

Ảnh hưởng của chế độ hàn hồ quang đến lớp hàn đắp bằng điện cực EFeCr-A1 trên nền thép không gỉ austenite

Effect of the Arc Welding Parameters on the Built-Up Layer by EFeCr-A1 Electrode on Austenitic Stainless Steel

Vũ Đình Toại

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

Đến Tòa soạn: 10-7-2018; chấp nhận đăng: 20-3-2019

Tóm tắt

Hàn đắp tạo bề mặt cứng chống mài mòn cho các chi tiết máy bằng thép không gỉ austenite trong các nhà máy hóa chất là một giải pháp hữu ích giúp tăng tuổi thọ của chi tiết máy và giảm chi phí vận hành thiết bị. Bài báo này nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ hàn (năng lượng đường) SMAW đến chất lượng của lớp hàn đắp bằng điện cực EFeCr-A1 trên nền thép không gỉ SUS304 để thông qua đó chọn được chế độ hàn hợp lý. Nghiên cứu chỉ ra rằng khi hàn đắp que hàn EFeCr-A1 đường kính $\phi=3,2\text{mm}$ thì năng lượng đường phù hợp là $q=1056,52\text{ J/mm}$. Ở chế độ này, độ cứng của pha cacbit trong lớp đắp đạt 672 HV (tương đương 59 HRC). Nếu hàn với năng lượng đường $q\leq 940,97\text{ J/mm}$ thì sẽ không hình thành được lớp đắp, còn nếu hàn với năng lượng đường $q\geq 1207,50\text{ J/mm}$ thì kim loại cơ bản sẽ hòa tan vào lớp đắp quá nhiều làm cho độ cứng của lớp đắp không cao.

Từ khóa: Hàn đắp, Thép không gỉ austenite, Năng lượng đường, Chế độ hàn

Abstract

Hardfacing of the details by austenitic stainless steel in chemical plants is a useful solution to increase the working life of details and reduces the operating costs of the equipment. This paper investigates the effect of the SMAW welding parameters (heat input) on the quality of the built-up layer by EFeCr-A1 welding electrode on SUS304 stainless steel, through which the suitable welding parameter is selected. Research has shown that when welding the EFeCr-A1 welding electrode with a diameter of $\phi=3.2\text{mm}$, the suitable heat input is $q=1056.52\text{ J/mm}$. With these parameters, the hardness of the carbide phase in the weld metal is 672 HV (equivalent to 59 HRC). If welding with a heat input of $q\leq 940.97\text{ J/mm}$, the weld bead will not be formed, and if welding with a heat input of $q\geq 1207.50\text{ J/mm}$ then the base metal will dissolve too much into the built-up layers, therefore the hardness of the hard surface layer is not high.

Keywords: Hardfacing, Austenitic stainless steel, Heat input, Welding parameters.

1. Giới thiệu

Thép không gỉ austenite được sử dụng chủ yếu trong các nhà máy hóa chất, phân bón, được phẩm nhờ đặc tính chống gỉ tốt của nó. Tuy nhiên do độ cứng không cao ($<200\text{ HV}$) nên các chi tiết máy trong các thiết bị động thường bị mài mòn rất nhanh, làm giảm tuổi thọ và tăng chi phí vận hành. Do vậy việc nghiên cứu giải pháp tạo lớp phủ cứng chịu mài mòn cho các chi tiết máy như băng tải, con lăn, cánh khuấy, lưỡi trộn, gầu xúc,... từ thép không gỉ austenite có ý nghĩa thực tiễn cao. Trong số các phương pháp tạo lớp phủ cứng chịu mài mòn thì hàn đắp có ưu thế vượt trội vì nó tạo được lớp đắp dày, liên kết kim loại bền vững nên lớp đắp sẽ chịu được tải trọng mài mòn lớn.

Hiện nay có nhiều phương pháp hàn đắp như SMAW, SAW, FCAW, PTAW,... [1] nhưng do thiết bị động có tính đa dạng về chủng loại và kích cỡ nên tác giả lựa chọn phương pháp hàn đắp bằng SMAW để có được tính linh hoạt cao nhất (có thể thao tác được trong các vùng không gian hẹp và tư thế khó).

Để hàn đắp thép không gỉ austenite, người ta thường sử dụng 2 loại que hàn hệ Ni-Cr và Co-Cr do khả năng tạo ra liên kết tốt [2, 3] nhưng giá thành của 2 hệ que hàn này rất cao. Với mục tiêu giảm giá thành chế tạo, tác giả nghiên cứu sử dụng que hàn hệ Fe-Cr (dùng để đắp lên thép cacbon [4]) để tạo lớp đắp trên thép không gỉ austenite. Để tìm ra chế độ hàn hợp lý nhất, nghiên cứu này xem xét ảnh hưởng của chế độ hàn đến ngoại dạng, tổ chức tế vi và độ cứng tế vi của

* Địa chỉ liên hệ: Tel.: (+84) 904053990

Email: toai.vudinh@hust.edu.vn

lớp đắp từ vật liệu thép giàu cacbit (que hàn hệ Fe-Cr) lên thép không gỉ austenite.

2. Vật liệu nghiên cứu và thí nghiệm

Kim loại cơ bản (KLCB) được sử dụng làm thí nghiệm trong nghiên cứu này là thép không gỉ austenite (nhóm thép Cr-Ni), mác SUS304 có thành phần hóa học thể hiện trong bảng 1 Các mẫu thí nghiệm được cắt với kích thước 250x200x5mm.

Theo tiêu chuẩn về vật liệu hàn đắp của Hiệp hội hàn Mỹ (tiêu chuẩn AWS A5.13), có rất nhiều hệ que hàn đắp SMAW như Fe-W, Fe-Mn, Co-Cr, Ni-Cr, Fe-Cr,... nhằm đáp ứng các ứng dụng khác nhau. Do nền thép nghiên cứu có tổ chức là austenite cho nên để tạo được liên kết kim loại thuận lợi [4] tác giả lựa chọn điện cực là loại EFeCr-A1 có cấu trúc gồm các hạt cacbit crôm thô trên nền austenite.

Bảng 1. Thành phần hóa học của thép SUS304 (%) [5]

C	Si	Mn	Cr	Ni
≤0,08	≤1,0	≤2,0	18 ~ 20	8 ~ 10,5

Mác thương mại của điện cực được lựa chọn là Philhard 711 (hãng PhilArc) – tương đương que hàn OK 84.78 của hãng ESAB. Que hàn được sử dụng làm thí nghiệm có đường kính $\phi 3,2\text{mm}$, vỏ bọc thuộc hệ rutile-basic (RB) Ngoài chức năng chính là chịu mài mòn, lớp kim loại đắp từ que hàn Philhard 711 còn có khả năng chống gỉ [6] nên rất phù hợp với mục tiêu nghiên cứu. Thành phần hóa học của lớp đắp bằng que Philhard 711 (theo công bố của nhà sản xuất) được thể hiện trong bảng 2 dưới đây.

Bảng 2. Thành phần hóa học của lớp đắp bằng que hàn Philhard 711 (%) [7]

C	Si	Mn	Cr	Fe
3,5	1,0	0,14	35	Còn lại

Bảng 3. Chế độ hàn thí nghiệm

Chế độ hàn	I_h [A]	U_h [V]	V_h [mm/s]	q [J/mm]
1	91	23,3	1,75	848,12
2	103	23,1	1,77	940,97
3	116	22,9	1,76	1056,52
4	125	22,8	1,76	1133,52
5	114	23,0	1,21	1516,86
6	114	23,0	1,52	1207,50
7	114	23,0	2,03	904,14
8	114	23,0	2,51	731,24

Các mẫu hàn được tiến hành thí nghiệm trên máy hàn SMAW hiệu GoldSeal 320 DC của hãng Miller – Mỹ. Để đo dòng điện hàn (I_h) tác giả sử dụng ampe kim Kyoritsu 2009R AC/DC. Để đo điện áp hàn (U_h) tác giả sử dụng vôn kế điện tử DC. Vận tốc hàn (V_h)

sẽ được xác định bằng cách đo chiều dài đường hàn chia cho thời gian hàn. Kết quả đo đặc các thông số chế độ hàn thực tế được ghi lại trong bảng 3.

Năng lượng đường được xác định bởi công thức

$$q = \eta \frac{U_h \cdot I_h}{V_h} \quad (1)$$

với η là hiệu suất của quá trình hàn (theo tài liệu [8], quá trình hàn SMAW có $\eta = 0,7$).

Để khảo sát ảnh hưởng của chế độ hàn đến chất lượng của lớp đắp khi hàn que $\phi 3,2\text{mm}$, tác giả thực nghiệm ở 8 chế độ hàn khác nhau (tương ứng với 8 giá trị năng lượng đường khác nhau, bảng 3) với việc thay đổi I_h (chế độ 1-4) và thay đổi V_h (chế độ 5-8). Ở đây U_h phụ thuộc vào I_h thông qua đường đặc tuyến ngoài của máy hàn, sẽ đo thực tế mà không điều chỉnh được.

3. Kết quả nghiên cứu và bàn luận

Tiến hành thí nghiệm hàn đắp que hàn EFeCr-A1 đường kính $\phi 3,2\text{mm}$ lên trên tấm thép không gỉ austenite SUS304 với từng chế độ hàn trong bảng 3, mỗi chế độ hàn thực hiện 5 lần rồi lấy kết quả trung bình ta thu được các kết quả thể hiện trong hình 1 dưới đây.

Ở chế độ hàn 1: Với dòng điện hàn 91 [A] ($q = 848,12$ [J/mm]) thì hồ quang cháy không ổn định nên mỗi hàn bị ngắt quãng, bề rộng và chiều cao của mỗi hàn không đều. Theo tiêu chuẩn chấp nhận khuyết tật hàn (ISO 5817) thì mỗi hàn này không đạt yêu cầu hay chế độ hàn này không phù hợp.

Ở chế độ hàn 2. Khi hàn với năng lượng đường 940,97 [J/mm] ($I_h = 103$ [A]) thì mỗi hàn hình thành tốt hơn so với chế độ 1, tuy nhiên do hồ quang chưa thực sự ổn định nên mỗi hàn thu được vẫn bị khuyết tật về hình dáng: bề rộng và chiều cao không đều, có vết lõm trên bề mặt. Theo ISO 5817 thì mỗi hàn này cũng không đạt yêu cầu – tức là chế độ hàn 2 cũng không phù hợp.

Với chế độ hàn 3: Khi hàn que Philhard 711 $\phi 3,2\text{mm}$ với dòng điện 116 [A] ($q = 1056,52$ [J/mm]) thì hồ quang ổn định, mỗi hàn có bề rộng và chiều cao đều. Theo ISO 5817 thì mỗi hàn này đáp ứng tiêu chuẩn về ngoại dạng nghĩa là chế độ hàn 3 đạt yêu cầu về ngoại dạng.

Khi hàn ở chế độ 4: Năng lượng đường ở mức 1133,52 [J/mm] ($I_h = 125$ [A]) thì hồ quang vẫn ổn định, bề rộng và chiều cao mỗi hàn khá đều. Theo tiêu chuẩn ISO 5817 thì mỗi hàn này cũng được chấp nhận về ngoại dạng (chế độ hàn 4 đạt yêu cầu ngoại dạng).

Khi hàn ở chế độ 5. Dòng điện tuy nhỏ xấp xỉ với chế độ 3 ($I_h = 114$ [A]), nhưng do tốc độ hàn nhỏ (1,21 [mm/s]) nên năng lượng đường khá lớn ($q = 1516,86$

[J/mm]). Ở chế độ này hồ quang vẫn cháy ổn định và êm, mỗi hàn thu được có bề rộng đều. Chiều cao mỗi hàn đều nhưng lớn hơn các chế độ 3 và 4 do lượng đắp lớn (chế độ hàn 5 cũng đạt yêu cầu về ngoại dạng)

Với chế độ hàn 6. Giữ nguyên dòng điện và điện áp hàn như chế độ hàn 5, nhưng tăng vận tốc hàn lên 1,52 [mm/s] (khi đó $q = 1207,50$ [J/mm]) thì hồ quang vẫn cháy ổn định, hình dáng mỗi hàn đều nhưng lượng đắp lớn hơn chế độ 3 và 4, nhỏ hơn chế độ 5. Tham chiếu tiêu chuẩn đánh giá ngoại dạng mỗi hàn thì chế độ hàn 6 cũng khá thi.

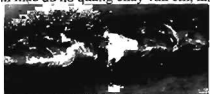
Khi hàn ở chế độ 7: Cũng giữ nguyên dòng điện và điện áp hàn như các chế độ hàn 5 và 6, nhưng tăng vận tốc hàn lên đến 2,03 [mm/s] ($q = 904,14$ [J/mm]) thì mặc dù hồ quang cháy vẫn êm, nhưng mỗi hàn hình

thành kém. Kích thước mỗi hàn có đều. Bề rộng thất lại, chiều cao vờ 5817 thì chế độ hàn này không đạt y

uống nông h. Theo ISO

Khi hàn ở chế độ 8: Dòng điện tăng áp tương tự các chế độ 5, 6 và 7 nhưng vận tốc hàn được tăng đến 2,51 [mm/s] ($q = 731,24$ [J/mm]) Ở chế độ này, hồ quang vẫn cháy đều nhưng bắt đầu có tiếng kêu lạ. Đặc biệt là mỗi hàn bị khuyết tật gần giống với chế độ hàn 1. Như vậy chế độ hàn 8 cũng không đạt yêu cầu.

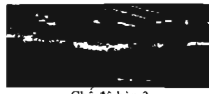
Đánh giá kết quả của 8 chế độ hàn ở trên theo tiêu chuẩn ISO 5817 ta thấy rằng chỉ có 4 chế độ hàn số 3, 4, 5 và 6 là đạt yêu cầu về ngoại dạng. Các chế độ hàn với năng lượng đường $q \leq 940,97$ J/mm là không phù hợp đối với trường hợp hàn đắp này.



Chế độ hàn 1



Chế độ hàn 2



Chế độ hàn 3



Chế độ hàn 4



Chế độ hàn 5



Chế độ hàn 6



Chế độ hàn 7



Chế độ hàn 8

Hình 1. Hình dáng lớp hàn đắp bằng điện cực EFeCr-Al trên nền thép SUS304 ở các chế độ hàn khác nhau.

Bảng 4. Kết quả đo tỷ lệ các pha trong lớp hàn đắp (%)

Chế độ hàn	3	4	5	6
Pha austenite	37	42	56	47
Pha cacbit Cr_7C_3	63	58	44	53

Đối với 4 mỗi hàn đạt yêu cầu về ngoại dạng (tương ứng với 4 chế độ hàn khá thi) ở hình 1, tiến hành cắt mẫu bằng máy cắt dây, mài phẳng, đánh bóng và tẩy thực rồi soi tổ chức ở độ phóng đại 500 lần trên kính hiển vi quang học Axiovert 25 của hãng Carl Zeiss (Đức) ta thu được các kết quả thể hiện trên hình 2. Các hình ảnh ở cột bên trái là tổ chức tế vi của kim loại lớp đắp bằng que hàn EFeCr-Al trên nền thép SUS304, các hình ảnh ở cột bên phải là tổ chức tế vi của vùng liên kết giữa kim loại đắp và kim loại cơ bản. Sử dụng phần mềm phân tích ảnh Image-Pro Plus của hãng Media Cybernetics (USA) để xác định tỷ lệ các pha trong kim loại lớp đắp ta thu được kết quả thể hiện trong bảng 4

Từ các kết quả thu được ở bảng 4 và hình 2 ta thấy rằng: Khi hàn ở chế độ 3 thì kim loại lớp đắp có tổ chức 2 pha (hình 2a). Theo tài liệu [4] thì đó là cacbit Cr_7C_3 (màu tối) trên nền austenite (màu sáng) và sở dĩ nền austenite trong kim loại đắp có màu khác (sẫm hơn) so với austenite của cầu trục là vì austenite trong kim loại đắp có hàm lượng cacbon cao hơn. Tổ chức cacbit trong kim loại đắp phát triển liên tục liên nhau tạo thành cấu trúc san hô, trong đó nền austenite lấp đầy vào chỗ trống của cấu trúc cacbit. Ở chế độ hàn này với hình dáng tròn cạnh (37%). Ở chế độ hàn này mặt độ của tổ chức cacbit rất mau thể hiện hàm lượng cacbit lớn (63%). Tại vùng biên giới giữa lớp đắp với KLCB: Liên kết kim loại được tạo thành: không có nứt, rõ khi hay ngâm xi; phân cách hai vùng kim loại đắp và KLCB rõ rệt chứng tỏ lượng KLCB tham gia vào mỗi hàn là rất ít - đây là một chỉ quan trọng của liên kết hàn đắp.

[J/mm]). Ở chế độ này hồ quang vẫn cháy ổn định và êm, mối hàn thu được có bề rộng đều. Chiều cao mối hàn đều nhưng lớn hơn các chế độ 3 và 4 do lượng đắp lớn (chế độ hàn 5 cũng đạt yêu cầu về ngoại dạng).

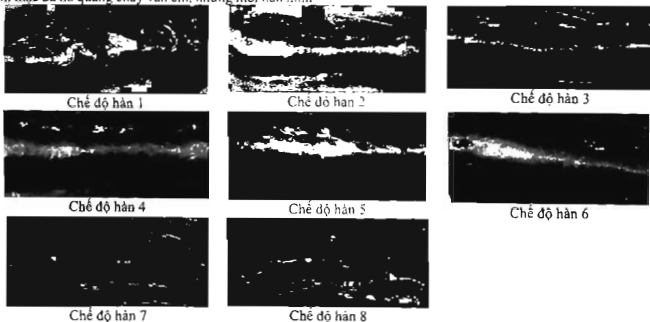
Với chế độ hàn 6: Giữ nguyên dòng điện và điện áp hàn như chế độ hàn 5, nhưng tăng vận tốc hàn lên 1,52 [mm/s] (khi đó $q = 1207,50$ [J/mm]) thì hồ quang vẫn cháy ổn định, hình dáng mối hàn đều nhưng lượng đắp lớn hơn chế độ 3 và 4, nhỏ hơn chế độ 5. Thậm chí đạt tiêu chuẩn đánh giá ngoại dạng mối hàn thì chế độ hàn 6 cũng khả thi.

Khi hàn ở chế độ 7: Cũng giữ nguyên dòng điện và điện áp hàn như các chế độ hàn 5 và 6, nhưng tăng vận tốc hàn lên đến 2,03 [mm/s] ($q = 904,14$ [J/mm]) thì mặc dù hồ quang cháy vẫn êm, nhưng mối hàn hình

hình kém. Kích thước mối hàn có thể chấp nhận được. Bề rộng thất lại, chiều cao vòm mối hàn lớn. Theo tiêu chuẩn ISO 5817 thì chế độ hàn này không đạt yêu cầu.

Khi hàn ở chế độ 8: Dòng điện và điện áp tương tự các chế độ 5, 6 và 7 nhưng vận tốc hàn được tăng đến 2,51 [mm/s] ($q = 731,24$ [J/mm]) thì chế độ này, hồ quang vẫn cháy đều nhưng bắt đầu có tiếng kêu lạ. Đặc biệt là mối hàn bị khuyết tật gần giống với chế độ hàn 1. Như vậy chế độ hàn 8 cũng không đạt yêu cầu.

Đánh giá kết quả của 8 chế độ hàn ở trên theo tiêu chuẩn ISO 5817 ta thấy rằng chỉ có 4 chế độ hàn số 3, 4, 5 và 6 là đạt yêu cầu về ngoại dạng. Các chế độ hàn với năng lượng đường $q \leq 940,97$ J/mm là không phù hợp đối với trường hợp hàn đắp này.



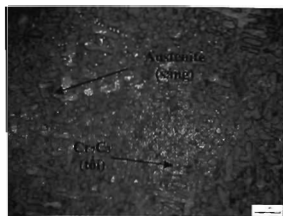
Hình 1. Hình dáng lớp hàn đắp bằng điện cực EFeCr-Al trên nền thép SUS304 ở các chế độ hàn khác nhau.

Bảng 4. Kết quả đo tỷ lệ các pha trong lớp hàn đắp (%)

Chế độ hàn	3	4	5	6
Pha austenite	37	42	56	47
Pha cacbit Cr ₇ C ₃	63	58	44	53

Đối với 4 mối hàn đạt yêu cầu về ngoại dạng (tương ứng với 4 chế độ hàn khả thi) ở hình 1, tiến hành cắt mẫu bằng máy cắt dây, mài phẳng, đánh bóng và tẩy thực rồi soi tổ chức ở độ phóng đại 500 lần trên kính hiển vi quang học Axiovert 25 của hãng Carl Zeiss (Đức) ta thu được các kết quả thể hiện trên hình 2. Các hình ảnh ở cột bên trái là tổ chức tế vi của kim loại lớp đắp bằng que hàn EFeCr-Al trên nền thép SUS304, các hình ảnh ở cột bên phải là tổ chức tế vi của vùng liên kết giữa kim loại đắp và kim loại cơ bản. Sử dụng phần mềm phân tích ảnh Image-Pro Plus của hãng Media Cybernetics (USA) để xác định tỷ lệ các pha trong kim loại lớp đắp ta thu được kết quả thể hiện trong bảng 4.

Từ các kết quả thu được ở bảng 4 và hình 2 ta thấy rằng: Khi hàn ở chế độ 3 thì kim loại lớp đắp có tổ chức 2 pha (hình 2a). Theo tài liệu [4] thì đó là cacbit Cr₇C₃ (màu tối) trên nền austenite (màu sáng) và sẽ dĩ nên austenite trong kim loại đắp có màu khác (sẫm hơn) so với austenite của KLCB là vì austenite trong kim loại đắp có hàm lượng cacbon cao hơn. Tổ chức cacbit trong kim loại đắp phát triển liên tục liên nhau tạo thành cấu trúc san hô, trong khi phần austenite lấp đầy vào chỗ trống của cấu trúc san hô với hình dáng tròn cạnh (37%). Ở chế độ hàn này mật độ của tổ chức cacbit rất mau thể hiện hàm lượng cacbit lớn (63%). Tại vùng biên giới giữa lớp đắp với KLCB: Liên kết kim loại được tạo thành; không có nứt, rỗ khí hay ngậm xỉ; phân cách hai vùng kim loại đắp và KLCB rõ rệt chứng tỏ lượng KLCB tham gia vào mối hàn là rất ít - đây là một tiêu chí quan trọng của liên kết hàn đắp.



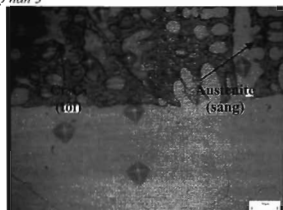
a) Chế độ hàn 3



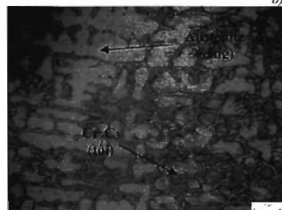
b) Chế độ hàn 3



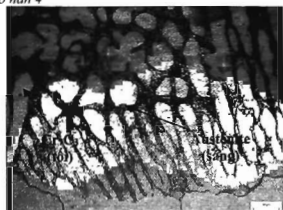
c) Chế độ hàn 4



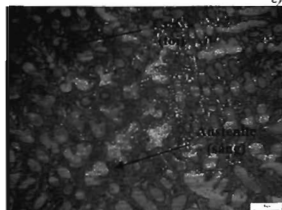
d) Chế độ hàn 4



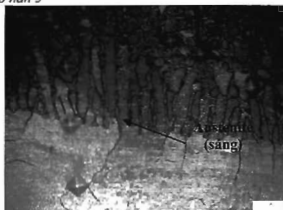
e) Chế độ hàn 5



f) Chế độ hàn 5



g) Chế độ hàn 6



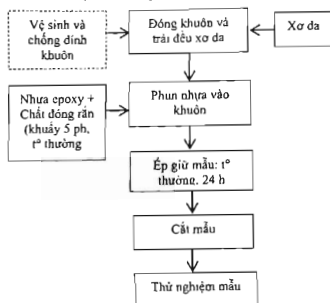
h) Chế độ hàn 6

A. Tổ chức tế vi vùng lớp đắp (x500)

B. Tổ chức tế vi vùng biên giới lớp đắp và nền (x500)

Hình 2. Tổ chức tế vi của lớp hàn đắp và vết do độ cứng Vicker ở 4 chế độ hàn có ngoại dạng đạt yêu cầu.

lớp xơ da, không còn bọt khí xuất hiện trên bề mặt sản phẩm, đồng van. Tháo bộ thống, để sản phẩm đông rắn ở nhiệt độ thường 2h. Tháo sản phẩm, để 24 h cho ổn định, sau đó cắt mẫu để thử độ bền uốn, độ bền kéo và độ bền va đập.



Hình 3. Sơ đồ quy trình chuẩn bị mẫu thí nghiệm theo phương pháp RTM

Để chuẩn bị mẫu, sử dụng các dụng cụ và thiết bị của Trung tâm Nghiên cứu Vật liệu Polyme, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội.

Tiêu chuẩn và thiết bị thử mẫu: Độ bền kéo đứt của mẫu thử được xác định theo ISO 527-1993, độ bền uốn theo ISO 178: 1993 trên máy INSTRON 5582, độ bền va đập theo ISO 179:1993 trên máy TINIUS OLSEN. Hình thái học của vật liệu được đánh giá thông qua sự phân bố của các pha trong vật liệu theo ảnh chụp bề mặt của vật liệu bằng máy chụp hiển vi điện tử quét JEOLJSM-7600F. Đánh giá độ hút nước của vật liệu bằng phương pháp cân và theo hệ số khuếch tán D.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của phương pháp gia công đến tính chất cơ học, cấu trúc hình thái của vật liệu composite epoxy/xơ da

3.1.1. Ảnh hưởng của phương pháp gia công đến tính chất cơ học của vật liệu composite epoxy/xơ da

Số liệu trong bảng 1 cho thấy, với phương pháp RTM, mẫu vật liệu cho tính chất tốt nhất với các độ bền uốn, độ bền kéo và độ bền va đập cao vượt trội hơn hẳn so với phương pháp còn lại. Kết quả này là do phương pháp RTM có sử dụng áp suất chân không, loại bỏ bọt khí, các thành phần của pha gia cường xếp chặt chẽ với nhau hơn, giảm khuyết tật trong vật liệu nên tính chất tốt hơn so với hai phương pháp gia công còn lại. Tuy nhiên, nhược điểm lớn

nhất của phương pháp này rất khó là độ bền uốn. Đối với phương pháp này hàm lượng xơ da là 20% khối lượng vật liệu composite. Đây là tỷ lệ này khá thấp đối với vật liệu composite, do vậy không phù hợp để gia công vật liệu composite đòi hỏi sử dụng hàm lượng xơ da cao.

Bảng 1. Kết quả xác định các tính chất của vật liệu được gia công bằng phương pháp khác nhau

Tính chất	Phương pháp gia công		
	Trộn ép	Master batch	RTM
Độ bền kéo, MPa	26,98	33,76	39,15
Môđun kéo, MPa	0,73	1,27	1,73
Độ bền uốn, MPa	29,25	41,25	51,85
Môđun uốn, MPa	1,04	1,77	3,03
Độ bền va đập, KJ/m ²	17,65	19,48	21,09

Với phương pháp trộn ép, trong vật liệu vẫn còn tồn tại bọt khí làm giảm tính chất của vật liệu, các xơ da kết lại thành bó gây cản trở cho việc trộn nhựa, nhựa nên không thể trộn đều với xơ. Trong vật liệu vẫn còn tồn tại nhiều khuyết tật, các thành phần xơ da còn kết bó nhiều và không thấm nhựa nên dẫn đến làm giảm tính chất của vật liệu. Điều này là do xơ da ở dạng bông, có tỷ trọng thấp nên chỉ với hàm lượng khối lượng thấp cũng cho thể tích rất lớn. Bên cạnh đó nhựa epoxy có độ nhớt cao, nên khó thấm ướt đều lên bề mặt xơ da.

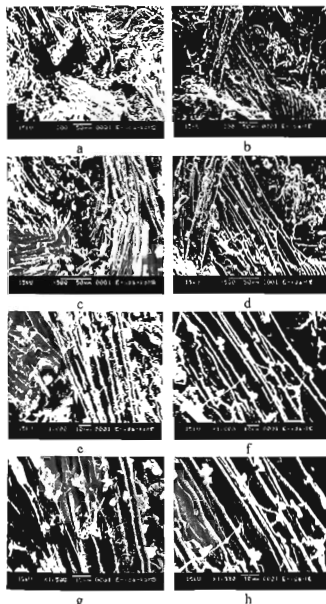
Đối với phương pháp trộn hợp master batch, xơ da và nhựa nên được trộn trước và giữ trong thời gian đủ dài để nhựa epoxy có thể thấm ướt tốt trên bề mặt xơ. Bên cạnh đó việc chuẩn bị master batch bằng thiết bị trộn bị cũng giúp cho xơ da và epoxy có khả năng tiếp xúc tốt hơn do đó tính chất của vật liệu cao hơn so với phương pháp trộn ép thông thường. Ngoài ra, phương pháp này cho phép tăng hàm lượng xơ da trong vật liệu composite.

3.1.2. Ảnh hưởng của phương pháp gia công đến cấu trúc hình thái của vật liệu composite epoxy/xơ da

Để có thể đánh giá một cách trực quan về cấu trúc hình thái và sự phân bố pha trong vật liệu composite epoxy/xơ da được gia công bằng phương pháp trộn ép và phương pháp master batch, tiến hành chụp ảnh SEM bề mặt mẫu thử. Mẫu có hàm lượng xơ da 40% khối lượng composite được gia công bằng phương pháp trộn ép (hình 4, a, b) và phương pháp master batch (hình 4, c, d). Hình ảnh SEM cho thấy, đối với phương pháp trộn ép, xơ tạp hợp thành các bó khiến cho nhựa rất khó trộn đều với xơ. Trong khi đó, với phương pháp trộn master batch, các bó xơ da tách rời nhau, hình ảnh này cũng góp phần giải thích lý do mẫu chế tạo bằng phương pháp trộn ép có độ bền uốn thấp hơn so với mẫu chế tạo bằng phương pháp master batch.

Quan sát ảnh chụp SEM (hình 4, a, b) với độ phóng đại 300 lần có thể thấy, đối với phương pháp trộn ép, xơ tạp hợp thành các bó khiến cho nhựa rất khó trộn đều với xơ. Trong khi đó, với phương pháp trộn master batch, các bó xơ da tách rời nhau, hình ảnh này cũng góp phần giải thích lý do mẫu chế tạo bằng phương pháp trộn ép có độ bền uốn thấp hơn so với mẫu chế tạo bằng phương pháp master batch.

trộn master batch cho tính chất cao hơn so với phương pháp trộn ép. Tương tự với độ phóng đại 500 lần (hình 4, c, d), các ảnh chụp cho thấy rõ hơn sự kết bó của các xơ trong phương pháp ép trộn và các xơ tách riêng rẽ trong phương pháp trộn master batch. Các ảnh chụp với độ phóng đại 1000, 1500 lần (hình 4, e - h), cho thấy khá rõ: đối với mẫu chế tạo theo phương pháp ép trộn, trong khoảng trống giữa các xơ trong bó xơ không có nhựa, do xơ kết bó, nhựa không thấm vào được trong các khoảng trống giữa chúng, nên tạo nên các khuyết tật làm giảm tính chất của vật liệu. Ngược lại, ở mẫu được trộn master batch, các khuyết tật này giảm đi rất nhiều do trong quá trình trộn, các bó xơ bị xé và phân tách tốt, nhựa thấm đều hơn, tính chất vật liệu tăng lên đáng kể.



Hình 4. Hình ảnh chụp SEM mẫu chế tạo theo các phương pháp ép trộn (a, c, e, g) và phương pháp master batch (b, d, f, h) tương ứng với các độ phóng đại lần lượt là 300, 500, 1000, 1500 lần

Từ các kết quả xác định các chỉ tiêu cơ học của

vật liệu composit epoxy/xơ đa tại mục 3.1.1). kết hợp phân tích ảnh chụp SEM của chúng cho thấy phương pháp trộn hợp master batch rất phù hợp để gia công các loại vật liệu composit có hàm lượng xơ đa trên 20%. Phương pháp này được lựa chọn sử dụng cho nội dung nghiên cứu tiếp theo.

3.2. Khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng xơ đa đến tính chất cơ học của vật liệu composit epoxy/xơ đa gia công theo phương pháp master batch

Bảng 2. Kết quả xác định các tính chất của vật liệu có tỷ phần khối lượng xơ đa khác nhau

Tính chất	Tỷ lệ xơ đa, % khối lượng			
	20	30	40	50
Độ bền kéo, MPa	33,57	31,44	33,73	30,56
Môđun kéo, MPa	1,27	1,17	1,68	1,09
Độ bền uốn, MPa	41,25	54,70	57,40	42,28
Mô đun uốn, MPa	1,77	2,36	2,62	1,97
Độ bền va đập, KJ/m ²	19,48	22,80	24,57	21,79

Kết quả thể hiện trong bảng 2 cho thấy mẫu có hàm lượng xơ đa 40% khối lượng có độ bền uốn và mô đun uốn cao nhất. Trong vật liệu composit, thành phần xơ sợi gia cường là yếu tố chịu uốn chính, vì vậy sự liên kết các xơ này là yếu tố quyết định tới độ bền uốn. Độ bền uốn chỉ đạt được kết quả tốt nhất khi các xơ được liên kết tốt với nhau. Hàm lượng xơ quá thấp dẫn đến nhựa nền chịu tác dụng lực chỉ chuyên được cho xơ một phần, phần còn lại gây ra các vết nứt, phá hủy nhựa nền dẫn đến phá hủy vật liệu. Do vậy ở các hàm lượng xơ là 20, 30% khối lượng, vật liệu có tính chất kém hơn. Hàm lượng xơ quá cao trên 50%, xơ chiếm phần lớn thể tích mẫu do tỷ trọng của xơ đa là rất nhỏ, khả năng thấm ướt của nhựa giảm, xơ không phân bố tốt, giữa các xơ có thể thiếu nhựa liên kết làm giảm độ bền của vật liệu. Ngoài ra, hàm lượng xơ đa lớn còn cản trở cho quá trình đóng rắn của nhựa, do đó làm giảm độ bền của vật liệu.

Tương tự như độ bền uốn, mẫu có hàm lượng xơ đa 40% khối lượng có độ bền kéo và mô đun kéo cao nhất. Tỷ lệ pha trộn 40% khối lượng xơ đa là vừa đủ để nhựa đảm nhận vai trò bao bọc và kết dính giữa các xơ phân tán. Lực kéo tác động lên mẫu sẽ được nhựa nền truyền đến các xơ kết dính với nền Epoxy qua các cầu nối liên kết là nhựa nền, nên khi tăng hàm lượng chất gia cường đến 40%, khả năng chịu lực tác dụng tốt hơn.

Mẫu có hàm lượng xơ đa 40% khối lượng cũng cho giá trị độ bền va đập cao nhất là 24,57 KJ/m². Do tác động va đập là tác động tức thời, tập trung và không có tính chu kỳ nên có ảnh hưởng rất mạnh làm phá vỡ mối liên kết bề mặt giữa xơ và nhựa. Sự thay đổi độ bền va đập thu được trong thực nghiệm này

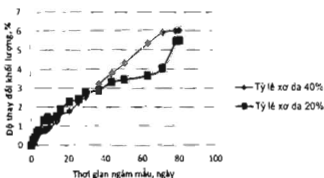
hoàn toàn phù hợp với các kết quả về độ bền kéo và độ bền uốn đã được phân tích ở các phần trên.

Bảng 3. Kết quả so sánh các tính chất của vật liệu composit epoxy/xơ da 40% được gia công bằng các phương pháp trộn ép và master batch

Tính chất	Kết quả theo phương pháp gia công		Chênh lệch, %
	Trộn ép [7]	Master batch	
Độ bền kéo, MPa	15,10	33,3	123,38
Độ bền uốn, MPa	31,04	57,40	84,92
Độ bền va đập, KJ/m ²	16,20	24,57	51,67

Kết quả trong bảng 3 cho thấy phương pháp trộn masterbatch cải thiện đáng kể các tính chất cơ học của vật liệu composit epoxy/xơ da: Độ bền kéo tăng 123,38%, độ bền uốn tăng 84,92% và độ bền va đập tăng 51,67%.

3.3. Khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng xơ da đến quá trình khuếch tán của nước vào vật liệu composit epoxy/xơ da



Hình 5. Độ hấp thụ nước của vật liệu theo hàm lượng xơ da khác nhau

Từ hình 5 nhận thấy, độ hấp thụ nước của vật liệu tăng dần theo thời gian. Với hàm lượng xơ da 40% độ hấp thụ nước sau 82 ngày là lớn nhất khoảng 6,2% và bắt đầu đạt bão hòa. Có thể nói đây là loại vật liệu có độ hút nước thấp, có thể sử dụng cho vật liệu chịu nước, ví dụ tiêu chí này đối ván lát sàn công nghiệp khi là từ 5 đến 12%.

Bảng 4 cho thấy hệ số khuếch tán của vật liệu tăng khi hàm lượng xơ da tăng, có nghĩa là khả năng chịu nước của vật liệu giảm khi hàm lượng xơ da tăng. Có thể giải thích kết quả này như sau: Hàm lượng xơ da lớn, xơ chiếm phần lớn thể tích của mẫu do tỷ trọng của xơ da là rất nhỏ, vì vậy khi tăng hàm lượng xơ da, khả năng thấm hút nước của vật liệu cũng tăng. Tuy nhiên xơ da là vật liệu hút nước rất tốt, độ hút nước và hệ số khuếch tán thấp, và mức mức tăng không lớn các chỉ số này của vật liệu có hàm lượng xơ da từ 20 đến 40%, cho thấy nhựa epoxy bao bọc và lấp đầy khoảng không giữa các xơ và ngăn cản chúng hút nước.

Bảng 4. Hệ số khuếch tán của v. epoxy/xơ da

Hàm lượng xơ da (% khối lượng)	40
Hệ số khuếch tán D (10 ⁻⁹ cm ² /s)	4,6339

4. Kết luận

Trong phạm vi nghiên cứu này, đối với vật liệu composit epoxy/xơ da, nên sử dụng phương pháp trộn thấm nhựa trước hay trộn master batch. Với phương pháp này, xơ da và nhựa nền được trộn hợp trước và giữ trong thời gian đủ dài để nhựa epoxy có thể thấm ướt tốt trên bề mặt xơ, các xơ phân tách tốt, tiếp xúc tốt hơn với nhựa nền. Phương pháp rất phù hợp khi sử dụng hàm lượng xơ da cao trong vật liệu composit. Sử dụng phương pháp gia công master batch, với hàm lượng xơ da 40% khối lượng, vật liệu composit epoxy/xơ có các tính chất cơ học (độ bền đứt, độ bền uốn và độ bền va đập) tốt nhất và cao hơn nhiều so với phương pháp gia công trộn ép. Sự có mặt của xơ da làm tăng khả năng hấp thụ nước của vật liệu composit epoxy/xơ, tuy nhiên ảnh hưởng của hàm lượng xơ da không lớn do nhựa epoxy bao bọc và lấp đầy khoảng không giữa các xơ và ngăn cản chúng hút nước. Các kết quả thu được trong nghiên cứu này là cơ sở quan trọng để tiếp tục nghiên cứu sâu hơn về vật liệu composit epoxy/xơ da cho các mục tiêu ứng dụng cụ thể.

Tài liệu tham khảo

- [1]. Dự án. Khảo sát, đánh giá thực trạng tiêu hao các loại nguyên vật liệu và chất thải rắn trong ngành Da giày Việt Nam, Viện Nghiên cứu Da Giày, năm 2014.
- [2]. Rethinam Senthil, Satbyaraj Weslen Vedakumari, Leather Fibres as Reinforcement for Epoxy Composites: A Novel Perspective, Fibers and Polymers, Vol.16, No.1 (2015) 181-187.
- [3]. B. Ramaraj, Mechanical and Thermal Properties of ABS and Leather Waste Composites, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 101 (2006), 3062-3066.
- [4]. J.D. Ambro' sio, A.A. Lucas, H. Otaguro, L. C. Costa. Preparation and Characterization of Poly (Vinyl Butyral)-Leather Fiber Composites, Polymer Composites (2011).
- [5]. J. Tomaz, S. Madera, C.T. and A.M. Lucedo, Extrusion and Mechanical Characterization of PVC-Leather Fiber Composites, Polymer Composites, Vol 19, No 4 (1998) 431-439.
- [6]. G. Andreopoulos and P.A. Tarantili, Waste leather particles as a filler for poly (vinyl chloride) plastisols, Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry, A37 (11) (2000) 1355-1362.
- [7]. Bùi Văn Huân, Đoàn Anh Vũ, Nguyễn Phạm Duy Linh, Ngô Thị Kim Thoa, Nghiên cứu khả năng sử dụng xơ da thuộc để chế tạo vật liệu composit trên cơ sở nhựa epoxy, Tạp chí Khoa học và Công nghệ, số 29, (2018).