



Табл. 1. Изменение значений прочности образцов различных концентраций эмульсии в зависимости от времени

Концентрация эмульсии, %	Прочность на изгиб, МПа		
	3 сут	7 сут	28 сут
0	36,375	34,600	42,333
0,5	38,125	37,300	37,333
1	39,500	49,000	43,166
3	38,000	32,600	30,000
5	32,625	29,600	33,666

При введении малых концентраций дисперсии (0,5 и 1 масс %) наблюдается увеличение прочности цементного камня, что связано с возникновением конденсационных контактов и снятием внутренних напряжений структуры. В случае добавления 3 масс % дисперсии наблюдается падение прочности цементного камня по сравнению с образцом, не содержащим добавок.

Список литературы

1. Алексеев, С.Н. Долговечность железобетона в агрессивных средах/ С.Н. Алексеев, Ф.М. Иванов, С. Модры, П. Шисль – М.:Стройиздат, 1990. – 320с.
2. Бутт, Ю.М. Химическая технология вяжущих материалов: Учебник для вузов/ Ю.М.Бутт, М.М.Сычев, В.В.Тимашев / Под ред. Тимашева В.В. - М.: Высш. школа, 1980. - 472 с.

УДК 644.2

Н.А. Куликов, А.В. Беляков

Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева, Москва, Россия

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТОДОМ ПЕЧИНИ НАНОПОРОШКОВ ИТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА

This paper describes possible ways of nanopowder synthesis via Pechini method in $Al_2O_3 - Y_2O_3$ and $HfO_2 - Y_2O_3$ systems and key parameters of the process. The investigated technique holds benefit for transparent ceramics production. Its further development requires comprehensive studies inheritance on different stages of the process and synthesis conditions adjustment that would prevent dense nanoparticle aggregates formation.

Рассмотрены возможности синтеза нанопорошков в системах $Al_2O_3 - Y_2O_3$ и $HfO_2 - Y_2O_3$. методом Печини, найдены параметры проведения процесса. Исследования показали, что метод Печини перспективен для получения оптически прозрачной керамики. Дальнейшее его развитие предполагает изучение процессов наследования структуры на различных стадиях и поиск условий, препятствующих образованию плотных и прочных агрегатов из наночастиц порошка.

Метод получения высокодисперсных порошков через хелатные комплексы был запатентован Печини в 1967 г. В настоящее время этот метод применяют для получения нанопорошков благодаря его простоте, дешевизне и технологической гибкости. Метод Печини не очень чувствителен к влаге (по крайней мере, для большинства веществ), не требует инертной атмосферы, строгого контроля температуры и времени отжига, а также удобен для синтеза многокомпонентных оксидных систем. Преимущества метода Печини заключаются в возможности управления стехиометрией, образова-



ния гомогенной смеси компонентов и однофазных порошков, получения пленок, невысоких температурах и незначительных временах синтеза нанопорошков.

Схема рассматриваемого метода представлена на рис. 1.

Для проведения синтеза методом Печини необходимы многофункциональные органические кислоты, способные образовывать стабильные хелатные комплексы с ионами металлов, и двухатомные спирты, использующиеся на первых стадиях синтеза в качестве растворителей, а на последующих – в виде реагентов при полиэтерификации. Реакция полиэтерификации способствует образованию полимера, состоящего из полимерной трехмерной сетки с междоузельными ионами металлов.

Как правило, на первой стадии соли соответствующих металлов растворяют в большом избытке лимонной кислоты для образования цитратных комплексов.

К полученному раствору добавляют этиленгликоль и проводят нагревание до 100–130°C для синтеза полиэфира между свободной лимонной кислотой и этиленгликолем. Далее повышают температуру для удаления избытка спирта. Полученное вязкое вещество (полимер) выдерживают при 450–600°C для удаления продуктов окисления органических веществ. Синтезированный материал представляет собой смесь однородно распределенных оксидов металлов и промежуточных продуктов разложения. Дальнейшая термическая обработка позволяет получить конечный продукт заданного состава.

В ходе проведенных нами экспериментов, методом Печини синтезированы порошки $3Y_2O_3 \cdot 5Al_2O_3$ (иттрий-алюминиевый гранат (ИАГ)), которые, по данным сканирующей электронной микроскопии, характеризовались размером частиц много меньше 1 мкм, в некоторых случаях – до 50 нм. Однако при синтезе порошка ИАГ выявлены такие недостатки метода, как сохранение после термообработки остаточных органических веществ, агрегация частиц, неполное удаление из них углерода.

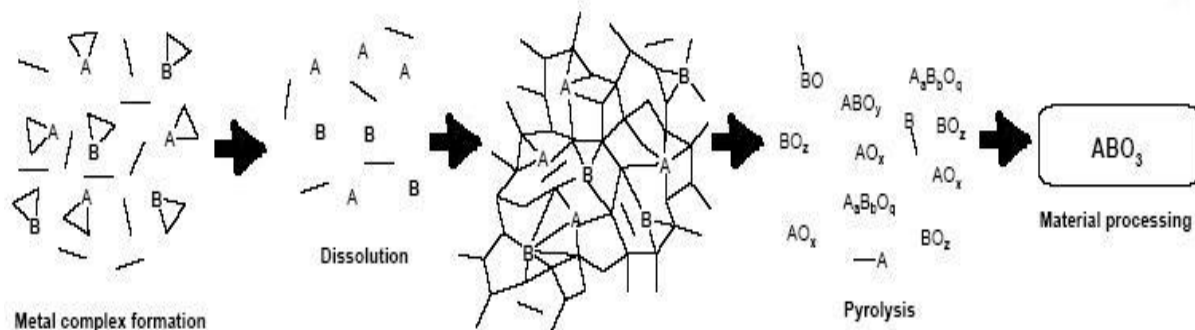


Рис. 1. Схема процесса получения нанопорошков методом Печини

Явление наследования частицами порошка предшествующей структуры хорошо заметно при синтезе через стадию образования ксерогеля: после термообработки частицы повторяют структуру исходных крупинок.

Установлено, что для уменьшения количества органических веществ в порошке после синтеза необходимо увеличение температуры и времени выдержки при термообработке полимера. Однако это негативно сказывается на структуре порошка: образуются более плотные агрегаты, остаточный углерод входит в кристаллическую решетку ИАГ, при этом его количество по результатам микронного анализа может достигать до 5 мас. %. Вследствие этого получить прозрачную керамику из указанных порошков без дополнительной обработки полимера и порошка не удалось.



Установлено, что удалить углерод можно первичной термообработкой полимера в на воздухе при температуре 450°C с последующей обработкой при 700°C в среде водорода. Водород способствует удалению углерода, при этом образуются менее плотные и прочные агрегаты, которые возможно частично разрушить дезагрегацией в ацетоне. Кроме того, порошки, прошедшие термообработку в среде водорода, обладают хорошей прессуемостью, что позволяет получать прессовки без введения временной технологической связки.

Исследования показали, что метод Печини перспективен для получения оптически прозрачной керамики. Дальнейшее его развитие предполагает изучение процессов наследования структуры на различных стадиях и поиском условий, которые способствовали бы разрыхлению структуры полимера в процессе термообработки и препятствовали образованию плотных и прочных агрегатов из наночастиц порошка.

УДК 666.948

Т.С. Исаева, Т.В. Кузнецова, С.В. Самченко.

Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия
Московский институт коммунального хозяйства и строительства, Москва, Россия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛИЯНИЯ СКОРОСТИ ОХЛАЖДЕНИЯ ШЛАКОВОГО РАСПЛАВА НА КРИСТАЛЛИЗАЦИЮ АЛЮМИНАТНЫХ МИНЕРАЛОВ

At reception high-quality of alumina cement the maintenance(contents) of a mineral gelenita ($2\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$) in the crystal form is necessary to aspire to reception of the maximal maintenance(contents) of an active mineral of monoaluminate of calcium ($\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$) and minimizing, fixing it(him) in glass to a phase.

При получении высококачественного глиноземистого цемента необходимо стремиться к получению максимального содержания активного минерала моноалюмината кальция ($\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$) и сведения к минимуму содержание минерала геленита ($2\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$) в кристаллической форме, фиксируя его в стеклообразной фазе.

На ОАО «Пашийский металлургическо-цементный завод» в доменном цехе проводилась бокситовая плавка, во время которой были проведены эксперименты по различным режимам охлаждения шлака.

С выпуска 6375 из придоменной ванны в форму размером 300x300x300 мм отбиралась проба шлака, которая затем медленно охлаждалась в доменном цехе под слоем песка, что обеспечивало медленный отвод тепла от шлака. Высота залитого слоя шлака составила примерно 200 мм. Из этого выпуска были отобраны пробы из формы и средняя проба с разлива со шлакового поля. Пробы подвергались дроблению и последующему помолу в лаборатории, а затем проводился их химический анализ и физико-механические испытания.

Основная часть медленно охлажденного шлака в форме плотная, малопористая. Поры представляют собой бороздки выхода газа из шлака. В местах пор шлак имел блеск, похожий на преломление света в кристаллах. Верхняя часть пробы имела вид белой легкой и пористой массы, напоминающей губку. Из верхней и основной части были отобраны пробы для рентгенофазового и микроскопического анализов. Затем проба усреднялась, и усредненная проба также исследовалась рентгенофазовым анализом.

Шлак с выпуска 6375 находился в шлаковозном ковше около 2 часов (по техническим причинам), после чего сливался на шлаковом поле и представлял собой глыбу.