

**Синтез керамических пигментов с использованием кварца**

Студент гр. 9 Белякович И.В.

Научный руководитель – Пищ И.В.

Белорусский государственный технологический университет  
г. Минск

Цель работы – синтезировать и исследовать керамические пигменты разной цветовой палитры с использованием кварцевого песка и оксидов переходных металлов CoO, NiO.

В качестве минерализатора использовали борную кислоту H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>.

Смесь исходных компонентов тщательно измельчали, перемешивали и обжигали при температуре 1000 – 1100 – 1200°C с выдержкой 2 ч при максимальной температуре.

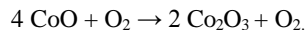
В зависимости от температуры обжига и исходного состава пигментов изменялся цвет спеков от светлых до насыщенных тонов.

В результате качественного исследования дифрактограмм установлено, что с повышением температуры синтеза увеличивается содержание основных кристаллических фаз Co<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> и Ni<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>. Наряду с этими цветонесущими фазами в пигментах присутствуют α-кварц и кристобаллит, а также частично остатки красящих оксидов.

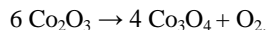
При синтезе пигментов с использованием кварца установлено, что окрашивающая фаза представлена ортосиликатами переходных металлов. В частности, при введении оксида кобальта в присутствии В<sub>2</sub>O<sub>3</sub> обнаружены кварц, кристобаллит, Co<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>. Пигмент характеризуется высокими хромофорными свойствами: светлота – 26,3%, насыщенность – 10%, доминирующая длина волны – 554 нм.

С целью определения механизма формирования кобальтосодержащих силикатных пигментов изучено изменение их фазового состава в процессе термообработки. При температуре 800°C на рентгенограмме зафиксировано наличие Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> с кристаллической решеткой типа шпинели Co<sup>2+</sup>[Co<sup>3+</sup>]<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

По первой стадии протекает реакция:



По второй стадии:



В интервале температур 1000 – 1100°C формируется Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ромбической структуры с последующим разложением Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> → 3 CoO + 0,5 O<sub>2</sub> с уменьшением взаимодействия с силикатной основой: CoO + SiO<sub>2</sub> → Co<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> – цветонесущая фаза.

На цветовые характеристики оказывают влияние минерализаторы, в частности В<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Роль ионов бора сводится к компенсации в кристаллической решетке электростатического заряда и обеспечению устойчивости структуры пигмента, а также увеличению количества силикатного расплава.

С другими красящими оксидами образуются пигменты, содержащие остатки оксидов и ортосиликаты, например, NiO и Ni<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>. Можно вместо кремнезема использовать аморфный кремнегель – отход химического производства.

Таким образом, использование силикатных природных минералов может служить основой для синтеза керамических пигментов широкой палитры с использованием местного сырья и промышленных отходов при сравнительно низкой температуре.

**Получение технической муллитокордиеритовой керамики с повышенными термомеханическими характеристиками**

Студентка гр. 9 Примачук Ю.А.

Научный руководитель – Дятлова Е.М.

Белорусский государственный технологический университет  
г. Минск

Целью данной работы является усиление внимания к проблеме сознательного управления процессами синтеза новых материалов с заданными свойствами, которые крайне необходимы для развивающейся науки и техники.

Из всех вопросов теории процессов технологии керамики наибольший интерес специалисты проявляют к теории спекания, как основополагающему процессу, обуславливающему микроструктуру керамики с точки зрения физико-химии твердого тела. Спекание – сложный многоступенчатый самопроизвольный ки-

нетический процесс, приближающий дисперсную систему к состоянию равновесия. Спекание является главным и завершающим технологическим процессом в производстве керамики, во многом определяющим конечный уровень свойств изделий. Выявление и исследование закономерностей процесса спекания было и остается в настоящее время актуальной задачей.

Наиболее трудным остается вопрос научного обоснования и управления спеканием. Для керамики характерно неизотермическое спекание. Именно при меняющейся температуре наиболее ярко проявляется сложный характер взаимодействия элементарных процессов, определяющих ход уплотнения системы.

Сравнение известных физических и химических способов активирования процессов спекания позволило отдать предпочтение химическим. Химические способы основаны на использовании окислительно-восстановительных реакций, процессов диссоциации химических соединений, химического переноса вещества при спекании и т.п. Для этого используются специальные активаторы, действующие по разным механизмам спекания. Проблема активации процесса спекания чрезвычайно актуальна. Ее решение, с одной стороны, позволит снизить температуру синтеза керамических материалов и, таким образом, значительно сэкономить энергоресурсы. Кроме того, при этом уменьшается расход огнеупоров для проведения обжига изделий. С другой стороны, активизация процессов спекания приведет к получению более плотных структур керамики, обуславливающих повышенные механические характеристики, что увеличит, в свою очередь, износостойкость и срок службы керамических изделий.

К перспективным направлениям химического активирования спекания керамических материалов следует отнести использование процессов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Понятие самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) подразумевает процесс реализации экзотермической реакции в смесях химических элементов и соединений, в результате которого образуются ценные конденсированные продукты. Характерной особенностью является то, что в ходе процесса практически отсутствует газовыделение и образуются полностью конденсированные продукты.

В самораспространяющемся режиме осуществлен прямой синтез различных соединений, в том числе не относящихся к тугоплавким (гидриды, халькогениды, фосфиды, интерметаллиды). Появились разновидности СВС, сочетающие принцип проведения реакций в режиме горения с энергетическими и механическими воздействиями на процесс с использованием техники высоких давлений, глубоковакуумной термообработки, криогенного оборудования.

Таким образом, изучение химических и технологических аспектов СВС огнеупорных материалов важно не только с точки зрения научного прогресса, но и практического создания и обеспечения промышленности новыми огнеупорными материалами, а также активации процесса спекания и улучшения физико-химических свойств керамических материалов.

В связи с этим целью настоящей работы является исследование процессов спекания в реальной оксидной керамической системе с использованием элементов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.

В качестве объекта исследования использована реальная керамическая система  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$  в области кристаллизации кордиерита и муллита. Для активации спекания использован металлический алюминий, для которого характерна самопроизвольная сильноэкзотермическая реакция окисления с образованием оксида алюминия.

Основными задачами данной работы являются:

- исследование влияния металлического алюминия на процесс спекания и свойства керамических материалов;
- изучение влияния температуры спекания на свойства и структуру керамических материалов;
- определение оптимального количества минерализатора, способствующего спеканию при меньшем количестве расплава;
- разработка рекомендаций по получению технической муллито-кордиеритовой керамики с пониженной температурой синтеза.

В ходе выполнения данной исследовательской работы были изготовлены опытные образцы исходной муллито-кордиеритовой керамики, а также активированной металлическим алюминием, который вводился в состав массы в количестве 5, 7,5 и 10 %. Образцы в виде цилиндров и балочек получены методом полусухого прессования при давлении 25–30 МПа и обожжены при температурах 1100, 1200 и 1300 °С в электрической печи с выдержкой при максимальной температуре 1 ч, скорость подъема температуры в процессе обжига – 200–250 °С/ч.

Все образцы имеют плотную тонкозернистую структуру и правильную недеформированную геометрическую форму.

Были изучены физико-химические характеристики полученных образцов: плотность, пористость, водопоглощение, механическая прочность, температурный коэффициент линейного расширения, а также текстура, микроструктура и фазовый состав образцов.

Кажущаяся плотность образцов изменялась от 2249 до 2392 кг/м<sup>3</sup>, причем прослеживалась тенденция возрастания плотности от увеличения содержания металлического алюминия и температуры обжига. При

этом водопоглощение изменялось в пределах от 9,1 до 5,7 %, что можно объяснить уменьшением открытой пористости за счет улучшения спекания образцов. Этому способствует ряд факторов. Наряду с появлением расплава и развитием жидкофазного механизма переноса вещества при введении алюминия возникает процесс СВС, выделение дополнительной энергии способствует активации вязкого течения жидкости. Образование при этом Al способствует не только снижению пористости, но и повышению механической прочности спекаемого материала. ТКЛР образцов (при 400 °С) изменялся от  $7,1 \cdot 10^{-7}$  К-1 до  $2,5 \cdot 10^{-7}$  К-1. С повышением температуры обжига наблюдалось уменьшение значений ТКЛР, что обусловлено изменением фазового состава материала и выделением малорасширяющихся фаз. Механическая прочность при сжатии возрастала от 350 до 515 МПа с увеличением содержания металлического алюминия в массах и увеличением температуры обжига.

Оптимизация результатов исследования позволила сделать вывод о том, что наиболее оптимальным является состав массы, обожженный при температуре 1300 °С и содержащий 10 % металлического алюминия. Образцы данного состава имеют наименьшее водопоглощение (5,7 %), наибольшую кажущуюся плотность ( $2392 \text{ кг/м}^3$ ), наименьшую открытую пористость (12,8 %), минимальные значения ТКЛР ( $2,5 \cdot 10^{-7} \text{ К}^{-1}$ ) и наибольшую механическую прочность (515 МПа). Повышенные термомеханические характеристики материалов обусловлены как активацией процесса спекания при введении металлического алюминия, так и выделением фазы корунда дополнительно к муллито-кордиеритовой матрице. Полученные материалы рекомендуется использовать в качестве огнеприпаса и футеровки печей обжига.

УДК 666.266

### Синтез ситаллов с использованием отходов гальванических производств

Студентка гр. 8 Кухта М.А.

Научный руководитель – Кравчук А.П.

Белорусский государственный технологический университет  
г. Минск

Стеклокристаллические материалы благодаря своим высоким механическим, термическим и диэлектрическим свойствам, которые обеспечиваются различным фазовым составом, находят всё более широкое применение в различных отраслях промышленности. Особый интерес представляют ситаллы полученные с использованием недефицитного, недорогого сырья – отходов промышленного производства.

В этом случае наиболее целесообразным является получение пироксеновой фазы в качестве ведущей, поскольку в результате широкого изоморфизма пироксенов получаемый ситалл будет иметь мономинеральный состав, что и обеспечит ему высокие химическую стойкость и механические свойства.

Целью исследований являлось изучение возможности получения пироксеновых ситаллов с использованием отходов гальванического производства.

Анализ усреднённого химического состава гальваношлама, приведенного в таблице 1 показывает, что для формирования пироксеновой фазы (эгирина  $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ) в нём содержится недостаточное количество  $\text{Na}_2\text{O}$  и  $\text{SiO}_2$ . Поэтому в составы стёкол вводился  $\text{Na}_2\text{O}$  в количестве 6,5–14,0 мас.% и  $\text{SiO}_2$  – 49,0–56,0 мас.%.

Таблица 1 – Химический состав гальваношлама, мас. %

Оксид	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{ZnO}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{FeO}$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{MnO}$	$\text{Cr}_2\text{O}_3$
Содержание, мас. %	1,64	0,26	21,3	58,54	2,65	4,54	2,7	3,02	0,02	0,27	4,88

В качестве технологической добавки позволяющей улучшить варочные и выработочные свойства стёкол использовали  $\text{MgO}$  и  $\text{CaO}$  в количестве 7,1 и 10 мас.% соответственно. Синтез стёкол проводился в фарфоровых тиглях при температуре 1450 °С.

Изучение устойчивости стеклообразного состояния методом градиентной кристаллизации показало, что синтезированные стёкла в интервале температур 650–1000 °С кристаллизуются с образованием тонкодисперсной ситалловой структуры, т.е. обладают высокой кристаллизационной способностью.

Согласно данным полученным в ходе изучения кристаллизационной способности синтезированные стёкла были подвергнуты термообработке по следующему режиму: 1) нагрев до 650 °С и выдержки 30 мин; 2) нагрев до 850 °С (выдержка 1 час); 3) инерционное охлаждение в печи.

Рентгенофазовый анализ термообработанных стёкол показал, что основными кристаллическими фазами в них являются диопсид ( $\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$ ), геденбергит ( $\text{CaO} \cdot \text{FeO} \cdot \text{SiO}_2$ ) и эгирин ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$ ).

Микротвёрдость закристаллизованных стёкол изменялась в пределах от 8070 до 8890 МПа. Наибольшей микротвёрдостью характеризовались, закристаллизованные стёкла, содержащие  $\text{Na}_2\text{O}$  в количестве 6,5 мас.%,