

BÁO CÁO TOÀN VĂN HỘI NGHỊ KHOA HỌC & CÔNG NGHỆ TOÀN QUỐC LẦN THỨ VI

THIẾT KẾ NGUYÊN MẪU Lò NUNG TINH THỂ NÓNG CHẢY KIỂU BRIDGMAN

LÂM TẤN TRÚC, LÊ TUẤN ANH, VÕ TÀI ĐẠI, TRẦN VĂN HUY, HUỖNH THẾ
PHI, PHAN VIỆT CƯỜNG

*Trung tâm Nghiên cứu & Triển khai Công nghệ Bức xạ
Đường Hoàng Văn Thái, thôn Đại La, Hòa Vang, tp Đà Nẵng*

lamtantruc@gmail.com

Tóm tắt: Báo cáo này trình bày về việc thiết kế, chế tạo lò nung nuôi tinh thể tại Trung tâm Nghiên cứu và Triển khai Công nghệ Bức xạ - Cơ sở Đà Nẵng. Thiết bị được thiết kế, chế tạo dựa trên mô hình kiểu Bridgman với mục đích phục vụ cho việc nuôi các tinh thể nhấp nháy sử dụng trong các hệ ghi đo bức xạ hạt nhân. Báo cáo cũng mô tả các tính năng cơ bản đã được hoàn thiện như hệ điều khiển và kiểm soát nhiệt độ lõi lò nung, điều khiển tự động tốc độ và thời gian di chuyển của phần tạo tinh thể trong trường nhiệt, một số kết quả về khảo sát phân bố trường nhiệt trong ống nung, ổn định của nhiệt độ, cũng như một số kết quả về nuôi tinh thể đã đạt được. Cho đến nay, lò nung mà chúng tôi chế tạo được có thể đạt nhiệt độ cực đại 800°C, thỏa mãn điều kiện để nuôi được nhiều tinh thể nhấp nháy có nhiệt độ nóng chảy thấp hơn giá trị cực đại này như NaI, CsI, LaBr₂,...

Từ khóa: *Bridgman, lò nung, tinh thể nhấp nháy, adruino.*

I. MỞ ĐẦU

Mục đích nghiên cứu của chúng tôi là tiến hành tự thiết kế và chế tạo nguyên mẫu lò nung tinh thể dạng Bridgman. Có lò nung, có thể tiến hành nuôi các tinh thể nhấp nháy (như NaI, CsI, LaBr₂, ...) phục vụ mục đích ghi đo bức xạ.

Hiện nay, trong nước chưa làm chủ được công nghệ chế tạo lò nung, cũng như phương pháp nuôi tinh thể nhấp nháy. Nếu thành công, đề tài này sẽ mở ra 1 hướng đi nhiều tiềm năng trong lĩnh vực ghi đo bức xạ, bằng việc nghiên cứu, tăng cường các tính chất kỹ thuật của các loại chất nhấp nháy đã được phát hiện, cũng như tìm ra những loại chất nhấp nháy mới, có đặc tính kỹ thuật tốt hơn.

Mục tiêu:

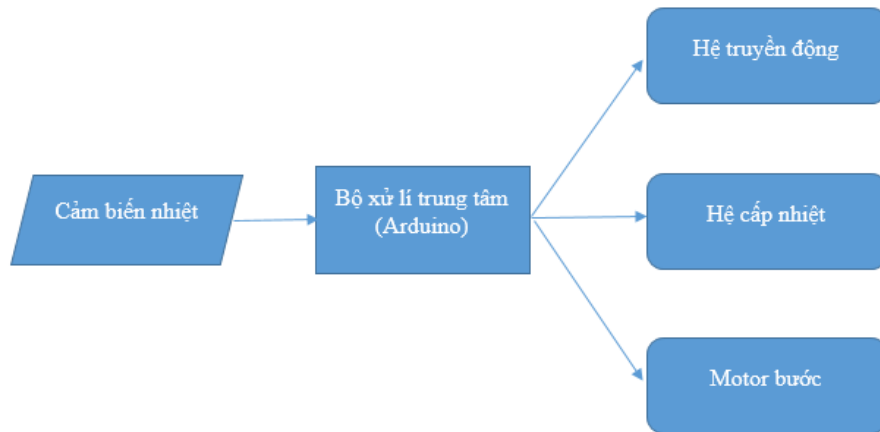
Chế tạo thành công lò nung kiểu Bridgman đạt nhiệt độ nóng chảy tối đa 800°C (Có thể nuôi được các loại tinh thể nhấp nháy có nhiệt độ nóng chảy thấp hơn 800°C) với hệ thống điều chỉnh nhiệt độ và hệ thống motor di chuyển tinh thể bên trong lò nung tự động dựa vào nhiệt độ thu được từ các cảm biến nhiệt.

II. NỘI DUNG

II.1. Đối tượng và Phương pháp

- **Đối tượng nghiên cứu:** Lò nung dạng Bridgman. Dựa trên nguyên lý làm việc của phương pháp nung tinh thể nóng chảy kiểu Bridgman, chúng tôi lắp ráp thiết bị nung gồm 4 phần chính: Hệ thống cảm biến nhiệt, hệ thống điều khiển trung tâm, hệ thống di chuyển cốc đựng tinh thể, hệ thống cấp nhiệt.

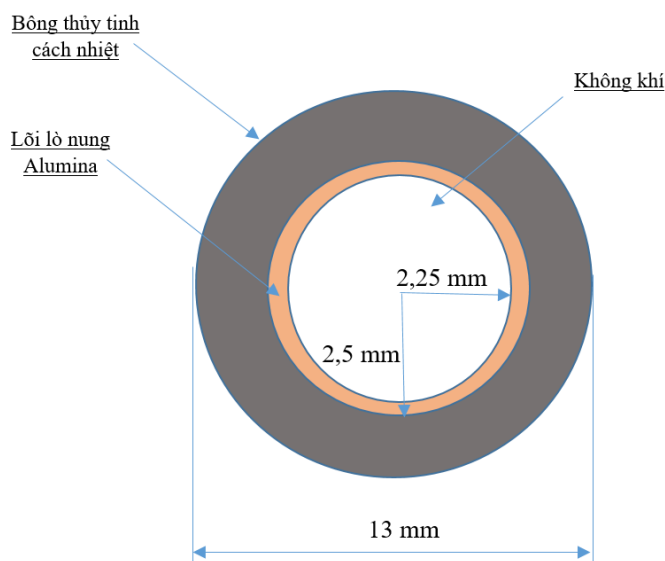
Bộ điều khiển trung tâm sau khi nhận tín hiệu từ hệ thống cảm biến nhiệt sẽ tính toán, xử lý theo phần mềm viết sẵn để truyền tín hiệu điều khiển xuống hệ truyền động cũng như hệ thống cấp nhiệt.



Hình 1: Sơ đồ khối cấu tạo lò nung

- **Phương pháp nghiên cứu:** Dựa trên nguyên lý hoạt động của lò nung Bridgman cơ bản, sau đó phát triển chi tiết thông qua thực nghiệm nuôi nhiều loại tinh thể và bổ sung các tính năng cần thiết. Sử dụng các hệ thống cảm biến nhiệt để đo đặc nhiệt độ các khu vực của lò nung, từ đó xây dựng nên bản đồ phân bố và thay đổi nhiệt năng. Mục đích cuối cùng là đưa ra được các số liệu cần thiết để đảm bảo sự ổn định của hệ thống, an toàn cho người sử dụng, đảm bảo tốc độ tan chảy và kết tinh của tinh thể.

- **Công thức tính toán:**



Hình 2: Mặt cắt – kích thước thân lò nung

Bài toán đặt ra là cần 1 hệ thống cung cấp đủ nhiệt lượng để làm 1 nóng lõi lò nung bằng alumina với:

$$m_{alumina} = 1,8 \text{ kg}$$

$$\text{nhiệt dung riêng } C_{alumina} = 880 \frac{J}{kg.K}$$

$$\text{hệ số truyền nhiệt } k_{alumina} = 35,4 \frac{W}{m.K}$$

lên mức 800 °C. Được phủ bên ngoài bởi 1 lớp bông thủy tinh cách nhiệt có độ dày $\delta = 5 \text{ cm}$.

chiều cao của ống alumina và lớp bông thủy tinh cách nhiệt $h = 32 \text{ cm}$.

$$\text{Bán kính trong ống alumina } \phi_{inner alumina} = 2,25 \text{ cm}$$

$$\text{Bán kính ngoài ống alumina } \phi_{outer alumina} = 2,5 \text{ cm}$$

$$\text{Bán kính ngoài ống bông thủy tinh } \phi_{outer fiberGlass} = 4 \text{ cm}$$

$$\text{Hệ số truyền nhiệt của bông thủy tinh } k_{fiberGlass} = 0,04 \frac{W}{m.K}$$

$$\text{Hệ số truyền nhiệt của không khí } k_{air} = 0,0262 \frac{W}{m.K}$$

Ta có công thức tính nhiệt lượng sinh do bởi dòng điện có cường độ I, qua 1 dây trở R và trong thời gian t là: $AQ = IR^2t$

Ta chọn công suất của hệ là 1500W (1 giá trị phổ biến đối với các thiết bị điện gia dụng như ấm đun nước, nồi cơm điện, bếp điện, ...) không quá cao so với điện lưới cũng như không quá thấp, dẫn đến thời gian đạt đủ 800 °C sẽ quá lâu. I – cường độ dòng tối đa của bộ cấp điện là 5A, ta tính được tổng trở cần có của dây dẫn là 60 Ω.

Loại dây trở 80/20 - CromNiken đường kính $\phi_{kanthal wire} = 0,3 \text{ mm}$ điện trở suất $\rho = 1,41 \mu\Omega.m$ được lựa chọn. Như vậy với công thức tính điện trở suất:

$$\rho = R \frac{\pi r_{kanthal wire}^2}{L}$$

suy ra $L = 3m$

Phương trình cân bằng nhiệt lượng, tổn thất nhiệt lượng:

$$Q_{electric} = Q_{thermal} + Q_{Transmission} + Q_{radiation} + Q_{convection} + Q_{other}$$

Lượng điện năng chuyển hóa thành nhiệt năng sẽ được dùng để kéo nhiệt độ của khối alumina (lõi lò nung) từ 30 lên 800 °C, bao gồm các tổn thất do truyền từ thành lò alumina qua lớp bông thủy tinh + truyền qua không khí bên trong lõi lò nung + phát bức xạ + do 2 đầu của lõi lò hở dẫn đến sinh ra dòng không khí đối lưu + thất thoát khác chưa tính toán được, hoặc nhỏ không đáng kể.

Trong đó:

$$Q_{Transmission} = Q_{fromAluToFiberGlass} + Q_{fromAluToAir}$$

$$Q_{Transmission} = P_{Transmission} \cdot t = (U \cdot A \cdot \Delta T) \cdot t$$

Với: $P_{Transmission}$ là công suất truyền nhiệt

T là thời gian truyền

ΔT là lượng nhiệt chênh lệch giữa 2 lớp vật liệu

U là độ dẫn (conductance - BTU/ft² °F hr hoặc W/m² K)

$$U_{fromAluToFiberGlass} = \frac{k_{fiberGlass}}{L_{fiberGlass}}$$

k là hệ số truyền nhiệt (thermal conductivity – BTU inc/ft² °F hr hoặc W/m K)

$$k_{fiberGlass} = 0,045 \text{ W/m K}$$

$$k_{air} = 0,026 \text{ W/m K}$$

L là độ dày lớp cách nhiệt

$$L_{fiberGlass} = 0,06 \text{ m}$$

$$L_{air} = 0,04 \text{ m}$$

A là diện tích bề mặt truyền nhiệt (diện tích xung quanh mặt ống)

$$\text{Với } A_{fiberGlass} = A_{outer} = 2\pi r_1 h$$

$$A_{air} = A_{inner} = 2\pi r_2 h$$

Từ đây, ta có:

$$P_{AluToFiberGlass} = U \cdot A \cdot \Delta T = \frac{k_{fiberGlass}}{L_{fiberGlass}} \cdot A_{outer} \cdot \Delta T = 27,75 \text{ W (nhiệt độ đo được ở rìa bên ngoài lớp bông thủy tinh là } 60 \text{ }^\circ\text{C)}$$

$$P_{AluToAir} = U \cdot A \cdot \Delta T = \frac{k_{air}}{L_{air}} \cdot A_{inner} \cdot \Delta T = 14 \text{ W (nhiệt độ đo được ở lớp không khí bên trong ống alumina là } 318 \text{ }^\circ\text{C)}$$

Áp dụng Định luật Stefan–Boltzmann để tính năng lượng bức xạ ta có:

$$P_{Radiation} = A \cdot \epsilon \cdot \sigma \cdot T^4 = 115 \text{ W}$$

Trong đó:

$$A = A_{outer} + A_{outer} = 0,095 \text{ m}^2$$

$$\epsilon_{alumina} \approx 0,9 \text{ (độ hấp thụ)}$$

$$\sigma_{alumina} = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^2 / \text{K}^4 \text{ (hằng số Stefan-Boltzmann)}$$

(Ở đây công thức đã bao gồm sự phát xạ từ alumina và nhận lại bức xạ từ bông thủy tinh và không khí, xem hệ số hấp thụ ϵ của 3 chất này là gần giống nhau)

$$I^2 \cdot R_{kathanWire} \cdot t = m_{alu} \cdot C_{alu} \cdot \Delta T_{alu} + Q_{Transm} + Q_{rad} + Q_{conv} + Q_{other}$$

Giả sử $Q_{conv} + Q_{other} = 0$ (Đây cũng là 1 trong những mục tiêu chính khi thiết kế, để tránh thất thoát nhiệt lãng phí)

$$\text{Ta có: } t = 908 \text{ s} = 15,13 \text{ phút}$$

$$\text{Thực tế đo được thời gian để nung nóng lò nung từ } 30 \rightarrow 800 \text{ }^\circ\text{C} \text{ mất } 16,53 \text{ phút} = 991 \text{ s}$$

$$\text{Từ đây ta suy ra, } Q_{conv} + Q_{other} = 109 \text{ W} \cdot t$$

Vậy tổng công suất thất thoát là:

$$\Sigma P_{\text{loss}} = 265,75 \text{ W}$$

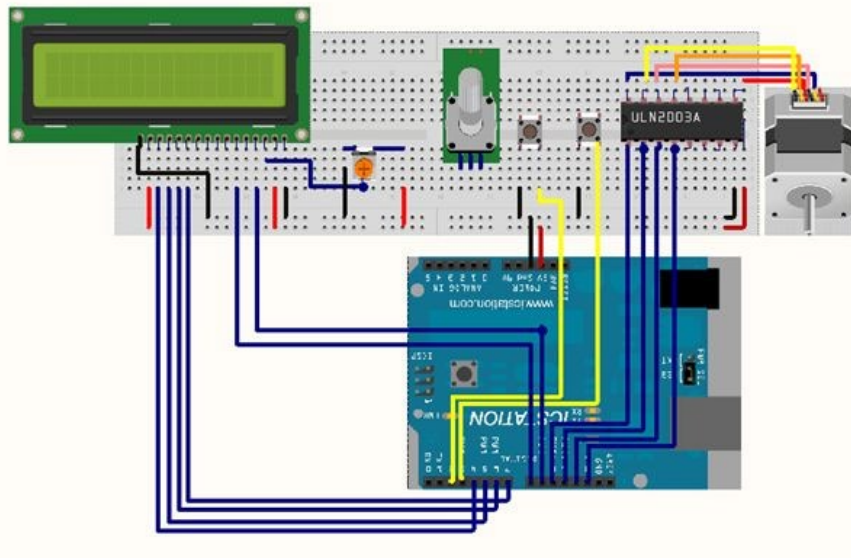
Tương đương với lượng thất thoát = 17,7%

(Sau khi đã đạt tới mức nhiệt 800°C, hệ thống sẽ chỉ cần 1 công suất tương đương ~ 265W để duy trì nhiệt độ ổn định)

Tên	Đơn vị	Giá trị
Thời gian nung lý thuyết để đạt nhiệt độ cực đại t_{theory}	s	908
Thời gian nung thực tế t_{exp}	s	991
Công suất cực đại thiết bị P_{equip}	W	1500
Tổng công suất thất thoát P_{loss}	W	265,75
Độ dài dây trở nhiệt $L_{\text{kanthal wire}}$	m	3
Điện trở suất dây trở t_{theory}	$\mu\Omega.m$	141
Hiệu suất thiết bị t_{theory}	-	17,7 %

Bảng 1: Các kết quả tính toán được

Đây là giá trị có thể chấp nhận được, với việc ta có thể cải thiện bằng cách hạn chế thất thoát do đối lưu trong quá trình vận hành (đóng kín và cô lập lõi lò nung trong quá trình chạy máy).



Hình 3: Motor bước và arduino

Tốc độ và cách thức di chuyển của motor bước.

Tính toán động cơ bước:

Độ rộng của 1 bước: 1,8 độ/ step

Khả năng điều khiển vi sai: 1/2 , 1/4, 1/8, 1/16, 1/32

Khoảng chia đang sử dụng 1/32. Nguyên nhân với độ chia 1/32 để đạt điều khiển chính xác và ổn định trong chuyển động.

Góc quay mỗi bước $1,8 * 1/32 = 0,05625$ độ

Đường kính bánh quay: 2,6 cm

Khoảng cách tinh thể di chuyển khi động di chuyển 1 bước: $l = (0,05625 \cdot 3,14 / 180) \cdot 2,1 = 0,00206$ cm

Số xung để đi được 1mm $0,1 / 0,00206 = 49$ xung

Tần số xung: 500 Hz

Độ rộng xung dương 1ms

Độ rộng xung âm 1ms

10cm đầu tiên (Cốc đựng tinh thể cách miệng lò 13 cm)

Số bước chuyển động : $10 / 0,00206 = 4852$

3cm tiếp theo (Cốc đựng tinh thể cách miệng lò 3 cm)

Số bước chuyển động : $3 / 0,00206 = 1455$

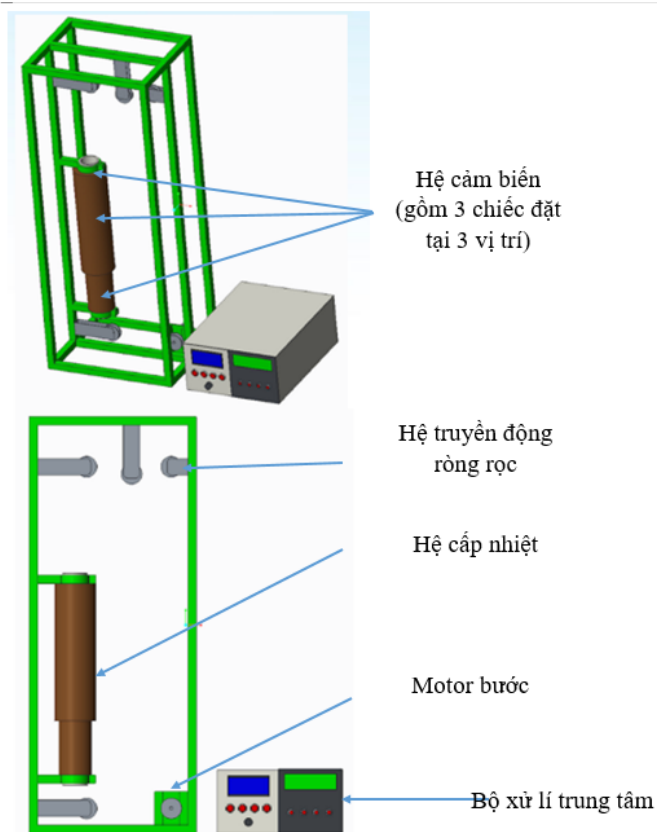
32 cm cuối (hạ tinh thể đến vị trí làm việc)

- Số bước chuyển động : $35,5 / 0,00255 = 17227$

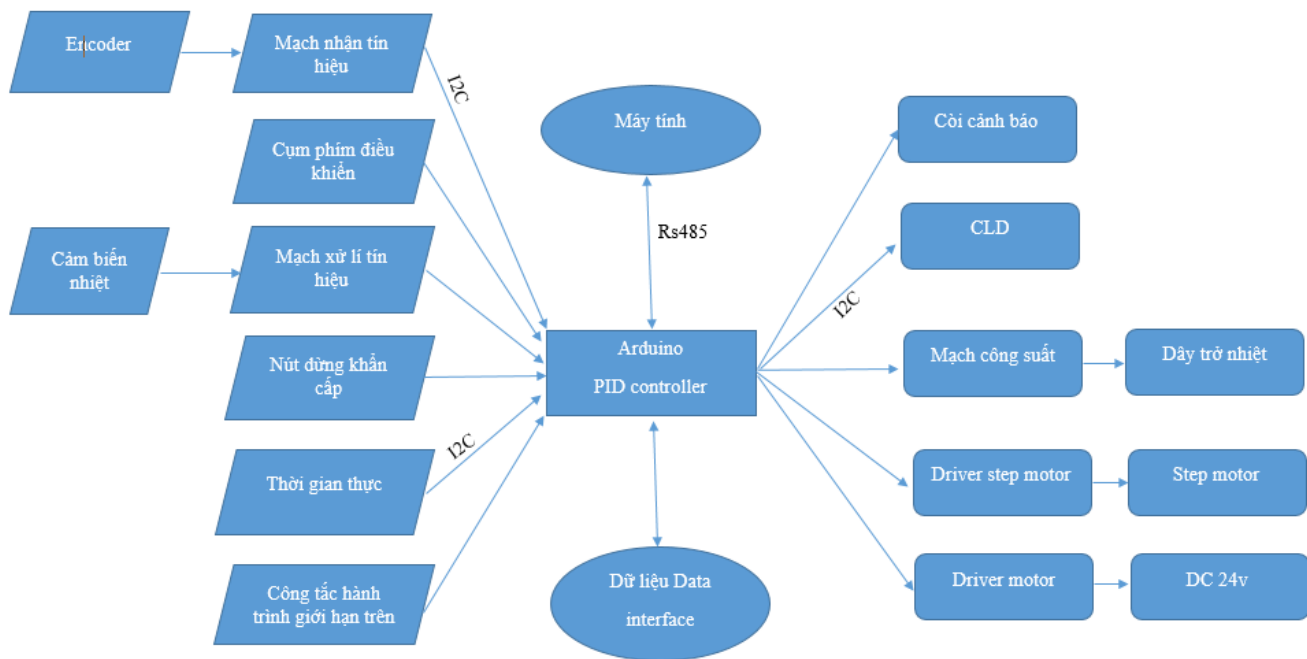
- **Phương pháp xử lý số liệu:** Phân tích các số liệu về tính chất của tinh thể thu nhận được để lựa chọn các giá trị về cấu trúc và thiết kế của lò nung phù hợp.

- Các kỹ thuật tiến hành trong nghiên cứu: thử - sai.

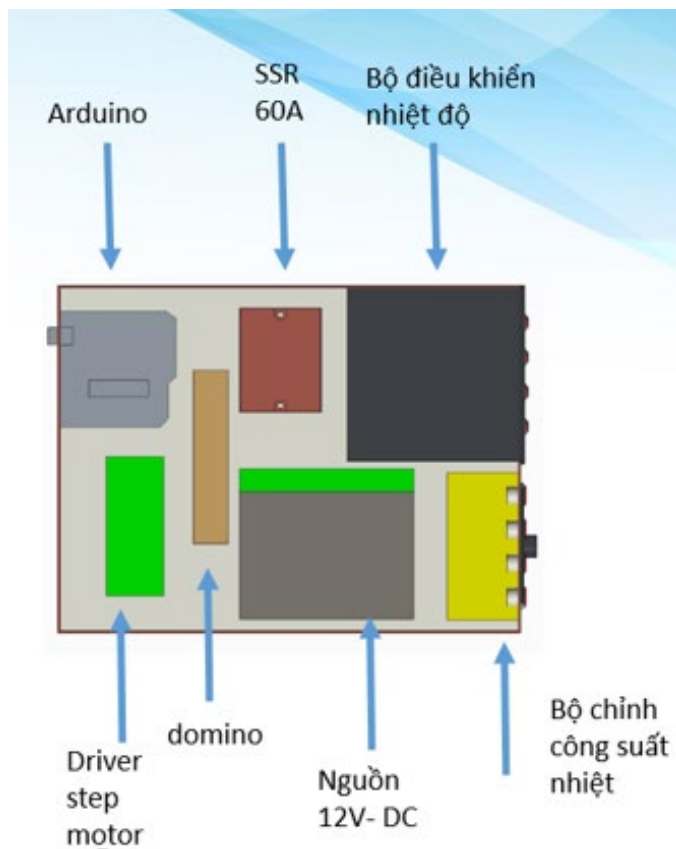
II.2. Bản thiết kế



Hình 4: Bản thiết kế tổng quát lò nung



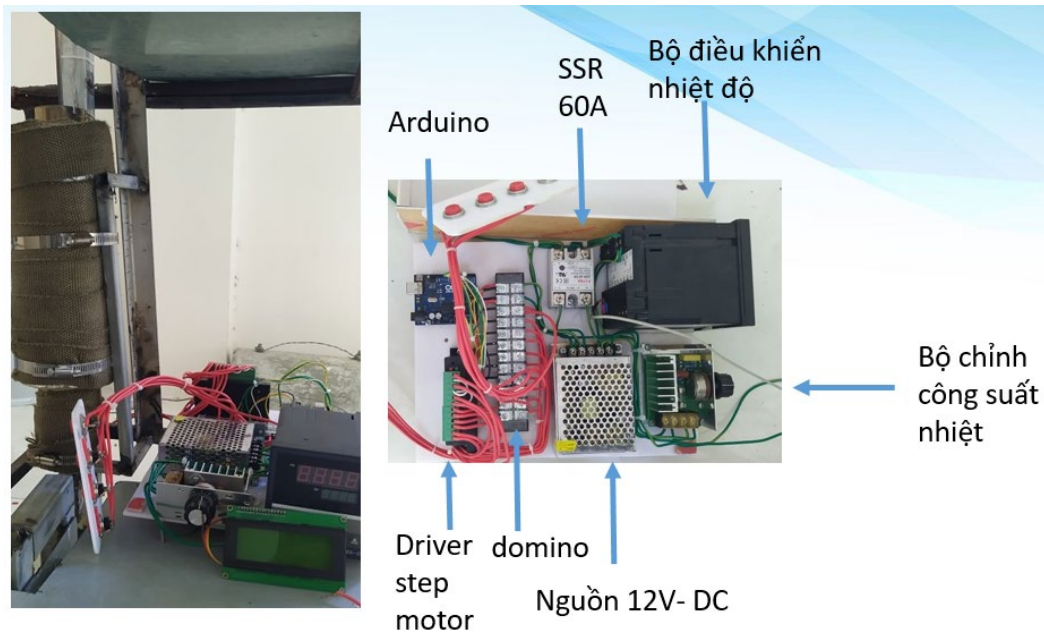
Hình 5: Sơ đồ khối hệ điều khiển trung tâm



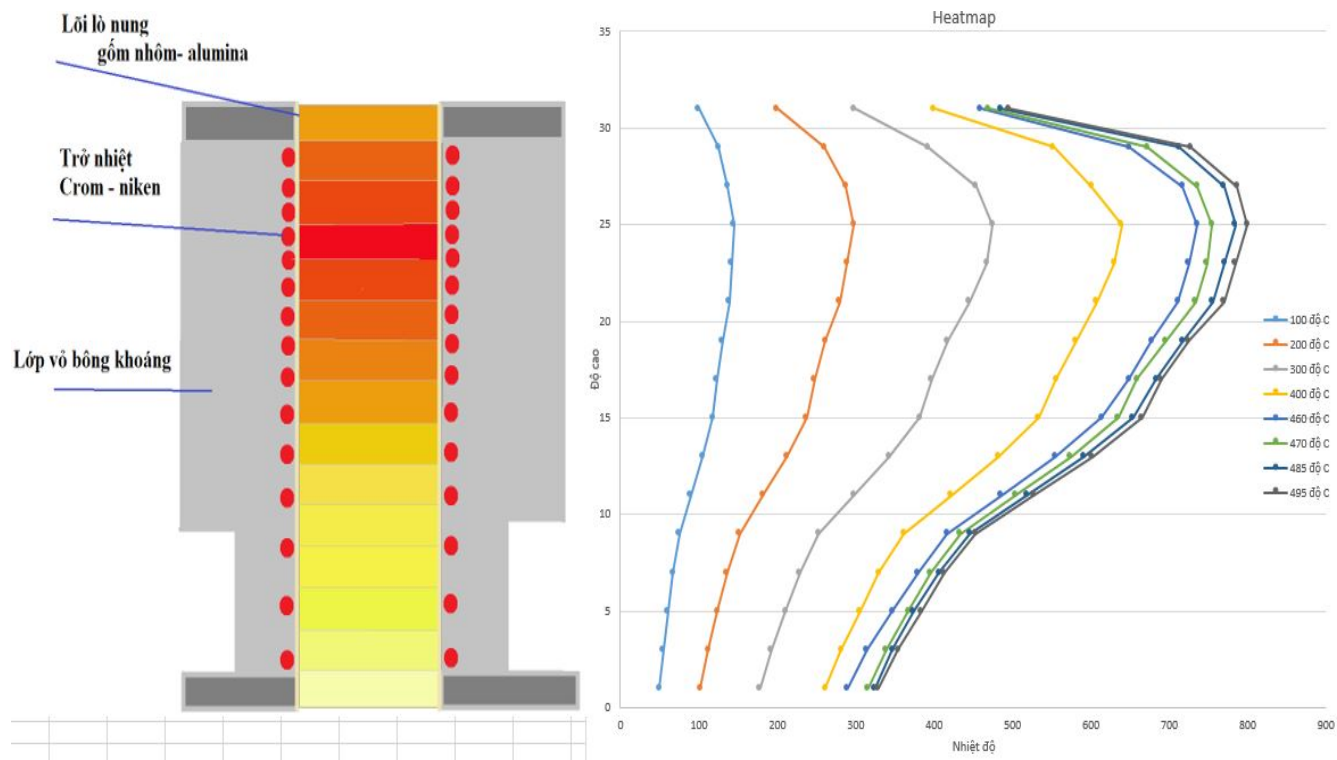
Hình 6: Bản thiết kế tổng quát hệ điều khiển trung tâm

Trên đây là các bản thiết kế sơ bộ hiện tại của lò nung và hệ điều khiển trung tâm.

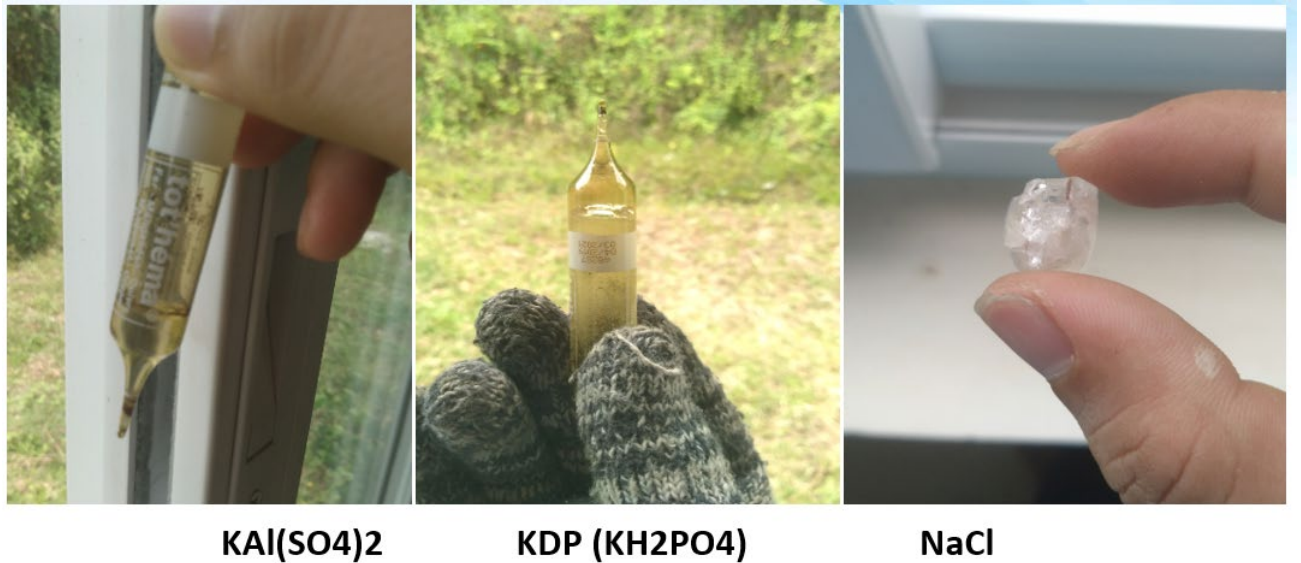
II.3. Kết quả



Hình 7: Thực tế lò nung và bộ điều khiển trung tâm



Hình 8: Bản đồ nhiệt độ của lò nung ứng với các mức nhiệt hoạt động khác nhau từ 100 - 800 °C



Hình 9: Một số tinh thể đã nuôi được bằng lò nung cho tới thời điểm hiện tại.

III. KẾT LUẬN

Mặc dù chỉ mới đi được những bước đầu tiên nhưng sản phẩm cho những kết quả rất khả quan.

Thiết bị có thể làm việc liên tục nhiều giờ (mức tối đa đã thử nghiệm là 18 tiếng liên tục) những vẫn đảm bảo hoạt động ổn định, chính xác. Tỷ lệ nuôi tinh thể thành công đạt 93% (Với 43 mẫu thử).

Hiện nhóm vẫn đang thực hiện nâng cấp và cải thiện trong quá trình nuôi thử các mẫu và kiểm tra độ ổn định, hiệu quả của hệ thống, bao gồm: thay đổi vật liệu cách nhiệt để nâng cao hiệu quả cách nhiệt, thay đổi cơ cấu truyền động ròng rọc thay bằng cơ cấu vítme – xoay để hạn chế tối đa rung lắc trong quá trình di chuyển, loại bỏ hiện tượng dẫn dây cáp do thay đổi nhiệt độ, thay đổi vật liệu làm cốc nung đựng tinh thể để gia tăng khả năng chịu nhiệt độ cao.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [2] N. J. Cherepy, G. Hull, A. D. Drobshoff, S. A. Payne, E. van Loef, C. M. Wilson, K. S. Shah, U. N. Roy, A. Burger, L. A. Boatner, W.-S. Choong and W. W. Moses, “Strontium and barium iodide high light yield scintillators,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, no. 8, pp.083508 1–3, Feb. 2008.
- [3] W. S. Choong, W. W. Moses, K. M. Vetter, G. Hull, S. A. Payne, et al., “Design of a facility for measuring scintillator non-proportionality,” *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, vol. 55, accepted for publication, 2008
- [4] S.G. Singh, D.G. Desai, A.K. Singh, M. Tyagi, S. Sen and S.C. Gadkari, “Growth of Tl doped CsI and NaI single crystals in a modified furnace based on Bridgman technique,” *Proceedings of the DAE Symp. on Nucl. Phys.* 59 (2014)
- [5] Olson, Edwin H., "Low-cost bridgman-type single-crystal growing apparatus", *Ames Laboratory Technical Reports*, 28, (1960)
- [6] Phan Quoc Vuong, “New homemade compact modified Bridgman for crystal growth”, Kyungpook National University Laboratory Report, (22/08/2017)

[7] V. Tabouret, J. Petit, B. Viana, "Melt Homogenization Improvement During The Bridgman Crystal Growth Optimizing The Rotation Profile", *Onera, the French Aerospace Lab, Chatillon, FRANCE*, (2016)

[8] S.G. Singh, D.G. Desai, A.K. Singh, M. Tyagi, S. Sen and S.C. Gadkari, "Growth of Tl doped CsI and NaI single crystals in a modified furnace based on Bridgman technique" *Technical Physics Division, Bhabha Atomic Research Centre, Mumbai - 400085, INDIA*, (2014)