



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0042085

(51)^{2020.01} H01M 6/36

(13) B

(21) 1-2020-06933

(22) 30/11/2020

(45) 25/12/2024 441

(43) 27/06/2022 411

(73) HỌC VIỆN KỸ THUẬT QUÂN SỰ (VN)

Số 236, phố Hoàng Quốc Việt, phường Cổ Nhuế 1, quận Bắc Từ Liêm, thành phố Hà Nội

(72) Đoàn Tiến Phát (VN); Lương Trung Sơn (VN); Phạm Mạnh Thảo (VN); Nguyễn Văn Kỳ (VN); Tô Văn Nguyễn (VN).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Trần & Trần (TRAN & TRAN CO., LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT TẮM CHÁY DỪNG TRONG PIN NHIỆT

(57) Sáng chế thuộc lĩnh vực vật liệu và pin nhiệt, cụ thể là sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất tấm cháy dừng trong pin nhiệt trên cơ sở zirconium kim loại (Zr), bột molybden trioxit (MoO_3) hoặc wolfram trioxit (WO_3) và bột sắt kim loại (Fe) hoặc niken kim loại (Ni) để tạo ra tấm cháy dừng trong pin nhiệt. Phương pháp theo sáng chế cho phép tạo ra tấm cháy ổn định ở môi trường bình thường, có khả năng cháy nhanh và tạo ra lớp dẫn điện ổn định ở nhiệt độ cao thích hợp sử dụng trong pin nhiệt.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực vật liệu và pin nhiệt, cụ thể là sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt trên cơ sở bột zirconi kim loại (Zr), bột molybden trioxit (MoO_3) hoặc wolfram trioxit (WO_3) và bột sắt kim loại (Fe) hoặc niken kim loại (Ni) để tạo ra tấm cháy dùng trong pin nhiệt. Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến tấm cháy dùng trong pin nhiệt thu được từ phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Pin nhiệt còn được gọi là pin hoạt hóa bằng nhiệt, pin muối nóng chảy hay nguồn điện hóa học hoạt hóa bằng nhiệt là loại pin sử dụng chất điện ly rắn ở trạng thái lưu trữ (trạng thái rắn ở nhiệt độ thường) và nóng chảy ở trạng thái làm việc. Loại pin này có thời gian bảo quản dài, thời gian hoạt hóa nhanh, mật độ năng lượng cũng như cường độ dòng cao nhờ độ dẫn điện tốt của chất điện ly nóng chảy, có độ tin cậy cao, tiện dụng và không cần bảo dưỡng. Tuy nhiên, để có thể bắt đầu làm việc, pin nhiệt này buộc phải được đốt nóng tới nhiệt độ khiến hỗn hợp chất điện ly nóng chảy và trở nên dẫn điện. Do vậy trong pin nhiệt cần phải có các nguồn nhiệt (tấm cháy – heating pellet) cung cấp nhiệt lượng để làm nóng chảy chất điện ly. Các tấm cháy này thường là hỗn hợp giữa một hoặc nhiều chất có tính khử và một hoặc nhiều chất có tính oxy hóa mà ở điều kiện thường không phản ứng với nhau, nhưng khi được kích hoạt bởi một tác động khác (ví dụ, nguồn nhiệt khác), thì sẽ phản ứng với nhau và sinh ra nhiệt lượng.

Do pin nhiệt thường ở trạng thái nghỉ và chỉ được kích hoạt một lần để hoạt động trong các điều kiện khắc nghiệt và khẩn cấp nên chúng cần phải đảm bảo duy trì được khả năng sẵn sàng hoạt động trong một thời gian dài và đảm bảo khả năng hoạt động trong tình huống khẩn cấp. Kết cấu của pin nhiệt thường bao gồm các viên pin (các cell) chứa các chất điện ly ở trạng thái rắn được ghép với nhau để tạo ra các khối pin có khả năng phát sinh dòng điện. Tùy theo yêu cầu về điện áp và cường độ dòng điện, có thể một hoặc nhiều viên pin được ghép nối tiếp hay song song với nhau để tạo cụm pin, các cụm pin này lại được ghép với nhau để tạo ra các khối pin lớn hơn.

Do đặc điểm của pin nhiệt nên vật liệu ghép giữa các viên pin này cần đáp ứng hai yếu tố, đó là khả năng cách điện khi ở trạng thái nghỉ (chưa hoạt động) và khả

năng dẫn điện với cường độ dòng điện cao ở trạng thái hoạt động trong điều kiện khắc nghiệt, thường là nhiệt độ nóng chảy của chất điện ly.

Để cung cấp nhiệt cho pin, các tấm cháy được dùng trong pin nhiệt hiện nay thường là hệ Zr/BaCrO₄ (pin nhiệt thể hệ cũ) hoặc hệ Fe/KClO₄. Tuy nhiên các tấm cháy này đều tồn tại những nhược điểm riêng:

Tài liệu US 20150274607 A đã đề cập đến tấm cháy sử dụng hệ Zr/BaCrO₄, trong đó, hệ vật liệu này sử dụng Zr là chất khử và BaCrO₄ làm chất oxy hóa. Vật liệu này chỉ nhằm cung cấp nhiệt cho pin để pin hoạt động và không có tính dẫn điện. Do vậy để dẫn điện giữa cực dương của một pin đơn với cực âm của pin kế tiếp (trong trường hợp mắc nối tiếp) để tạo được khối pin có điện áp lớn thì cần phải sử dụng thêm dây dẫn điện và hàn chúng với các cực dương và cực âm của các pin. Điều này có bất lợi là vừa làm tăng trọng lượng khối pin vừa có thể gây chập mạch và mất an toàn trong quá trình lắp ráp.

Tài liệu US 7629075 B đề cập đến hệ Fe/KClO₄, hệ vật liệu này cũng đã được sử dụng chủ yếu trong các pin nhiệt hiện tại, trong đó hệ vật liệu này sử dụng KClO₄ là chất oxy hóa, và Fe vừa đóng vai trò là chất khử. Hỗn hợp này sau khi cháy cung cấp lượng nhiệt đủ cho pin hoạt động đồng thời trở nên dẫn điện. Chính vì vậy, hệ vật liệu này có thể khắc phục được nhược điểm của hệ Zr/BaCrO₄ nêu trên là không cần sử dụng dây dẫn phụ để nối điện giữa các pin đơn như khi sử dụng tấm cháy hệ Zr/BaCrO₄. Tuy nhiên hệ này có nhược điểm là cần sử dụng nguyên liệu Fe siêu mịn (kích thước ở mức nano), đồng thời khi kích hoạt, hệ này cần môi nhiệt lớn hơn do khả năng phản ứng giữa Fe và KClO₄ không cao. Thêm vào đó, khi các hạt Fe kim loại có kích thước nhỏ, khả năng phản ứng với oxy không khí cao gây khó khăn cho quá trình chế tạo tấm cháy. Do đó ngoài việc phải tăng lượng chất khử mạnh thì chúng cũng cần phải bảo quản trong điều kiện ít khí O₂ để tránh việc Fe nano bị oxy hóa và đặc biệt là khi cháy sinh khí clo làm tăng áp suất trong pin. Điều này dẫn đến bất lợi là nếu bảo quản pin trong các khoang kín khí thì khi pin hoạt động, dẫn đến khả năng gây nổ pin, tiềm ẩn nguy cơ mất an toàn do các loại pin này thường được bảo quản trong một thời gian dài, trong điều kiện ít và/hoặc không được bảo dưỡng thường xuyên.

Ngoài ra, đã có nhiều hệ vật liệu được sử dụng để kích nhiệt cho pin nhiệt đã được bộc lộ, ví dụ hệ Al/MoO₃ (CN 104988560 A), Zr-Al/MoO₃ và Zr/Fe₂O₃/MoO₃

(ES 2370395 T), Zr/BaCrO₄ (US 2005/0274607 A), tuy nhiên, việc sử dụng Al, Fe₂O₃ hoặc BaCrO₄ có những nhược điểm riêng, ví dụ rất khó tạo ra hệ chất dẫn ổn định khi sử dụng Al hoặc vật liệu dẫn không đồng nhất và có kích thước nano như khi sử dụng Fe₂O₃ hoặc dẫn điện kém như khi sử dụng BaCrO₄. Ngoài ra, khi sử dụng zirconi trong điều kiện sản xuất bình thường cần phải đảm bảo an toàn do zirconi ở dạng bột khô là vật liệu dễ cháy.

Do đó, vẫn cần vật liệu nhằm khắc phục các nhược điểm của hệ vật liệu nêu trên nhằm thu được hệ vật liệu có khả năng ứng dụng để sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt mà dễ sản xuất, có hiệu suất phát nhiệt cao, không dẫn điện ở trạng thái bảo quản và dẫn điện tốt, nhanh, ổn định, chịu được dòng tải cao khi pin được kích hoạt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên, cụ thể là sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt và vật liệu để sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

a) chuẩn bị vật liệu bao gồm chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện theo bảng sau:

Nhóm vật liệu	Thành phần	Tỷ lệ (% trọng lượng)
Chất khử	bột zirconi kim loại (Zr)	20-30
Chất oxy hóa	bột molybden trioxit (MoO ₃), wolfram trioxit (WO ₃) hoặc hỗn hợp của chúng	15-25
Chất dẫn điện	bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng	45-65

trong đó chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện này ở dạng bột có kích thước hạt nằm trong khoảng từ 10-100 µm, vật liệu là chất oxy hóa được nung ở 750°C trong 10 giờ;

b) tạo hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện bằng cách phối trộn chất oxy hóa và chất dẫn điện, tiếp đó bổ sung một lượng nước tinh khiết theo tỷ lệ từ 1/5 đến 1/15 trọng lượng hỗn hợp rồi trộn đều rồi để ổn định trong khoảng thời gian từ 24 đến 48 giờ, tiếp đó nghiền hỗn hợp này bằng thiết bị nghiền bi hành tinh trong khoảng từ 2

đến 4 giờ với tốc độ 350 vòng/phút thu được hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện dạng bột ẩm; và

c) thu tấm cháy bằng cách trộn đều hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện thu được ở trên với chất khử là bột zircon kim loại (Zr), sau đó hỗn hợp này được ép tạo hình trên máy ép thủy lực với áp suất nằm trong khoảng 350 MPa đến 750 Mpa rồi sấy khô ở nhiệt độ khoảng 150°C trong khoảng từ 24 đến 48 giờ, thu được sản phẩm là tấm cháy dùng trong pin nhiệt.

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột molybden trioxit (MoO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột sắt kim loại (Fe).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột wolfram trioxit (WO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột niken kim loại (Ni).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là hỗn hợp bột molybden trioxit (MoO_3) và bột wolfram trioxit (WO_3) với tỷ lệ MoO_3/WO_3 là 1/1 theo trọng lượng.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến tấm cháy dùng trong pin nhiệt thu được bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó tấm cháy này được sản xuất từ vật liệu này bao gồm chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện ở dạng bột có kích thước hạt từ 10-100 μm và có tỷ lệ trọng lượng theo bảng sau:

Nhóm vật liệu	Thành phần	Tỷ lệ (% trọng lượng)
Chất khử	bột zircon kim loại (Zr)	20-30
Chất oxy hóa	bột molybden trioxit (MoO_3), wolfram trioxit (WO_3) hoặc hỗn hợp của chúng	15-25
Chất dẫn điện	bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng	45-65

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột molybden trioxit (MoO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột sắt kim loại (Fe).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột wolfram trioxit (WO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột niken kim loại (Ni).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là hỗn hợp bột molybden trioxit (MoO_3) và bột wolfram trioxit (WO_3) với tỷ lệ MoO_3/WO_3 là 1/1 theo trọng lượng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là giản đồ phân bố kích thước hạt của bột sắt ban đầu (A), bột sắt sau khi nghiền bi hành tinh (B), bột Fe và MoO_3 sau khi nghiền bi trong điều kiện không có nước (C) và bột Fe và MoO_3 sau khi nghiền bi trong điều kiện có nước (D).

Hình 2 là ảnh SEM bề mặt bột Fe sau khi nghiền bi hành tinh (A) và bột Fe và MoO_3 sau khi nghiền bi trong điều kiện có nước (B).

Hình 3 là phổ XRD của hỗn hợp bột Fe và MoO_3 trước khi nghiền bi (A) và sau khi nghiền bi trong điều kiện có nước (B).

Hình 4 là phổ XRD của hỗn hợp tấm cháy trước (A) và sau (B) khi được kích hoạt.

Hình 5 là ảnh SEM bề mặt tấm cháy trước (A) và sau (B) khi được kích hoạt.

Hình 6 là hình ảnh tấm cháy được tạo ra bởi các thành phần $\text{Zr}/\text{MoO}_3/\text{Fe}$ theo tỷ lệ 25/20/55 về khối lượng (A), sau 24 giờ (B) và sau 10 ngày (C); hình ảnh tấm cháy được tạo ra bởi Fe và KClO_4 (D), sau 24h (E) và sau 10 ngày (F).

Hình 7 là đường làm việc của pin nhiệt khi sử dụng tấm cháy được tạo ra bởi các thành phần $\text{Zr}/\text{MoO}_3/\text{Fe}$ theo tỷ lệ 25/20/55 về khối lượng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết với các phương án và những ví dụ thực hiện cụ thể có viện dẫn các hình vẽ, tuy nhiên, các phương án và những ví dụ thực hiện này chỉ nhằm mục đích bộc lộ các phương án thực hiện sáng chế chứ không nhằm hạn chế phạm vi yêu cầu bảo hộ của sáng chế.

Trong pin nhiệt, các tấm cháy đóng vai trò như tấm kích hoạt cho pin khi được sử dụng. Theo nguyên tắc chung, tấm cháy này luôn bao gồm ba thành phần chính là chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện. Hỗn hợp ba thành phần này ở điều kiện thường không phản ứng với nhau và không dẫn điện. Khi được kích hoạt bởi tác động nhiệt, các thành phần chất khử và oxy hóa này phản ứng với nhau và sinh ra nhiệt lượng để đốt nóng chất điện ly của pin và kích hoạt pin hoạt động, đồng thời trở nên dẫn điện và kết nối cực dương của một pin đơn với cực âm của pin kế tiếp.

Các tấm cháy sử dụng trong các pin nhiệt này phải đáp ứng được yêu cầu không dẫn điện ở điều kiện bình thường, có khả năng sinh nhiệt để kích hoạt pin và dẫn điện sau khi được kích hoạt.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt và vật liệu để sản xuất tấm cháy này.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt, trong đó phương pháp này bao gồm các bước: a) chuẩn bị vật liệu; b) tạo hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện; và c) tạo hình tấm cháy.

Các vật liệu được sử dụng để sản xuất tấm cháy gồm ba nhóm vật liệu là nhóm chất khử, nhóm chất oxy hóa và nhóm chất dẫn điện.

Nhóm chất khử được sử dụng để sản xuất vật liệu theo sáng chế là bột zircon kim loại (Zr). Ở điều kiện bình thường, zircon tồn tại ở dạng rắn, màu trắng xám, mềm, dễ uốn, nóng chảy ở 1855°C, có độ âm điện 1,33 (theo thang Pauling). Khi ở dạng bột, Zr dễ cháy và được sử dụng nhiều trong các kíp nổ, các chất thu khí và các sợi trong ống chân không do có tiết diện bắt neutron thấp. Zircon có đặc tính chống ăn mòn bởi các chất kiềm, axit, nước muối và các tác nhân khác. Zircon kim loại (Zr) được sử dụng theo sáng chế là kim loại dạng bột có kích thước hạt từ 10-100 μm và đóng vai trò là chất khử trong vật liệu. Lượng chất khử được sử dụng theo sáng chế nằm trong khoảng từ 20 đến 30% trọng lượng, tốt nhất là 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29 hoặc 30% trọng lượng vật liệu dùng để sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt theo sáng chế. Bằng thực nghiệm, các tác giả đã nhận thấy rằng, lượng chất khử, cụ thể là zircon kim loại được sử dụng tốt nhất nằm trong khoảng từ 20 đến 30% trọng lượng vật liệu. Nếu lượng zircon lớn hơn 30%, phản ứng xảy ra không hoàn toàn, gây lãng phí. Ngược lại nếu lượng zircon thấp, các chất oxy hóa phản ứng không hoàn toàn khiến sản phẩm thu được có độ dẫn điện kém. Việc sử dụng lượng zircon từ 20 đến 30% tổng trọng lượng vật liệu cho phép thu được nhiệt lượng tối ưu khi phản ứng, ngoài ra phản ứng giữa chất khử và chất oxy hóa hoàn toàn sẽ tạo nên lớp vật liệu sau khi thiêu kết bền vững, dẫn điện tốt hơn.

Nhóm chất oxy hóa được sử dụng để sản xuất vật liệu theo sáng chế là bột molypden trioxit (MoO_3), wolfram trioxit (WO_3) hoặc hỗn hợp của chúng. Các hợp chất này được sử dụng ở dạng bột có kích thước hạt nằm trong khoảng từ 10-100 μm .

Bột molybden trioxit (MoO_3) hoặc wolfram trioxit (WO_3) được nung 750°C trong 10 giờ để loại bỏ nước và các muối amoni có trong hỗn hợp bột này. Lượng chất oxy hóa được sử dụng theo sáng chế nằm trong khoảng từ 15 đến 25% trọng lượng, tốt nhất là 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24 hoặc 25% trọng lượng hỗn hợp. Bằng thực nghiệm, các tác giả đã nhận thấy rằng, lượng chất oxy hóa, cụ thể là lượng molybden trioxit (MoO_3) hoặc wolfram trioxit (WO_3) được sử dụng tốt nhất nằm trong khoảng từ 15 đến 25% trọng lượng vật liệu. Nếu lượng chất oxy hóa lớn hơn 25%, phản ứng xảy ra không hoàn toàn, có một lượng dư chất oxy hóa khiến vật liệu thu được không ổn định. Ngược lại nếu lượng chất oxy hóa thấp, phản ứng xảy ra không hoàn toàn, ngoài việc do đó lãng phí một phần zirconium, vật liệu cuối thu được không ổn định. Việc sử dụng lượng chất oxy hóa từ 15 đến 25% trọng lượng vật liệu cho phép thu được nhiệt lượng tối ưu khi phản ứng, ngoài ra phản ứng giữa chất khử và chất oxy hóa hoàn toàn sẽ tạo nên lớp vật liệu sau khi thiêu kết bền vững và dẫn điện tốt hơn.

Nhóm chất dẫn điện được sử dụng để sản xuất vật liệu theo sáng chế là bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng. Các chất này đóng vai trò làm chất dẫn điện sau khi pin được kích hoạt, giúp kết nối các pin đơn với nhau. Theo sáng chế, chất dẫn điện được sử dụng là sắt kim loại (Fe) hoặc niken kim loại (Ni) ở dạng bột.

Lượng chất dẫn điện được sử dụng theo sáng chế nằm trong khoảng từ 45 đến 65% trọng lượng, tốt nhất là 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64 hoặc 65% trọng lượng vật liệu dùng để sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt theo sáng chế. Bằng thực nghiệm, các tác giả đã nhận thấy rằng, lượng chất dẫn điện, cụ thể là lượng sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) được sử dụng tốt nhất nằm trong khoảng từ 45 đến 65% trọng lượng vật liệu. Nếu lượng chất dẫn điện lớn hơn 65%, vật liệu trở nên có khả năng xếp sát với nhau và tạo ra vật liệu dẫn điện. Ngược lại nếu lượng chất dẫn điện thấp hơn 45%, sau khi phản ứng kích hoạt xảy ra, lượng chất dẫn điện không đủ lớn để tạo ra dây dẫn có khả năng dẫn dòng điện lớn giữa các viên pin, dẫn đến việc chập cháy, hoặc không tạo ra được vật liệu dẫn điện liền mạch, ảnh hưởng đến việc vận hành của pin. Lượng chất dẫn điện từ 45 đến 65% trọng lượng vật liệu và kích thước vật liệu ở dạng hạt, cho phép thu được vật liệu không dẫn điện ở trạng thái bình thường và dẫn điện ổn định ở trạng thái sau khi được kích hoạt.

Trong bước chuẩn bị vật liệu, các vật liệu được sử dụng bao gồm chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện nêu trên được chuẩn bị với tỷ lệ các thành phần theo bảng sau:

Nhóm vật liệu	Thành phần	Tỷ lệ (% trọng lượng)
Chất khử	bột zircon kim loại (Zr)	20-30
Chất oxy hóa	bột molybden trioxit (MoO_3), wolfram trioxit (WO_3) hoặc hỗn hợp của chúng	15-25
Chất dẫn điện	bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng	45-65

trong đó chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện này ở dạng bột có kích thước hạt nằm trong khoảng từ 10-100 μm , vật liệu là chất oxy hóa được nung ở 750°C trong 10 giờ trước khi phối trộn.

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột molybden trioxit (MoO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột sắt kim loại (Fe).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột wolfram trioxit (WO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột niken kim loại (Ni).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là hỗn hợp bột molybden trioxit (MoO_3) và bột wolfram trioxit (WO_3) với tỷ lệ MoO_3/WO_3 là 1/1 theo trọng lượng.

Trong bước tạo hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện, quá trình này nhằm mục đích tạo hỗn hợp phân tán chất dẫn điện trong chất oxy hóa để đảm bảo sự phân tán được đồng nhất. Nước tinh khiết được sử dụng theo sáng chế là dạng tinh sạch về mặt hóa học. Nước tinh khiết được bổ sung một lượng theo trọng lượng chất oxy hóa và chất dẫn điện theo tỷ lệ từ 1/5 đến 1/15 trọng lượng hỗn hợp. Theo các phương án ưu tiên cụ thể, tỷ lệ nước được bổ sung theo trọng lượng chất oxy hóa và chất dẫn điện là 1/5, 1/6, 1/7, 1/8, 1/9, 1/10, 1/11, 1/12, 1/13, 1/14 hoặc 1/15 trọng lượng. Sau khi bổ sung nước, hỗn hợp được trộn rồi để ổn định trong khoảng thời gian từ 24 đến 48 giờ. Quá trình này có thể được thực hiện trong môi trường chứa khí N_2 để tránh quá trình oxy hóa chất dẫn điện. Tiếp đó, tiến hành nghiền hỗn hợp này bằng thiết bị nghiền bi hành tinh trong khoảng từ 2 đến 4 giờ với tốc độ 350 vòng/phút.

Cần lưu ý rằng, việc thêm nước tinh khiết vào nhằm mục đích kết dính tạm thời liên kết các hạt vật liệu lại với nhau, giúp cho quá trình ép tấm cháy được diễn ra thuận lợi, các tấm cháy không bị nứt mép kích thước hạt sau nghiền bị tiếp tục được giảm.

Sau khi nghiền, vật liệu thu được có kích thước khoảng 10 μm . Điều này cho phép tăng được tỷ lệ chất dẫn điện trong vật liệu, nhưng vẫn đảm bảo vật liệu thu được sau khi tạo hình không dẫn điện.

Trong bước thu tấm cháy, tiến hành trộn đều hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện thu được ở trên với chất khử là bột zircon kim loại (Zr). Bằng cách trộn bổ sung bột zircon kim loại với hỗn hợp chất dẫn điện và chất oxy hóa chứa nước sẽ ngăn khả năng tự cháy do ma sát trong quá trình đảo trộn. Sau khi trộn, hỗn hợp này được ép tạo hình trên máy ép thủy lực với áp suất nằm trong khoảng 350 MPa đến 750 MPa. Theo các phương án ưu tiên, áp suất tốt nhất nằm trong khoảng từ 400 đến 700 MPa, theo các phương án ưu tiên khác, áp suất tốt nhất nằm trong khoảng từ 500 đến 600 MPa. Theo các phương án ưu tiên cụ thể, các tấm cháy được tạo hình ở dạng tấm bất kỳ, tốt nhất là ở dạng tấm tròn mỏng phù hợp với yêu cầu sử dụng và theo hình dạng của viên pin nhiệt.

Các tấm cháy thu được này được sấy khô ở nhiệt độ khoảng 150°C trong khoảng từ 24 đến 48 giờ để loại bỏ hoàn toàn lượng nước có mặt để thu được sản phẩm là tấm cháy. Theo các phương án ưu tiên, thời gian sấy tấm cháy tốt nhất nằm trong khoảng từ 30 đến 40 giờ, theo phương án tốt nhất, thời gian sấy tấm cháy này là 36 giờ ở 150°C. Theo đó, sau khi sấy loại bỏ hoàn toàn lượng nước có trong hỗn hợp, khi được kích hoạt bởi nhiệt cao, khoảng trên 300°C, thì zircon sẽ phản ứng với MoO_3 hoặc WO_3 có trong hỗn hợp tạo ra một nhiệt lượng đủ lớn khiến cho các hạt sắt (hoặc niken) bị nóng chảy, lấp đầy các lỗ trống giữa các hạt này và tạo nên một tấm vật liệu dẫn điện liền mạch có khả năng dẫn điện tốt, ngay lập tức dẫn dòng điện được kích hoạt từ các viên pin đến bộ phận cần cấp điện. Việc sử dụng vật liệu dẫn điện là sắt kim loại và/hoặc niken kim loại cho phép chúng nóng chảy ở nhiệt độ thấp hơn, đồng thời không phải trải qua quá trình khử, vừa giúp viên pin được kích hoạt gần như đồng thời vừa giảm được áp suất khí sinh ra bởi quá trình khử, loại bỏ nguy cơ nổ pin.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến tấm cháy dùng trong pin nhiệt thu được từ phương pháp theo sáng chế, trong đó tấm cháy này được sản xuất từ vật liệu

này bao gồm chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện ở dạng bột có kích thước hạt từ 10-100 μm và có tỷ lệ trọng lượng theo bảng sau:

Nhóm vật liệu	Thành phần	Tỷ lệ (% trọng lượng)
Chất khử	bột zircon kim loại (Zr)	20-30
Chất oxy hóa	bột molybden trioxit (MoO_3), wolfram trioxit (WO_3) hoặc hỗn hợp của chúng	15-25
Chất dẫn điện	bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng	45-65

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột molybden trioxit (MoO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột sắt kim loại (Fe).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là bột wolfram trioxit (WO_3) và chất dẫn điện được sử dụng là bột niken kim loại (Ni).

Theo một phương án ưu tiên, trong đó chất oxy hóa được sử dụng là hỗn hợp bột molybden trioxit (MoO_3) và bột wolfram trioxit (WO_3) với tỷ lệ MoO_3/WO_3 là 1/1 theo trọng lượng.

Theo một mục đích khác nữa, sáng chế còn đề cập đến tấm cháy dùng trong pin nhiệt được sản xuất bởi phương pháp theo sáng chế, trong đó tấm cháy này chứa chất khử là bột zircon từ 20 đến 35% trọng lượng, chất oxy hóa là bột molybden trioxit (MoO_3), wolfram trioxit (WO_3) hoặc hỗn hợp của chúng từ 10 đến 30% trọng lượng và chất dẫn điện là bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng từ 40 đến 60% trọng lượng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt

Để sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt, các thành phần chất khử là zircon kim loại, chất oxy hóa là MoO_3 và WO_3 ở dạng bột, chất dẫn điện là kim loại Fe và Ni ở dạng bột mịn, có kích thước hạt trung bình từ 50-100 μm . Các chất được mua từ các nhà cung cấp trên thị trường với độ tinh sạch trên 99%. Tiến hành thử nghiệm với các vật liệu khác nhau như bảng sau:

Thử nghiệm	Chất khử	Chất oxy hóa	Chất dẫn điện	Hàm lượng (g)
TN1	Zr	MoO ₃	Fe	25/20/20
TN2	Zr	MoO ₃	Fe	25/20/55
TN3	Zr	MoO ₃	Fe	25/20/70
TN4	Zr	MoO ₃	Ni	25/20/55
TN5	Zr	WO ₃	Fe	25/20/55
TN6	Zr	WO ₃	Ni	25/20/55
TN7	Zr	MoO ₃ /WO ₃ (tỷ lệ 2:1)	Fe/Ni (tỷ lệ 2:1)	25/20/55
TN8	Zr	MoO ₃ / WO ₃ (tỷ lệ 1:1)	Fe/Ni (tỷ lệ 1:1)	25/20/55
TN9	Zr	MoO ₃ / WO ₃ (tỷ lệ 1:2)	Fe/Ni (tỷ lệ 1:2)	25/20/55

Đối với từng thử nghiệm, tiến hành phối trộn chất oxy hóa và chất dẫn điện, tiếp đó bổ sung 5 ml nước tinh khiết, đảo trộn đều và để ổn định trong 36 giờ. Tiếp đó, chuyển hỗn hợp vào thiết bị nghiền hành tinh và nghiền trong 3 giờ với tốc độ 350 vòng/phút thu hỗn hợp dạng bột.

Trộn đều lượng chất khử (Zr) vào hỗn hợp nêu trên theo từng thử nghiệm đến khi đồng nhất. Tiếp đó, ép trên máy ép thủy lực với áp suất 600 MPa tạo thành các tấm tròn mỏng 0,5mm có đường kính 40 mm. Các tấm này được sấy ở 150°C trong 36 giờ thu được sản phẩm.

Ví dụ 2: Kiểm tra đặc tính vật lý của tấm cháy

Để kiểm tra đặc tính của tấm cháy, tiến hành thử nghiệm kiểm định về mặt kết cấu của các tấm cháy thu được từ Ví dụ 1.

+ Đánh giá hiệu quả của quá trình nghiền

Để đánh giá hiệu quả đối với quá trình nghiền, tiến hành xác định phân bố kích thước hạt của các mẫu vật liệu, bao gồm: mẫu bột sắt ban đầu, mẫu bột sắt sau khi nghiền bi hành tinh, mẫu hỗn hợp Fe và MoO₃ (mẫu TN2) sau khi nghiền với điều kiện không bổ sung nước và mẫu hỗn hợp Fe và MoO₃ (mẫu TN2) sau khi nghiền với điều kiện có bổ sung nước.

Kết quả được thể hiện ở hình 1. Trong đó, hình A là mẫu bột sắt ban đầu, hình B là mẫu bột sắt sau khi nghiền bi hành tinh, hình C là mẫu hỗn hợp Fe và MoO₃ (mẫu

TN2) sau khi nghiền với điều kiện không bổ sung nước và hình D mẫu hỗn hợp Fe và MoO_3 (theo tỷ lệ của TN2) sau khi nghiền với điều kiện có bổ sung nước.

Kết quả trên Hình 1 cho thấy mẫu bột sắt ban đầu có kích thước hạt trung bình khoảng 50 μm (Hình 1A). Khi nghiền khô trong thiết bị nghiền hành tinh trong 3 giờ với tốc độ 350 vòng/phút cho thấy xuất hiện các hạt dạng vảy đẹp, tăng kích thước hạt, kích thước hạt trung bình là 85 μm (Hình 1B), không những vậy, xuất hiện hạt có kích thước lớn, tới 150 μm . Điều này không có lợi do việc tăng kích thước buộc phải giảm tỷ lệ chất dẫn điện có trong hỗn hợp. Khi nghiền hỗn hợp của Fe và MoO_3 (mẫu TN2) trong điều kiện nghiền khô, không bổ sung nước cho thấy kích thước hạt giảm, kích thước hạt trung bình khoảng 23 μm (Hình 1C). Khoảng kích thước hạt có tỷ lệ lớn nhất là từ 25 đến 35 μm . Điều này cho thấy khi nghiền chất dẫn điện đồng thời với chất oxy hóa giúp giảm hiện tượng dát mỏng và tạo dạng vảy. Trong trường hợp nghiền hỗn hợp của Fe và MoO_3 (mẫu TN2) trong điều kiện bổ sung nước cho thấy hiệu quả nghiền vượt trội, cụ thể là kích thước hạt giảm mạnh, xuống trung bình khoảng từ 10 đến 20 μm (Hình 1D), tỷ lệ lớn nhất ở khoảng 15 μm . Điều này chứng tỏ việc nghiền đồng thời chất dẫn điện cùng với chất oxy hóa cho phép giảm được kích thước hạt, giúp tăng tỷ lệ chất dẫn điện có trong vật liệu, từ đó tăng khả năng dẫn điện của pin thành phẩm sau khi được kích hoạt do tăng được mật độ chất dẫn điện.

Ảnh chụp SEM các mẫu bột sắt sau khi nghiền bi hành tinh và mẫu hỗn hợp Fe và MoO_3 (mẫu TN2) sau khi nghiền trong điều kiện có bổ sung nước được thể hiện trên Hình 2. Hình 2A là ảnh SEM của mẫu bột sắt sau khi nghiền bi hành tinh, hình 2B là mẫu hỗn hợp Fe và MoO_3 sau khi nghiền trong điều kiện bổ sung nước. Trên Hình 2A cho thấy các hạt sắt bị biến dạng thành dạng vảy do hạt sắt bị biến dạng, dát mỏng. Hình 2B cho thấy các hạt Fe đã được trộn với MoO_3 , không xuất hiện tình trạng bị dát mỏng mà hạt sắt có xu hướng tạo thành dạng hình cầu, giảm tiết diện bề mặt.

Kết quả đo phổ XRD của hỗn hợp của Fe và MoO_3 (mẫu TN2) trước và sau khi nghiền bằng thiết bị nghiền bi hành tinh được thể hiện trên Hình 3. Giản đồ 3A thể hiện phổ XRD của mẫu hỗn hợp của Fe và MoO_3 (mẫu TN2) trước khi nghiền, xuất hiện các pic đặc trưng của cả Fe và MoO_3 . Tuy nhiên đối với giản đồ 3B là phổ XRD của mẫu hỗn hợp của Fe và MoO_3 (mẫu TN2) trước khi nghiền, thì không xuất hiện những pic đặc trưng của MoO_3 , nhưng vẫn xuất hiện các pic đặc trưng của Fe. Điều này chứng tỏ MoO_3 đã bị biến đổi thành dạng khác có thể là Fe_2MoO_4 hoặc là chuyển về dạng vô định hình của MoO_3 . Điều này cho thấy hiệu quả của quá trình nghiền đến

vật liệu thu được, cho thấy các hạt Fe và MoO_3 được nghiền nhỏ hơn và phân tán vào nhau tốt hơn.

Ví dụ 3. Kiểm tra khả năng dẫn điện và phát nhiệt của tấm cháy

+ Đánh giá về hiệu quả dẫn điện

Để đánh giá khả năng dẫn điện của tấm cháy, các tấm cháy thu được từ mẫu TN1-TN3 và TN8 từ Ví dụ 1 được kiểm tra, đánh giá về hiệu quả dẫn điện. Tiến hành đo điện trở của các tấm cháy này trước và sau khi kích hoạt. Kết quả thử nghiệm được thể hiện trong bảng số liệu sau:

Mẫu	Điện trở trước khi kích hoạt	Điện trở sau kích hoạt
TN1	570÷800 k Ω	300÷450 Ω
TN2	500÷700 k Ω	1÷3 Ω
TN3	32÷44 Ω	10÷16 Ω
TN8	520÷750 k Ω	1,5÷3 Ω

Theo kết quả thử nghiệm cho thấy, với mẫu TN1, tấm cháy không dẫn điện khi chưa kích hoạt do có điện trở lớn, sau khi kích hoạt điện trở đo được khoảng 300÷450 Ω , dẫn điện kém. Nguyên nhân là do lượng chất dẫn thấp, khiến cho sau khi được kích hoạt tấm cháy không thể tạo được khối dẫn điện liền mạch. Đối với mẫu TN3, tấm cháy sau khi kích hoạt có điện trở khoảng 10÷16 Ω , tuy nhiên trước khi kích hoạt điện trở của nó cũng tương đối thấp khoảng 32÷44 Ω . Nguyên nhân của vấn đề này là do lượng chất dẫn lớn, dẫn đến khả năng chong lán, dẫn đến tăng khả năng dẫn điện ngay cả khi chưa kích hoạt. Tuy nhiên, ngay cả khi kích hoạt, điện trở thay đổi không nhiều, điều này có thể do lượng chất khử và chất oxy hóa thấp nên lượng nhiệt sinh không đủ làm nóng chảy chất dẫn, khiến cho bề mặt không liền mạch. Đối với các mẫu TN2 và TN8, tấm cháy trước khi kích hoạt có điện trở cao, không dẫn điện, nhưng sau khi kích hoạt điện trở thấp, chỉ từ 1 đến 3 Ω nên dẫn điện tốt. Do vậy với mẫu TN2 và TN8 cho thấy hiệu quả vượt trội trong khả năng ứng dụng làm tấm cháy dùng trong pin nhiệt để có thể cách điện ở trạng thái ban đầu và dẫn điện tốt khi ở trạng thái sau khi được kích hoạt.

Để minh chứng cho điều này, các tác giả cũng đã tiến hành đo nhiễu xạ tia X của tấm cháy trước và sau khi kích hoạt. Hình 4A là phổ nhiễu xạ tia X của hỗn hợp tấm cháy trước khi được kích hoạt. Từ giản đồ này có thể thấy rõ các pic đặc trưng của Zr

và Fe. Hình 4B là phổ nhiễu xạ tia X của hỗn hợp tấm cháy sau khi được kích hoạt. Trên giản đồ thấy xuất hiện các pic nhiễu xạ của ZrO_2 , điều này chứng minh rằng Zr đã bị oxy hóa; các pic nhiễu xạ của Fe vẫn còn, chứng tỏ Fe không bị biến đổi về mặt hóa học. Điều này lý giải vì sao tấm cháy này sau khi cháy có khả năng dẫn điện tốt.

Để kiểm tra hiệu quả của quá trình kích hoạt, tiến hành chụp ảnh SEM bề mặt mẫu tấm cháy trước và sau khi kích hoạt. Hình 5A là ảnh chụp bề mặt tấm cháy trước khi bị kích hoạt, hình 5B là bề mặt tấm cháy sau khi kích hoạt của mẫu TN2. Hình ảnh trên Hình 5 cho thấy, trước khi kích hoạt, các hạt vật liệu được ép ở dạng hạt đơn lẻ (Hình 5A), nhưng sau khi kích hoạt, các hạt này được nóng chảy và liên mạch với nhau tạo thành khối giúp việc dẫn điện được tốt hơn.

+ Đánh giá về khả năng phát sinh nhiệt

Hệ vật liệu của tấm cháy khi được kích hoạt có thể sinh ra một lượng nhiệt làm nóng chảy chất điện ly đến từ phản ứng giữa chất khử và chất oxy hóa. Nhóm tác giả tiến hành khảo sát tỷ lệ giữa lượng chất khử và chất oxy hóa để đạt được hệ vật liệu có thể sinh lượng nhiệt tối ưu. Các mẫu hỗn hợp của Zr và MoO_3 được chuẩn bị theo các tỷ lệ khác nhau. Mỗi mẫu hỗn hợp sẽ được lấy 0,25 g để thực hiện phép đo nhiệt lượng cháy trên thiết bị PARR 6200EF. Kết quả đo được thống kê trong bảng số liệu sau

Thứ tự	Tỷ lệ Zr/ MoO_3	Nhiệt lượng (J)
1	35/10	519
2	35/15	654,3
3	30/15	702,4
4	30/20	765,8
5	25/20	811,3
6	25/25	778,8
7	20/25	713,7
8	20/30	649,0
9	15/30	486,6

Kết quả ở trên cho thấy tỷ lệ tối ưu nhất giữa Zr và MoO_3 là 25/20. Với tỷ lệ này nhiệt lượng sinh ra là lớn nhất. Khi tăng hàm lượng của Zr (tỷ lệ 35/10) hoặc lượng của MoO_3 (tỷ lệ 15/30) đều cho thấy phản ứng cháy xảy ra không hoàn toàn, lượng nhiệt sinh ra thấp. Kết quả thu được cho thấy tỷ lệ tối ưu giữa Zr và MoO_3 để cho nhiệt lượng tối ưu nằm trong khoảng (20-30)/(15-25) (theo trọng lượng).

Để xác định nhiệt lượng cháy của các mẫu tấm cháy, các mẫu bột vật liệu với các tỷ lệ khác nhau được chuẩn bị theo quy trình đưa ra ở trên. Mỗi mẫu vật liệu sẽ được lấy 0,3 g để thực hiện phép đo nhiệt lượng cháy trên thiết bị PARR 6200EF. Kết quả đo được thống kê trong bảng số liệu sau:

Thử nghiệm	Chất khử	Chất oxy hóa	Chất dẫn điện	Hàm lượng (g)	Nhiệt lượng (J)
TN1	Zr	MoO ₃	Fe	25/20/20	616,5
TN2	Zr	MoO ₃	Fe	25/20/55	454,3
TN3	Zr	MoO ₃	Fe	25/20/70	292,1
TN7	Zr	MoO ₃ /WO ₃ (tỷ lệ 2:1)	Fe/Ni (tỷ lệ 2:1)	25/20/55	431,9
TN8	Zr	MoO ₃ / WO ₃ (tỷ lệ 1:1)	Fe/Ni (tỷ lệ 1:1)	25/20/55	450,3
TN9	Zr	MoO ₃ / WO ₃ (tỷ lệ 1:2)	Fe/Ni (tỷ lệ 1:2)	25/20/55	465,6

Từ kết quả trên cho thấy, cùng một khối lượng như nhau, mẫu TN1 cho nhiệt lượng lớn nhất. Điều này đơn giản là do ở thí nghiệm 1 khối lượng của hỗn hợp chất khử và chất oxy hóa là lớn nhất. Tuy nhiên với TN1 vật liệu thu sau khi kích hoạt dẫn điện rất kém do lượng chất dẫn điện ít. Với TN3 lượng nhiệt sinh ra thấp, đồng thời do lượng chất dẫn điện cao khiến cho tấm cháy dẫn điện được ngay cả khi chưa kích hoạt. Với TN2 lượng nhiệt sinh ra vừa phải, đủ làm nóng chảy chất điện ly, đồng thời không dẫn điện khi chưa được kích hoạt và dẫn điện tốt sau khi được kích hoạt. Với TN7-TN9 thì tỷ lệ tối ưu được xét đến là tỷ lệ ở TN8. Tỷ lệ giữa các thành phần tối ưu nhất được thể hiện ở bảng bên dưới.

Nhóm vật liệu	Thành phần	Tỷ lệ (% trọng lượng)
Chất khử	bột zircon kim loại (Zr)	20-30
Chất oxy hóa	bột molypden trioxit (MoO ₃), wolfram trioxit (WO ₃) hoặc hỗn hợp của chúng	15-25
Chất dẫn điện	bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng	45-65

Ví dụ 4. Ảnh hưởng của môi trường đến độ bền của tấm cháy

Để xác định ảnh hưởng của môi trường đến độ bền của tấm cháy, tiến hành thử nghiệm với vật liệu Fe/KClO₄ (TN11) và tấm cháy mẫu TN2 của Ví dụ 1.

Sau khi sản xuất, các mẫu TN2 và TN11 đều cho thấy hiệu suất phát nhiệt và hiệu suất dẫn điện tốt. Để khảo sát, tiến hành thử nghiệm để tấm cháy mẫu TN2 và

TN11 ngoài môi trường trong 24 giờ và 1 tuần trong điều kiện nóng ẩm, kết quả thể hiện trên Hình 6. Hình 6A là ảnh chụp mẫu TN2 sau khi sản xuất, Hình 6B là mẫu TN2 sau 24 giờ để ngoài môi trường và Hình 6C là mẫu TN2 sau 10 ngày đem để ngoài môi trường. Hình 6D là ảnh chụp mẫu TN11 sau khi sản xuất, Hình 6E là tấm cháy TN11 sau 24 giờ để ngoài môi trường và Hình 6F là mẫu TN11 sau 10 ngày đem để ngoài môi trường

Thực hiện kích hoạt đồng thời mẫu TN2 và TN11 cho thấy. Đối với mẫu TN11, sau khi sản xuất, hiệu quả phát nhiệt tương đương với mẫu TN2, thậm chí còn tốt hơn mẫu TN2, điều này là do trong mẫu TN11, KClO_4 là chất oxy hóa mạnh hơn nên phản ứng oxy hóa khử xảy ra dễ dàng hơn so với mẫu TN2.

Tuy nhiên, sau khi để ngoài môi trường 24h, mẫu TN2 không thay đổi, khi kích hoạt, mẫu TN2 vẫn bắt cháy tốt, kiểm tra độ dẫn của tấm cháy của TN2 sau 24h để ngoài môi trường vẫn dẫn điện tốt.

Ngược lại, đối với mẫu TN11, sau khi để ngoài môi trường, mẫu TN11 đã xuất hiện nhiều điểm bị rỗ (hình 6E). Kích hoạt tấm cháy này, khả năng phát nhiệt của tấm cháy giảm rõ rệt đồng thời khả năng dẫn điện kém. Điều này có thể giải thích, mặc dù KClO_4 là chất oxy hóa mạnh, nhưng khi để ngoài môi trường, khả năng kích hoạt bị giảm dẫn đến hiệu suất giảm, ảnh hưởng đến kết cấu vật liệu thu được. Ngoài ra, cũng có thể do Fe đã bị oxy hóa trong không khí khi có mặt KClO_4 , dẫn đến khả năng bắt cháy kém và độ dẫn điện giảm.

Sau khi để ngoài môi trường 10 ngày đêm, mẫu TN2 vẫn bắt cháy và dẫn điện tốt; đối với mẫu TN11 sau khi để ngoài môi trường 10 ngày đêm, mẫu đã bị gỉ hoàn toàn và không kích hoạt được nữa.

Điều này cho thấy vật liệu thu được có khả năng hoạt động ổn định trong điều kiện môi trường mà không cần phải bọc hoặc bao để tránh bị oxy hóa bề mặt, ảnh hưởng đến hiệu suất hoạt động của vật liệu theo thời gian.

Ví dụ 5: Ứng dụng tấm cháy dùng trong pin nhiệt

Để kiểm tra khả năng kích hoạt của tấm cháy khi ứng dụng tấm cháy vào pin nhiệt, nhóm tác giả tiến hành ghép một hệ pin và tiến hành phóng pin với dòng phóng 20A thông qua một hệ tải điện tử.

Kết quả được thể hiện trên hình 7. Theo đó cho thấy, khi sử dụng làm tấm cháy cho pin nhiệt, thời gian từ khi pin được kích hoạt đến khi pin đạt được điện áp làm

việc chỉ có 1,13 giây. Điều này cho thấy tốc độ cháy nhanh, phát sinh nhiệt tốt và đồng đều, cho phép kích hoạt pin nhiệt với thời gian ngắn. Nhiệt độ làm việc của pin được xác định ở khoảng 500°C. Đồng thời với việc phóng pin với dòng 20A cũng cho thấy tấm cháy cho phép dẫn điện tốt, vật liệu sau khi kích hoạt cho phép chịu được tải dòng điện lớn mà không bị đứt mạch.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Phương pháp theo sáng chế cho phép sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt khắc phục được những hạn chế của tấm cháy hiện tại. Bằng kỹ thuật nghiền bi hành tinh sử dụng một lượng nước tinh khiết để nghiền vật liệu trước khi tạo sản phẩm, phương pháp theo sáng chế vừa giảm được khả năng cháy do ma sát vừa cho phép thu được các hạt chất dẫn điện có hình cầu, kích thước tối ưu, dễ nóng chảy cho phép hoạt hóa nhanh để tạo ra lớp vật liệu dẫn điện ổn định.

Phương pháp theo sáng chế sử dụng trực tiếp vật liệu dẫn là kim loại thay vì sử dụng các oxit kim loại và các chất oxy hóa ít sinh khí sau khi phản ứng với chất khử, do đó cho phép ngăn ngừa được khả năng sinh khí, tăng áp, gây nổ pin trong quá trình hoạt động. Việc sử dụng trực tiếp bột kim loại cho phép tạo các hạt vật liệu nhỏ, vừa có khả năng tăng tỷ lệ phối trộn vật liệu dẫn, vừa dễ tạo ra lớp vật liệu dẫn điện bền hơn, giúp pin hoạt động ổn định, ngăn được tình trạng quá dòng, đứt mạch do tải lớn hoặc phải sử dụng dây dẫn bổ sung. Quá trình sản xuất đơn giản, dễ thực hiện với các thiết bị thông dụng.

Vật liệu để sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt theo sáng chế có tỷ lệ chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện tối ưu, cho phép tối ưu hiệu suất phát nhiệt cũng như khả năng thu được lớp vật liệu dẫn có khả năng chịu được tải dòng điện lớn (lên tới 20A).

Tấm cháy thu được từ quy trình theo sáng chế dễ bảo quản, không bị tác động bởi môi trường, có khả năng duy trì được hiệu suất trong khoảng thời gian dài. Tấm cháy cho phép phát nhiệt với hiệu suất tối ưu, không dẫn điện ở trạng thái chưa hoạt hóa và có khả năng dẫn điện với tải lớn sau khi hoạt hóa. Tấm cháy thích hợp ứng dụng trong pin nhiệt.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất tấm cháy dùng trong pin nhiệt, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

a) chuẩn bị vật liệu bao gồm chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện theo bảng sau:

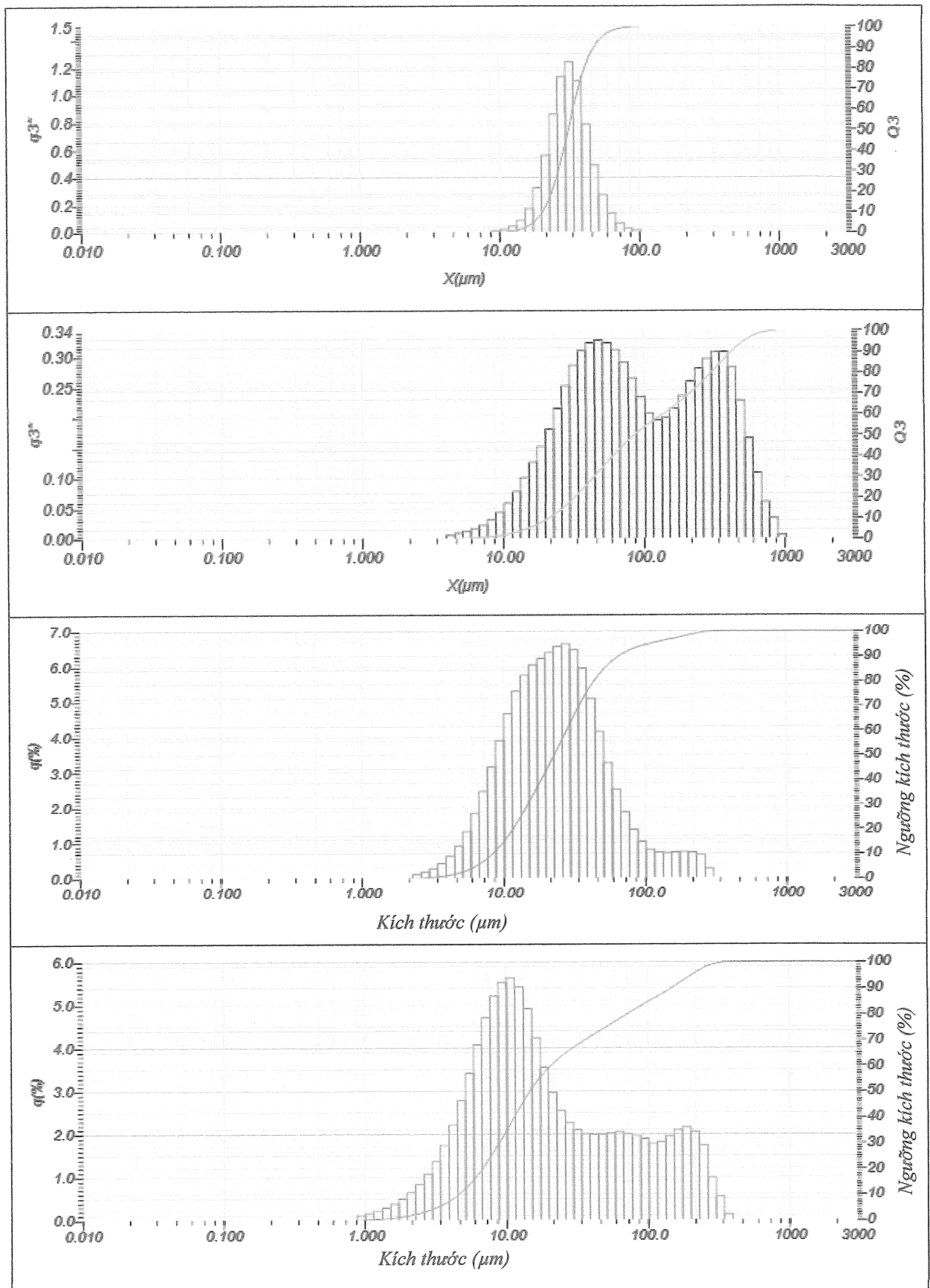
Nhóm vật liệu	Thành phần	Tỷ lệ (% trọng lượng)
Chất khử	bột zirconi kim loại (Zr)	20-30
Chất oxy hóa	bột molypden trioxit (MoO_3), wolfram trioxit (WO_3) hoặc hỗn hợp của chúng	15-25
Chất dẫn điện	bột sắt kim loại (Fe), niken kim loại (Ni) hoặc hỗn hợp của chúng	45-65

trong đó chất khử, chất oxy hóa và chất dẫn điện này ở dạng bột có kích thước hạt nằm trong khoảng từ 10-100 μm , vật liệu là chất oxy hóa được nung ở 750°C trong 10 giờ;

b) tạo hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện bằng cách phối trộn chất oxy hóa và chất dẫn điện, tiếp đó bổ sung một lượng nước tinh khiết theo tỷ lệ từ 1/5 đến 1/15 trọng lượng hỗn hợp rồi trộn đều rồi để ổn định trong khoảng thời gian từ 24 đến 48 giờ, tiếp đó nghiền hỗn hợp này bằng thiết bị nghiền bi hành tinh trong khoảng từ 2 đến 4 giờ với tốc độ 350 vòng/phút thu được hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện dạng bột ẩm; và

c) thu tấm cháy bằng cách trộn đều hỗn hợp chất oxy hóa và chất dẫn điện thu được ở trên với chất khử là bột zirconi kim loại (Zr), sau đó hỗn hợp này được ép tạo hình trên máy ép thủy lực với áp suất nằm trong khoảng 350 MPa đến 750 MPa rồi sấy khô ở nhiệt độ khoảng 150°C trong khoảng từ 24 đến 48 giờ, thu được sản phẩm là tấm cháy dùng trong pin nhiệt.

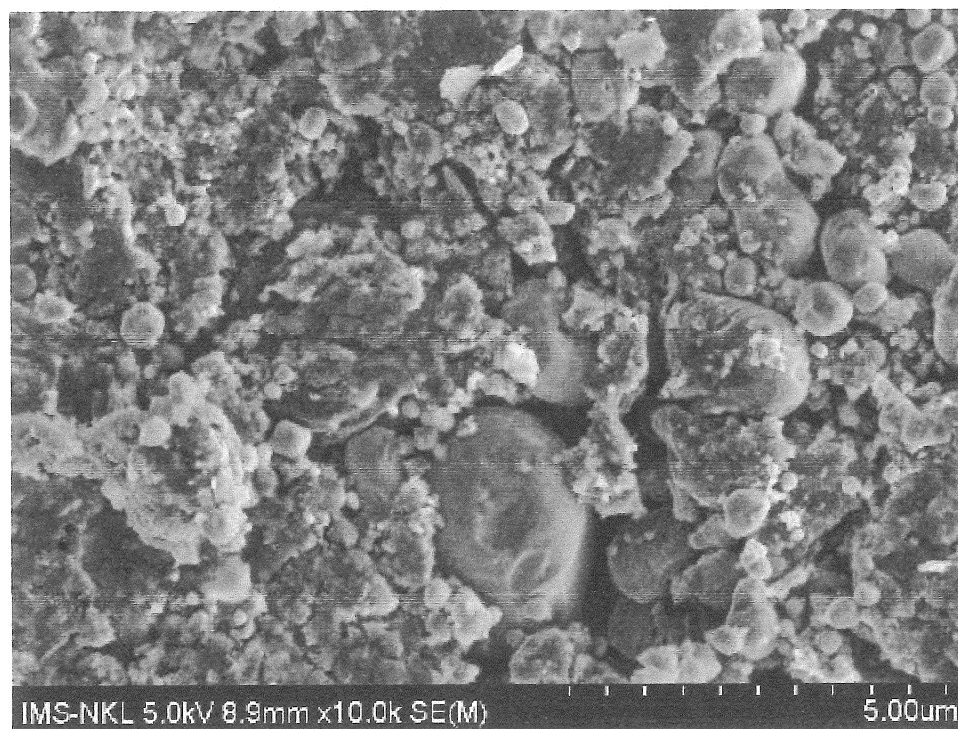
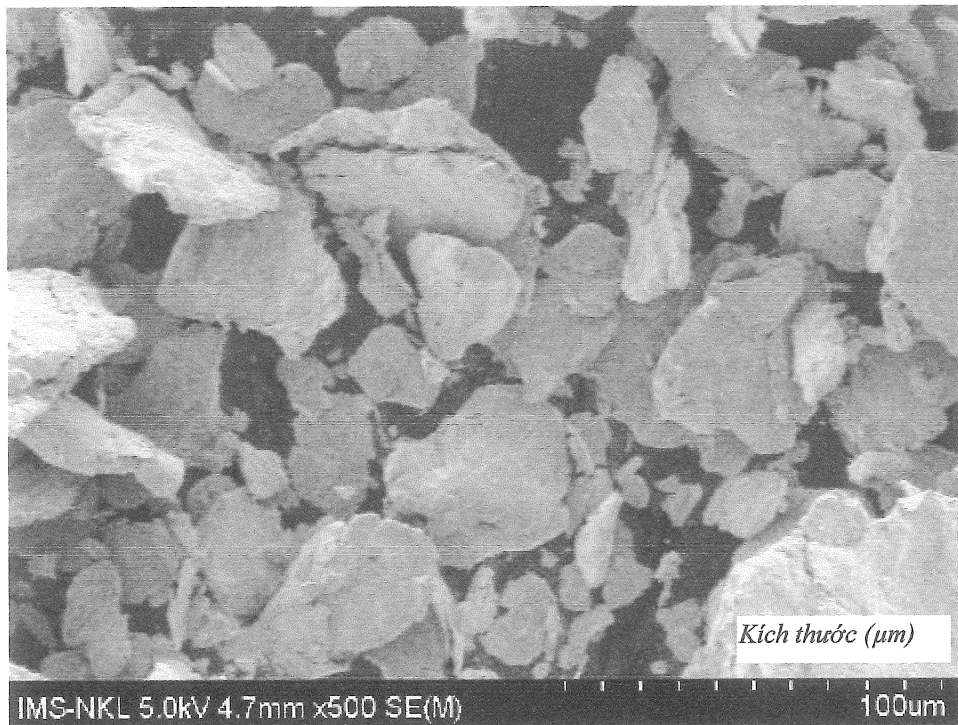
HÌNH 1



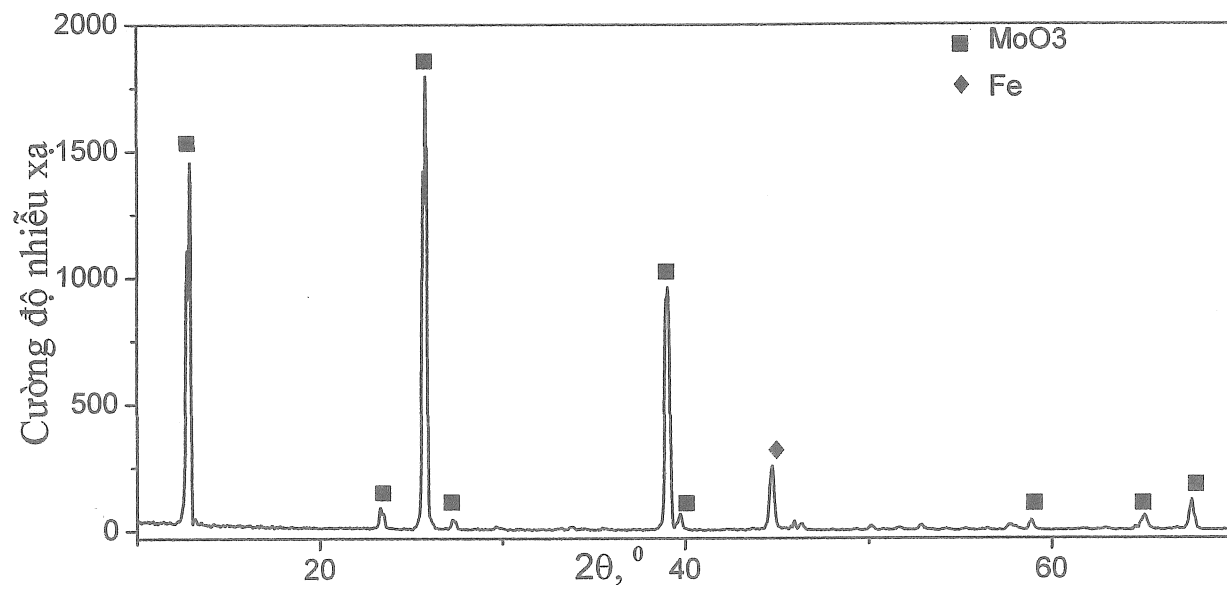
42085

2/6

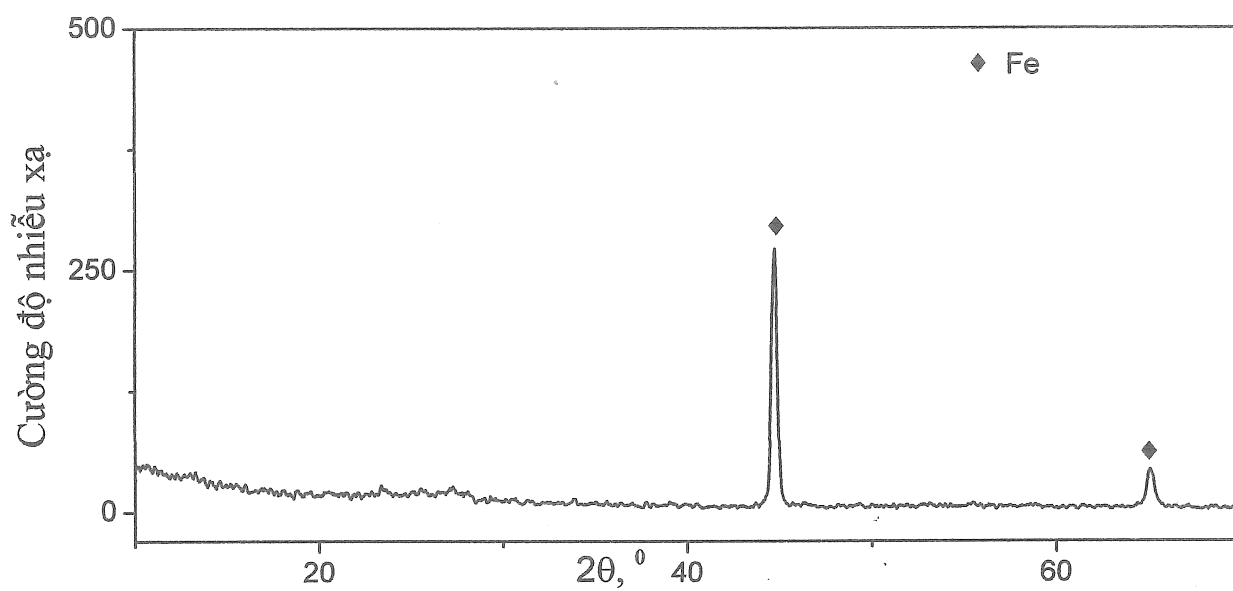
HÌNH 2



HÌNH 3

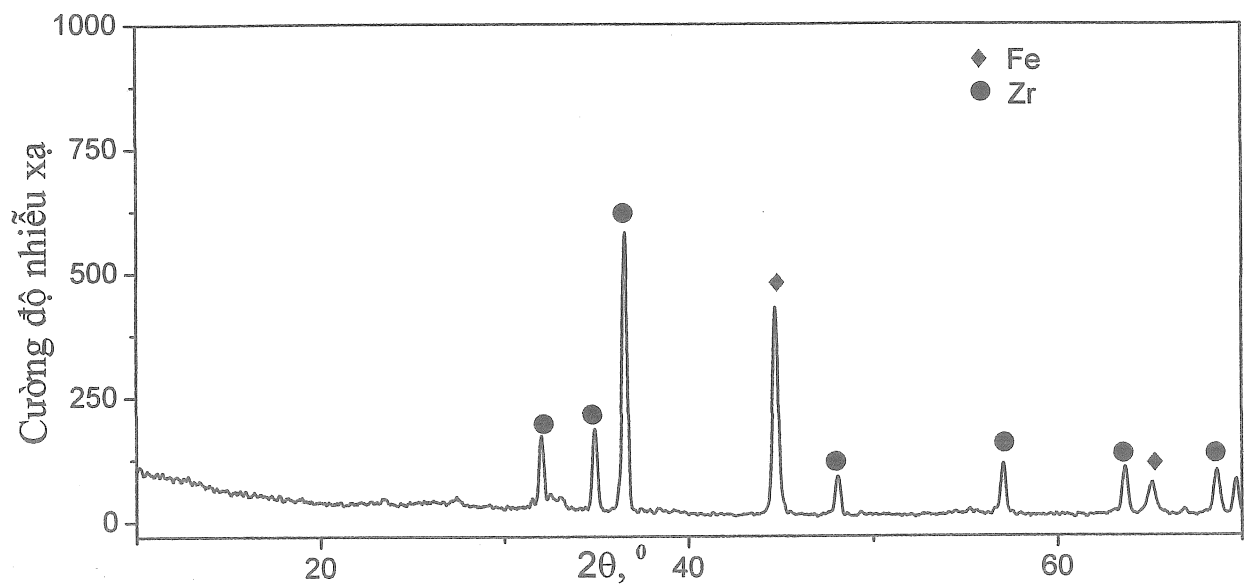


A

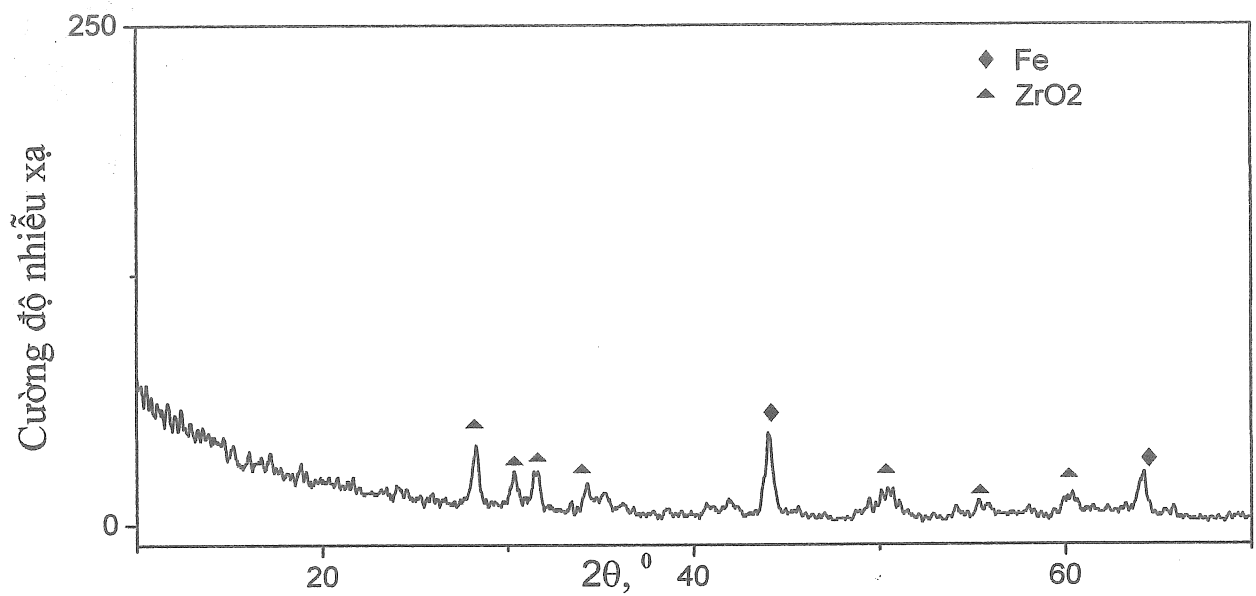


B

HÌNH 4

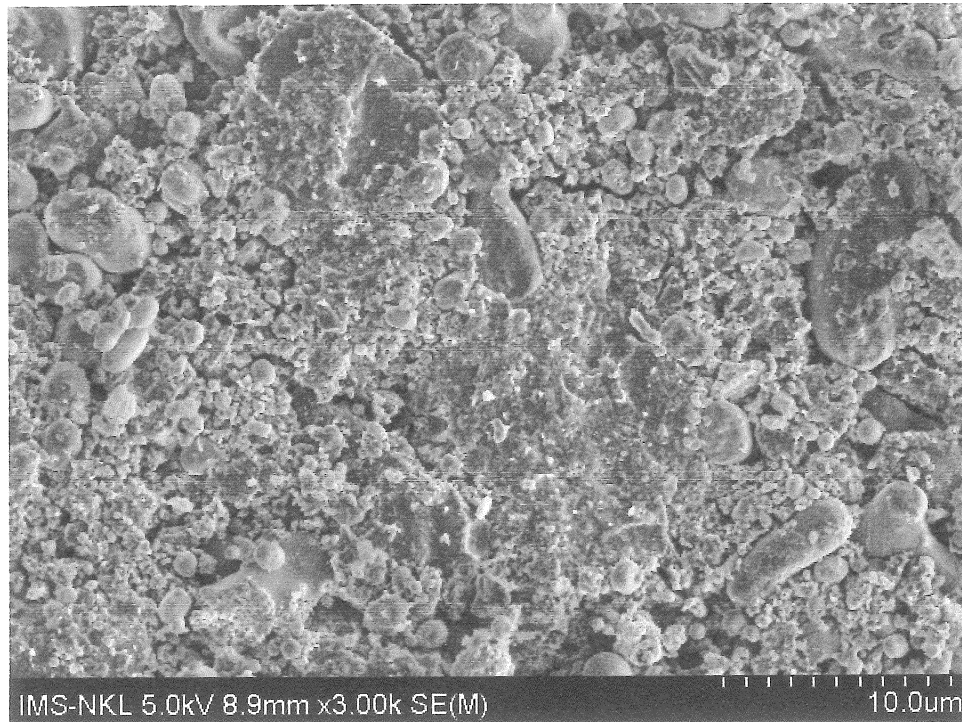


A

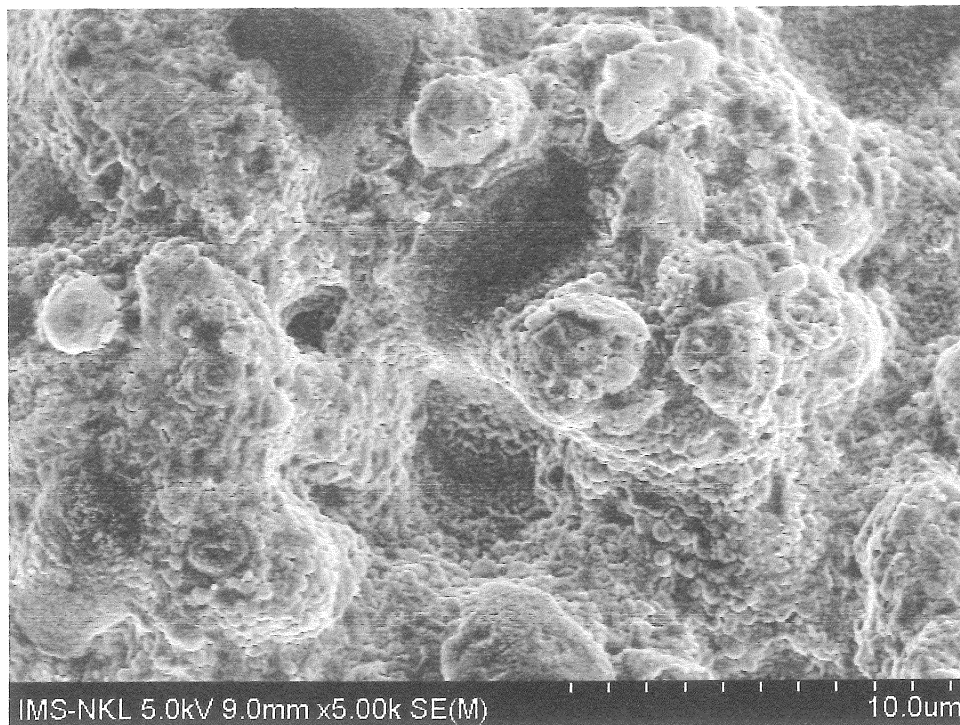


B

HÌNH 5

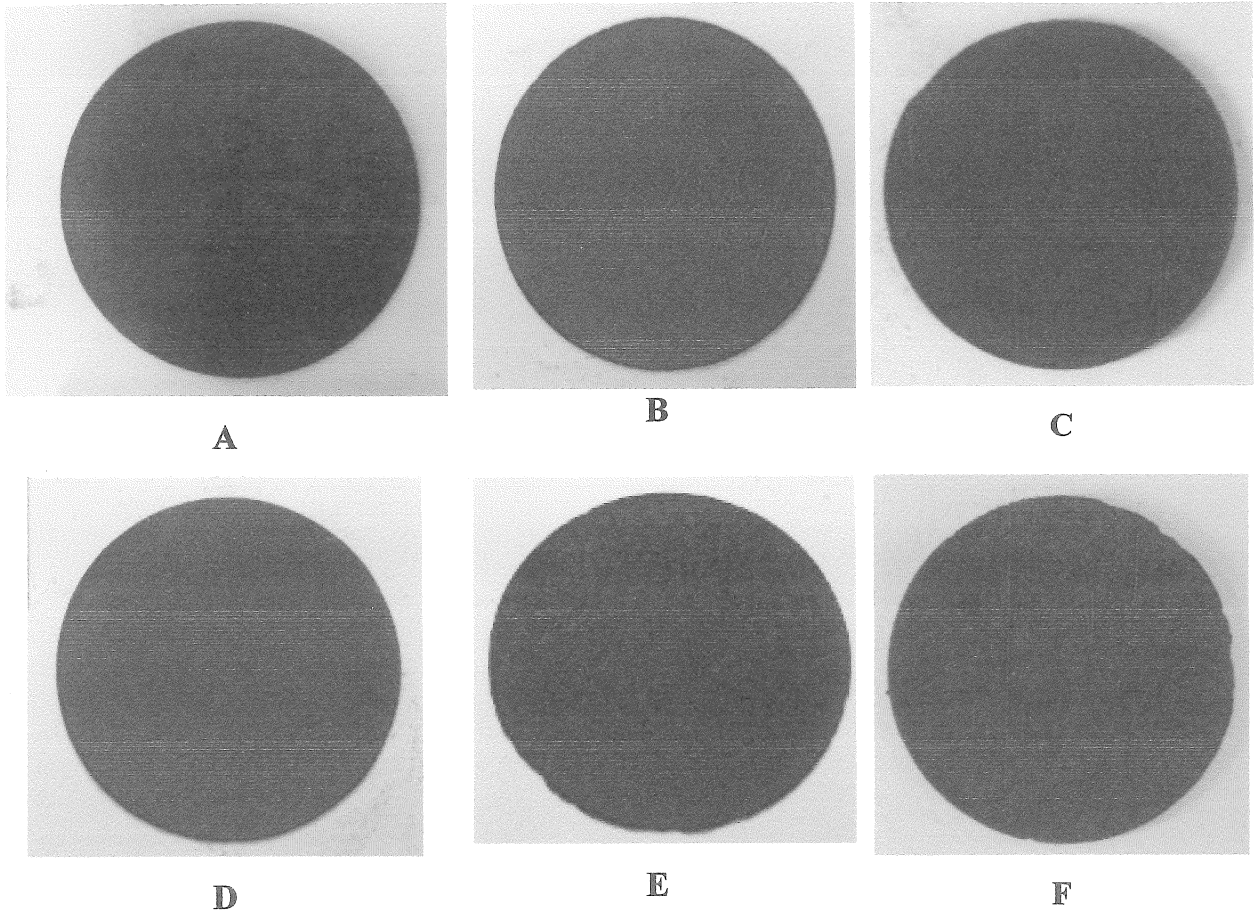


A



B

HÌNH 6



HÌNH 7

