hợp cho men kết tinh. Nhiệt độ nung của men là 1180^{o}C cho thấy có thể áp dụng cho sản xuất ở quy mô công nghiệp.

Vì các kết quả thí nghiệm được tiến hành trong điều kiện nghiêm ngặt nên cần có quá trình thử nghiệm ở quy mô lớn hơn để điều chỉnh các thông số phù hợp với quy mô sản xuất công nghiệp.

4. TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] F. Singer, "Industrial Ceramics" – Chapman and Hall, London, 1963.
[2] W. D. Kingery, "Introduction to Ceramics" – John Willey & SOn, Inc., New York, 1967.
[3] David Green, "A handbook of Pottery Glazes" – Faber and Faber, London & Boston, 1978.
[4] J. R. Taylor, A. C. Bull, "Ceramics Glazes Technology" – Pergamon Press, Oxford, 1986.
[5] Diane Creber, "Crystalline Glazes" – University of Philadelphia Press, Philadelphia, 2005.