CÁC PHƯƠNG PHÁP VẬT LÝ PHÂN TÍCH CHẤT RẮN

Tiều luận/ thuyết trình 40%. Thi 60% 70p

Nội dung:

* Tổng hợp vật liệu
* XRD An toàn bức xạ
* Nhiệt trọng lượng TGA
* Nhiệt vi sai DTA
* Kính hiển vi quét điện tử SEM
* Phân tích nhiệt

Nguyên lý hoạt động, chuẩn bị mẫu, phân tích mẫu, phần mềm

Một số tài liệu tham khảo:

* Element of XRD
* Solid state Chemistry and it’s application
* Hóa vô cơ

Khoa học vật liệu xác định cấu trúc (sự sắp xếp bên trong vật liệu 🡪 XRD, SEM), tính chất (độ bền cơ, điện, nhiệt, từ, quang. Ảnh hưởng nhiệt đến cấu trúc vật liệu lớn nhất)

Kỹ thuật vật liệu: ứng dụng

Single crystal: yêu cầu cao, điều chế khó. VD kim cương 2,3 3,6 4,5 5,4. Bút thử độ cứng

Cấu trúc 2 gồm các đơn tinh thể kết nối với nhau

Đa tinh thể: gồm nhiều đơn tinh thể kết nối với nhau, có nhiều lỗ xốp trống và khoảng trống trong ô mạng

Vd KNbO3, vật liệu cấu trúc perovskite

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Ứng dụng | Tính chất dựa trên | Tổng hợp |
| Quang điện  Quang phi tuyến  Áp điện  Quang thông  Quang xúc tác phân huỷ | Phương pháp chuẩn bị mẫu  Thời gian phản ứng  Xử lý nhiệt | Phản ứng trạng thái rắn  Sol-gel  Đồng kết tủa  Tiền chất phức hợp Citrate  Đốt cháy |

VD oxit sắt nanoparticles

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Ứng dụng | Ứng dụng sinh học | Tổng hợp |
| Tương quan sinh học và từ tính  Ảnh chụp cộng hưởng từ, tăng nhiệt độ thông qua từ | Hạt đơn phân tán với độ bão hòa từ tính cao | Phân hủy nhiệt  Vi nhũ tương  Đồng kết tủa  Cơ học |

Đơn tinh thể và đa tinh thể

Đơn tinh thể:

* Có cấu trúc mạng tinh thể không đổi trong suốt
* Tồn tại cả tự nhiên và nhân tạo
* Các ô đơn vị ràng buộc với nhau theo cùng cách và cùng hướng
* Hình dạng cũng chính là cấu trúc tinh thể
* Khó chế tạo dưới điều kiện an toàn
* Phát triển tinh thể từ nhân đơn
* Đặc trưng, bất đẳng hướng

Đa tinh thể:

* Gồm nhiều đơn tinh thể kết lại với nhau
* Mỗi đơn tinh thể trong vật liệu được gọi là hạt (kích thước nm – mm – cm)
* Vùng biên giữa các hạt là vùng biên hạt
* Đa dạng, đẳng hướng.
* Khi vật liệu đóng rắn, đa tinh thể bắt đầu phát triển

Quá trình đóng rắn: từ nhân tinh thể nhỏ hình học – các tinh thể phát triển, kết nối với nhau –

Thiêu kết ceramic

Quá trình hình thành ceramic dựa trên sự thiêu kết thay vì nóng chảy, đóng rắn, làm lạnh … vì: ceramic nóng chảy ở nhiệt độ rất cao 1000-1500oC, các cấu trúc tinh thể không thay đổi qua biến dạng dẻo và kết tinh lại do tính giòn

Định nghĩa:

* Quá trình xử lí nhiệt bột hay nén ở nhiệt độ dưới điểm nóng chảy nhằm tăng độ bền bằng cách liên kết các hạt với nhau
* Thiêu kết là phương pháp tạo ra vật thể từ bột bằng cách đốt nóng vật liệu cho đến khi các hạt kết dính với nhau
* Là quá trình truyền vận bằng nhiệt tăng sự tiếp xúc các hạt và sự thay đổi lỗ xốp, hình dạng lỗ. Pha lỏng có thể tham gia thiêu kết

Phân loại: thiêu kết trạng thái rắn, thiêu kết trạng thái lỏng, thiêu kết phản ứng.

Các yếu tố quan trọng ảnh hưởng sự thiêu kết:

1/ Chuẩn bị bột: kích thước hạt, hình dạng, phân bố kích thước

2/ Sự phân bố của 2 pha

3/ Đóng rắn bột: mật độ định hình bột, phân bố kích thước lỗ

4/ Thiêu kết: độ nóng, nhiệt độ, thời gian, nén, môi trường, tốc độ gia nhiệt

Trong quá trình thiêu kết:

* Nguyên tử khuếch tán
* Kết tinh lại, thể tích lỗ xốp giảm
* Ở nhiệt độ cao, các nguyên tử di chuyển nhanh hơn trên bề mặt
* Diện tích bề mặt trong giảm

Bậc thiêu kết:

Bậc 1: Đốt cháy các chất hữu cơ phụ gia, khi độ linh động bề mặt nguyên tử cao hơn, bề mặt nhẵn hơn, lớp vô định hình xuất hiện

Bậc 2: Cô đặc các lỗ trống nhỏ lại, các hạt lớn ra. Khi hạt lớn, tính chất vật liệu giảm 🡪 khi gia nhiệt thêm chất

Bậc 3: Lắp kín các lỗ trống kín