Российская Академия Наук

Труды
Кольского научного центра РАН

1/2018(9)
Часть 2

ХИМИЯ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ
выпуск 2

Апатиты
2018

Российская Академия Наук

1/2018 (9)
издается с декабря 2010 г.

DOI: 10.25702/KSC.2307-5252
УДК 54
ISSN 2307-5252

Труды Кольского научного центра

ХИМИЯ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

выпуск 2

III Всероссийская научная конференция с международным участием, посвященная 60-летию ИХТРЭМС ФИЦ КНЦ РАН

«ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКИ В ОБЛАСТИ ХИМИИ И ТЕХНОЛОГИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ»

Часть 2

Научное издание

Технический редактор: В. Ю. Жиганов
Редактор Е. Н. Еремеева

Подписано к печати 27.02.2018. Формат бумаги 60×84 1/8.
Усл. печ. л. 106.72. Заказ № 7. Тираж 500 экз.
Издательство ФГБУН ФИЦ КНЦ РАН
184209, г. Апатиты, Мурманская область, ул. Ферсмана, 14
www.naukaprint.ru

184209, Мурманская область, г. Апатиты, ул. Ферсмана, 14,
ФИЦ Кольский научный центр РАН
Тел.: (81555) 79393, 79380, факс: (81555) 76425
E-mail: admin@admksc.apatity.ru, http://www.kolasc.net.ru

Согласно рисунку 1 для состава SiC —3 % B величина кажущейся плотности увеличивается во всём исследуемом временном интервале от 6 до 25 мин выдержки и достигает значения 3,01 г/см^3. Для материалов состава SiC — 5 % B величина кажущейся плотности увеличивается с 6 до 15 мин выдержки и выходит на постоянное значение (3,12 г/см^3). Для материалов составов SiC — 7 % B, SiC — 10 % B время выдержки в интервале от 6 до 25 мин не приводит к изменению кажущейся плотности (3,08 г/см^3 для состава SiC — 7 % B и 3,03 г/см^3 для состава SiC — 10 % B).

Из данных по открытой пористости (рис. 2) следует, что для материалов составов SiC — 7 % B и SiC — 10 % B, полученных из прекурсоров шихты SiC–B, во всём временном интервале выдержки при температуре обжига 1850 °C удаётся достичь нулевой открытой пористости. Для материалов состава SiC — 5 % B нулевой открытой пористости достигается при 10 мин выдержки. Для состава SiC —3 % B при 25 мин выдержки открытая пористость составляет ~ 0,5 %.

Величина прочности при изгибе для состава SiC — 3 % B монотонно увеличивается и достигает ~ 220 МПа, что связано с уменьшением открытой пористости и уплотнением материала. Величина прочности при изгибе для состава SiC — 5 % B увеличивается до 15 мин выдержки и выходит на постоянное значение, что связано с достижением при 10 мин выдержки нулевой открытой пористости и выходом на плато значения кажущейся плотности при 15 мин выдержки. При 10 мин выдержки значения прочности при изгибе для составов SiC — 7 % B и SiC — 10 % B выходят на постоянное значение и составляют ~ 400 МПа и ~ 280 МПа соответственно. Стоит заметить, что для составов SiC — 7 % B и SiC — 10 % B увеличение времени выдержки не приводит к уменьшению прочности получаемых материалов, что может косвенно свидетельствовать о перспективности данных материалов для работы в области высоких температур длительный срок.

В исследуемом интервале концентраций бора (от 3 до 10 мас. %) материал с нулевой открытой пористостью удалось получить при содержании бора 7 и 10 мас. % во всём исследуемом интервале времени выдержки (от 6 до 25 мин), а для состава, содержащего в прекурсоре 5 мас. % бора, — при 10 мин выдержки. Плотность материалов, содержащих добавку бора в количестве 7 и 10 мас. %, после 10 мин выдержки при температуре обжига 1850 °C сохраняла постоянное значение (3,08 и 3,03 г/см^{3}соответственно). Наибольшей прочностью обладал материал, полученный из прекурсора, содержащего 7 мас. % бора, и составила ~ 400 Мпа.

Литература

1. Керамика для машиностроения / А. П. Гаршин и др. М. :Научтехлитиздат, 2003. 380 с., ил.
2. Stobierski L., Gubernat A. Sintering of silicon carbide II. Effect of boron // Ceramics International. 2003. No. 29. P. 355–361.
3. Карбид кремния: технология, свойства, применение / О. А. Агеев и др.; под общ. ред. член-корр. НАНУ, д. ф.-м. н., проф. А. Е. Беляева и д. т. н., проф. Р. В. Конаковой. Харьков: ИСМА, 2010. 532 с.
4. Biswas K. Solid state sintering of SiC–ceramics // Materials Science Forum. 2009. Vol. 624. P. 71–89.

Сведенья об авторах

Феоктистов Алексей Владимирович
аспирант, Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, Россия
alvlfeoktistov@gmail.com
Попова Нелля Александровна
старший преподаватель, Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, России
popova@muctr.ru

FeoktistovAlekseyVladimirovich
Graduate Student, D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia
alvlfeoktistov@gmail.com
PopovaNellyaAleksandrovna
Senior Lecturer, D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia
popova@muctr.ru

DOI: 10.25702/KSC.2307-5252.2018.9.1.774-779
УДК 666.266.6

ИССЛЕДОВАНИЕ ОБРАЗОВАНИЯ «КОЛЛОИДНОГО КОМПОНЕНТА» В ПРОЦЕССЕ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ШЛИКЕРА НА ОСНОВЕ КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА

Д. В. Харитонов[1,2], А. А. Анашкина[1,2], М. С. Моторнова[1,2], Н. А. Макаров[1]

[1] Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, Россия
[2] АО «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А. Г. Ромашина», г. Обнинск, Россия

Аннотация

Рассматривается образование высокодисперсных частиц SiO_2 («коллоидного компонента») в процессе приготовления шликера на основе кварцевого стекла. Выбран и опробован способ выделения «коллоидного компонента» из шликера на основе кварцевого стекла. Проведен анализ распределения частиц по размерам в «коллоидном компоненте», определена его микроструктура. Проведен анализ количественного содержания «коллоидного компонента» в различных партиях шликера на основе кварцевого стекла. Выдвинуто предположение о влиянии высокодисперсных частиц SiO_2 на процесс спекания керамического материала.

Ключевые слова:

кварцевая керамика, коллоидный компонент, диоксид кремния, шликер, спекание.

RESEARCH OF "COLLOIDAL COMPONENT" FORMATION IN THE COURSE OF QUARTZ GLASS SLIP PREPARATION

D. V. Kharitonov[1,2], A. A. Anashkina[1,2], M. S. Motornova[1,2], N. A. Makarov[1]

[1] D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia
[2] Obninsk Research and Production Enterprise “Technologiya” Named after A. G. Romashin, Obninsk, Russia

Abstract

The article deals with formation of high-disperse particles of SiO_2 ("colloidal component") in the course of quartz glass slip preparation. The way of "colloidal component" separation from quartz glass slip has been chosen and tested. The analysis of particles distribution in "colloidal component" by the size was carried out, its microstructure was defined. The analysis of quantitative maintenance of "colloidal component" in various sets of quartz glass slip was carried out. The assumption of high-disperse particles of SiO_2 influence on the process of ceramic material sintering was made.

Keywords:

quartz ceramics, colloidal component, silicon dioxide, slip, sintering.

Кварцевая керамика находит широкое применение в различных областях науки и техники, в частности, в оборонной промышленности для производства радиопрозрачных головных обтекателей для ракет [1].Одним из наиболее ответственных и длительных процессов при их изготовлении является обжиг керамических заготовок, на этапе которого происходит образование спекшегося каркаса из отдельных частиц тонкоизмельченного кварцевого стекла, и материал приобретает свои окончательные физико-механические свойства.

Изучению процесса спекания кварцевой керамики уделялось, и в настоящее время уделяется, достаточно много внимания, что обусловлено необходимостью определения оптимального режима обжига изделий. Основной задачей при выборе режима обжига заготовок является получение после спекания изделия с определенными физико-механическими свойствами и значениями средней плотности (ρ).

Существующая на данный момент методика выбора режима обжига заготовок из кварцевой керамики является неэффективной и основана на эмпирическом опыте, полученном при анализе параметров предыдущего обжига и свойств изделий, получаемых в данной конкретной печи. При этом дополнительно следует учитывать параметры шликера (pH, плотность $\rho_{(\text{шл.})}$, дисперсность, которая определяется по содержанию частиц размером более 63 мкм Q), из которого отформованы оболочки. Однако было выявлено, что ни один из этих отдельно взятых факторов не влияет на конечное значение плотности материала оболочек (рис. 1).

Как следует из рис. 1, значения плотности оболочек из кварцевой керамики после обжига не зависят ни от одного из представленных параметров.

В связи с этим возникло предположение, что на процесс спекания кварцевой керамики может оказывать влияние содержание в шликере мельчайщих частиц SiO_2 («коллоидного компонента»), являющихся активаторами спекания керамического материала [2].

Таким образом, актуальным является исследование образования в шликере на основе кварцевого стекла «коллоидного компонента». В первую очередь необходимо решить следующие задачи: выделить «коллоидный компонент» из шликера, оценить его дисперсный состав и структуру, разработать методику определения количественного содержания SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла.

Полученные данные служат основой для анализа различных партий шликера, набора статистики и разработки новой методики выбора режима обжига оболочек из кварцевой керамики на основе анализа взаимосвязи содержания высокодисперсного SiO_2 в шликере и плотности обожженных заготовок.

Установлено, что для отделения высокодисперсных частиц SiO_2 от остальной части твердой фазы в шликере на основе кварцевого стекла целесообразно использовать метод центрифугирования. В результате проведенного анализа распределения частиц по размерам в полученном золе (верхней жидкой фазе) после центрифугирования (рис. 2, табл. 1) выявлено, что максимальный размер частиц SiO_2 составляет 339 нм, что согласуется с описанием «коллоидного компонента», представленным в литературных источниках [3].

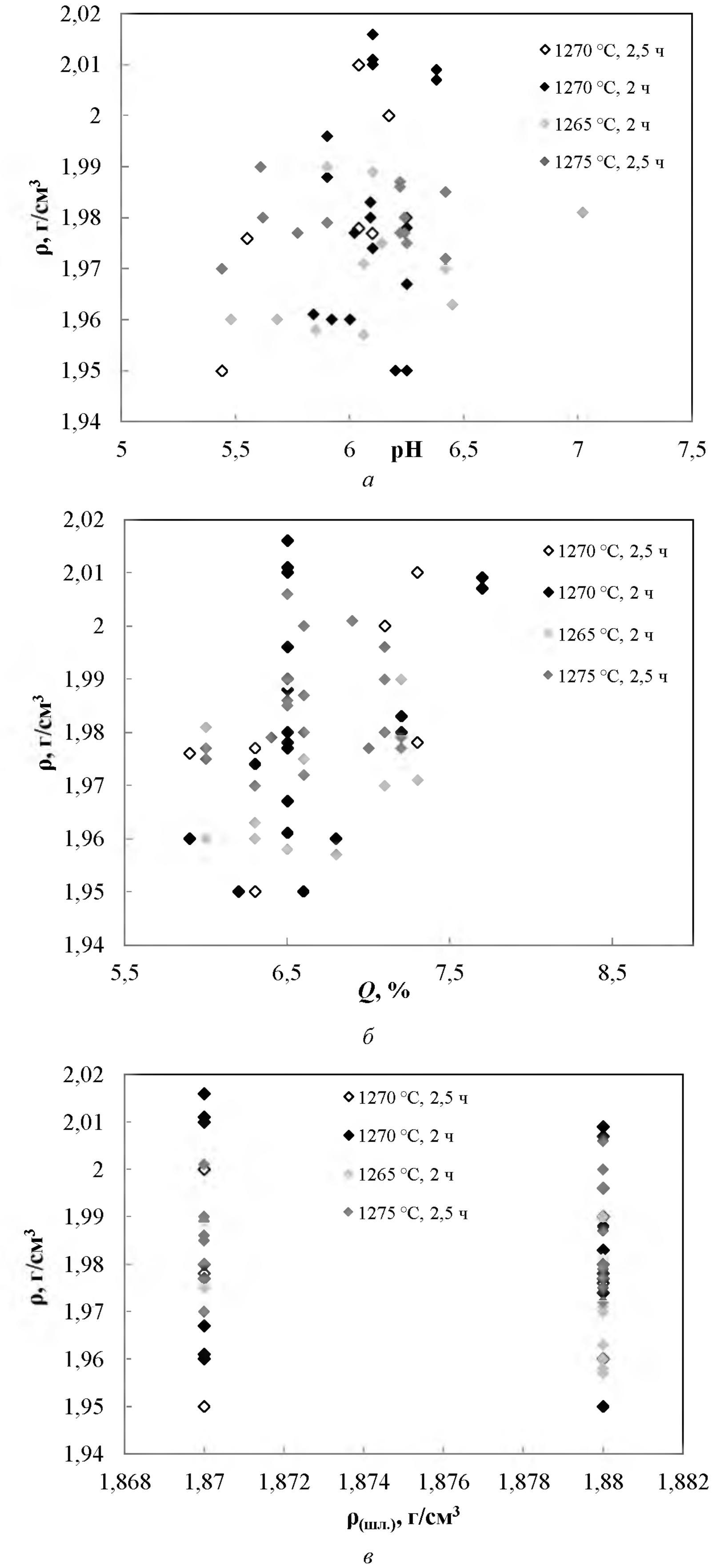

Рис. 1. Зависимость плотности оболочек из кварцевой керамики после обжига:
а — от pH шликера; *б* — от дисперсности шликера; *в* — плотности шликера

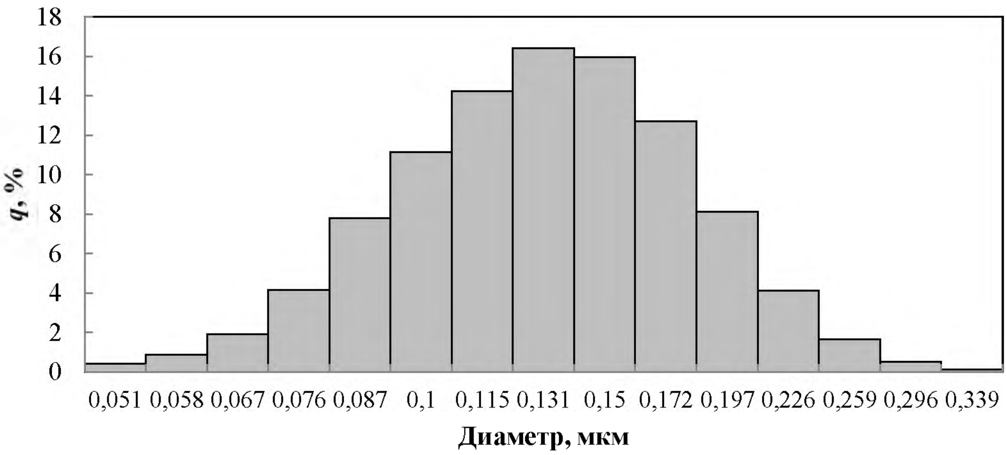

Рис. 2. Результаты анализа размера частиц в жидкой фазе (золе) после центрифугирования шликера на основе кварцевого стекла

Таблица 1

Данные по распределению частиц SiO_2 по размерам в золе после центрифугирования

№	Диаметр, мкм	*q*, %	№	Диаметр, мкм	*q*, %
1	0,051	0,395	9	0,150	15,941
2	0,058	0,852	10	0,172	12,696
3	0,067	1,916	11	0,197	8,111
4	0,076	4,163	12	0,226	4,100
5	0,087	7,792	13	0,259	1,628
6	0,100	11,135	14	0,296	0,506
7	0,115	14,238	15	0,339	0,122
8	0,131	16,404	–	–	–

Определена микроструктура «коллоидного компонента», выделенного из шликера на основе кварцевого стекла. Показано, что микроструктура равномерная, состоит из частиц неопределенной морфологии размером ~ 90–300 нм (рис. 3), что также согласуется с литературными данными [3].

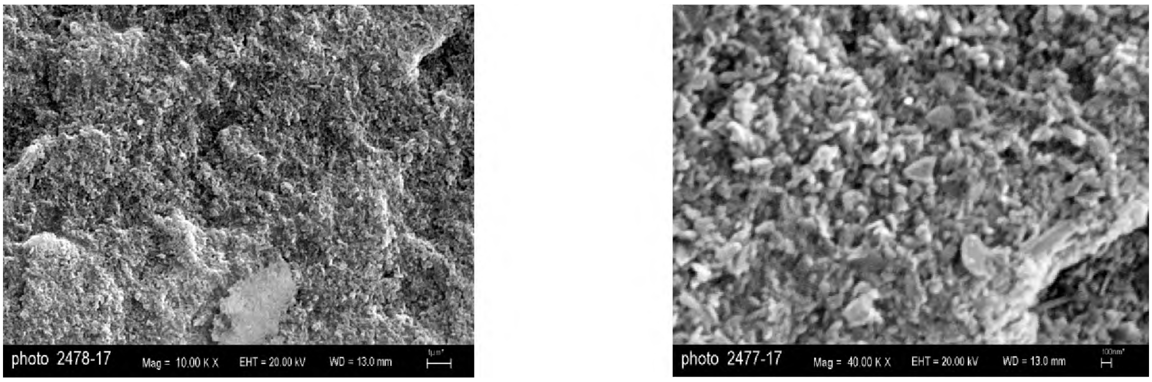

Рис. 3. Микроструктура «коллоидного компонента», выделенного из шликера на основе кварцевого стекла

Опробованы два метода количественного определения SiO_2 в золе после центрифугирования: титриметрический и метод высушивания до постоянной массы. Содержание SiO_2 в трех различных партиях золя составило 12,5, 10,2, 16,0 % соответственно.

Показано, что количественное содержание SiO_2 в отдельных партиях золя различается между собой на несколько процентов. Это позволяет предположить, что различия в спекании керамического материала могут быть обусловлены данными отличиями в содержании высокодисперсных частиц SiO_2.

По результатам предварительного анализа зависимости ρ двух оболочек из кварцевой керамики, обожженных по одному и тому же режиму, от содержания в золе «коллоидного компонента» (*w*), выявлено, что чем выше в нем содержание частиц SiO_2, тем выше плотность и, следовательно, лучше спекание материала.

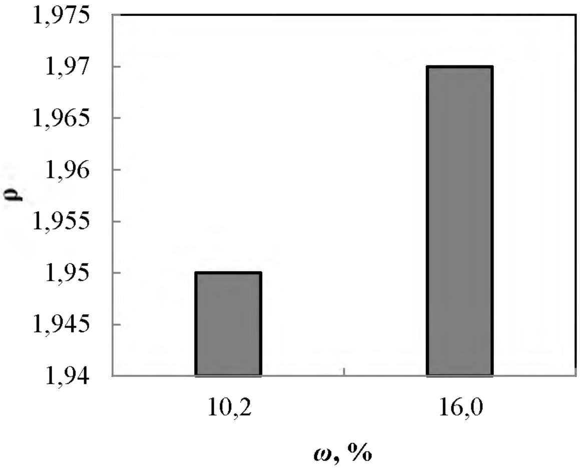

Рис. 4. Зависимость кажущейся плотности оболочек из кварцевой керамики после обжига (1270 °С, 2 ч) от содержания в золе высокодисперсных частиц SiO_2

Начата и продолжается работа по набору статистики на предмет содержания высокодисперсных частиц SiO_2 в различных партиях шликера на основе кварцевого стекла. Концентрация SiO_2 в золе ($C_{кк}^{пр}$) определена параллельно двумя методами: титриметрическим и методом высушивания до постоянной массы (табл. 2). Полученная концентрация пересчитана на весь объем шликера (приведенная концентрация, $C_{кк}^{пр}$,%) по следующей формуле:

$$C_{кк}^{пр} = \frac{C_{кк} C_w}{C_v \rho_s} \cdot 100, \qquad (1)$$

где $C_{кк}^{пр}$ — концентрация «коллоидного компонента» в единице объема дисперсионной среды, г/л; C_w, C_v — объемная доля дисперсионной среды и твердой фазы; ρ_s — истинная плотность твердой фазы, г/см^3.

Таблица 2

Данные по определению концентрации высокодисперсного SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла

№ партии шликера	Концентрация «коллоидного компонента» $C_{кк}^{пр*}$, г/л			Приведенная концентрация «коллоидного компонента» $C_{кк}^{пр**}$, %		
	$C_{кк1}^{пр}$, г/л (титр.)	$C_{кк2}^{пр}$, г/л (сушка)	$C_{кк1,\ ср.}^{пр}$, г/л	$C_{кк1}^{пр}$, % (титр.)	$C_{кк2}^{пр}$, % (сушка)	$C_{кк1,\ ср.}^{пр}$, %
1	114	123	119	0,23	0,25	0,24
2	108	133	120	0,13	0,16	0,14
3	90	81	86	0,12	0,11	0,11
4	111	106	108	0,14	0,14	0,14
5	86	71	78	0,10	0,08	0,09

* Концентрация «коллоидного компонента» в дисперсионной среде (в золе).

** Приведенная концентрация «коллоидного компонента» в шликере.

Таким образом, авторами выдвинуто предположение о том, что наличие в шликере на основе кварцевого стекла «коллоидного компонента» может являться определяющим фактором, оказывающим влияние на спекание кварцевой керамики. Исследованы структура и дисперсный состав «коллоидного компонента», отработана методика определения количественного содержания высокодисперсных частиц SiO_2 в шликере. Работа в данном направлении будет продолжена, и по результатам дальнейших исследований будут сделаны выводы о влиянии высокодисперсного кремнезема на спекание керамического материала при производстве изделий из кварцевой керамики радиотехнического назначения.

Литература

1. Пивинский Ю. Е., Суздальцев Е. И. Кварцевая керамика и огнеупоры. Т. 1: Теоретические основы и технологические процессы / под ред. Ю. Е. Пивинского. М.: Теплоэнергетик, 2008. 672 с.
2. Активирование спекания оксидной керамики добавками нанодисперсных порошков / С. В. Матренин и др. // Известия Томского политехнического университета. 2010. Т. 317, № 3. С. 24–28.
3. .Пивинский Ю. Е. Керамические вяжущие и керамобетоны. М.: Металлургия, 1990. 274 с.

Сведения об авторах

Харитонов Дмитрий Викторович
доктор технических наук, Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, Россия; АО «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А. Г. Ромашина», г. Обнинск, Россия
info@technologiya.ru
Анашкина Антонина Александровна
кандидат технических наук, Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, Россия; АО «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А. Г. Ромашина», г. Обнинск, Россия
info@technologiya.ru
Моторнова Мария Сергеевна
Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, Россия; АО «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А. Г. Ромашина», г. Обнинск, Россия
motornovamariya@gmail.com
Макаров Николай Александрович
доктор технических наук, Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, Россия
nikmak-ivmt@mail.ru

Kharitonov Dmitrii Viktorovich
Dr. Sc. (Engineering), D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia; Obninsk Research and Production Enterprise "Technologiya" Named after A. G. Romashin, Obninsk, Russia
info@technologiya.ru
Anashkina Antonina Aleksandrovna
PhD (Engineering), D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia; Obninsk Research and Production Enterprise "Technologiya" Named after A. G. Romashin, Obninsk, Russia
info@technologiya.ru
Motornova Mariya Sergeevna
D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia; Obninsk Research and Production Enterprise "Technologiya" Named after A. G. Romashin, Obninsk, Russia
motornovamariya@gmail.com
Makarov Nikolai Aleksandrovich
Dr. Sc. (Engineering), D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia
nikmak-ivmt@mail.ru

DOI: 10.25702/KSC.2307-5252.2018.9.1.779-782
УДК 666.3.015.4

СВЕРХТВЕРДЫЕ КОМПОЗИТЫ. ЗАВИСИМОСТЬ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОТ ВЫБРАННОГО ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА

О. О. Царевская[1], М. А. Вартанян[1], А. А. Анохин[2]

[1] Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, г. Москва, Россия
[2] ЗАО «Микробор Нанотех», г. Москва, Россия

Аннотация

Режущие инструменты на основе сверхтвердых материалов широко применяются в строительной индустрии, например, при строительстве различных зданий, промышленных объектов, метрополитенов, а также при демонтаже сооружений. Реализация новых высокоэффективных технологий, обеспечивающих стремительное развитие техносферы XXI в., подразумевает, в частности, существенное увеличение нагрузки на инструмент. Соответственно, инструментальный материал должен обладать высокой износостойкостью, сочетать высокую прочность и твердость, обладать термостабильностью в широком интервале температур.

Ключевые слова:

сверхтвердый композит, кубический нитрид бора, металлические связки для абразивных материалов, алмазный композит.

SUPERHARD COMPOSITES. DEPENDENCE OF PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES ON SELECTED CHEMICAL COMPOSITION

O. O. Tsarevskaya[1], M. A. Vartanyan[1], A. A. Anokhin[2]

[1] D. I. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia
[2] Microbor Nanotech JSC, Moscow, Russia