



УКРАЇНА

(19) UA (11) 43129 (13) U
(51) МПК (2009)
C04B 38/06

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ КВАРЦОВИХ ПРОНИКНИХ МАТЕРІАЛІВ

1

2

(21) u200813918

(22) 03.12.2008

(24) 10.08.2009

(46) 10.08.2009, Бюл.№ 15, 2009 р.

(72) СЕМЧЕНКО ГАЛИНА ДМИТРІВНА, НІКОЛАЄНКО ВЕРОНІКА МИКОЛАЄВНА, КОБЕЦЬ НАТАЛІЯ ЮРІВНА, РУДЕНКО ЛАРИСА ВІКТОРІВНА

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"

(57) Спосіб виготовлення кварцових проникних матеріалів, який включає модифікування кварцового наповнювача добавками, підготовку суміші соляної кислоти і води з розчином солі магнію, до якої додають етилсилікат, проводять співгідроліз компонентів суміші, а потім зв'язуюче перемішують

з модифікованим кварцовим піском, масу заливають у форми, вироби сушать і випалюють, який **відрізняється** тим, що спочатку одну частину кварцового піску модифікують парафіновим маслом шляхом короткочасного перемішування, а другу частину кварцового піску модифікують добавкою тетраетоксисилану при подрібненні його в кульовому млині до часток менше 63 мкм, модифікований добавкою парафінового масла кварцовий пісок змішують з гідролізованою сумішшю етилсилікату з $MgCl_2$, а потім додають кварцовий наповнювач розміром менше 63 мкм, що модифіковано тетраетоксисиланом, висушені вироби випалюють при температурі 920-1020 °С.

Корисна модель, що пропонується, відноситься до області кераміки, а саме, до проникненої кераміки, що рекомендується для використання в біотехнологіях і в медицині.

Відомий спосіб виготовлення керамічних матеріалів методом лиття маси, що виготовляють із шамоту та алкілсилікатного зв'язуючого, до класу яких відносяться і етилсилікатні [1], із достатньо високою пористістю, але він не підходить для виготовлення проникнених матеріалів, тому що утворені сферичні пори відокремлені одна від одної.

Близьким за технічною суттю є спосіб виготовлення кераміки до складу якої входять наповнювач, в т.ч. кварцит, ефір ортокремнієвої кислоти, соляна кислота, вода і модифікуюча добавка - метилсилікат натрію, що наносять на поверхню наповнювача до змішування зі зв'язуючим.

Основним недоліком способу - прототипу є те, що при використанні метилсилікату збільшується кількість розплаву при термообробці матеріалу, що ущільнює матеріал при спіканні, відриваючи одну від одної поодинокі сферичні пори в матриці матеріалу, що непридатне при створенні проникненої кераміки.

Найбільш близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб виготовлення матеріалу на основі кварцового піску, етилсилікату, $MgCl_2$ і мо-

дифікуючої добавки, в якому спочатку додають соляну кислоту до водного розчину солі магнію, а потім змішують цю суміш з ефіром ортокремнієвої кислоти (чи етилсилікатом), наповнювач модифікують добавкою при змішуванні з нею, а потім з'єднують зі зв'язуючим на основі етилсилікату.

Цей спосіб характеризується утворенням однорідної маси, в якій модифікуюча добавка сприяє утворенню іншої фази, відмінної від фази наповнювача, що сприяє підвищенню вогнетривкості матеріалу та розширенню строків схоплення маси при твердінні.

Основним недоліком способу - прототипу є те, що в результаті полімеризації кремнійорганічної речовини (ефіру ортокремнієвої кислоти або етилсилікату) утворюються полісилоксанові зв'язки, які ущільнюють матеріал при твердінні, а ультрадисперсний аморфний SiO_2 сприяє утворенню розплавів при низьких температурах або утворює при взаємодії з наповнювачем нові фази. Все це підвищує щільність та міцність матеріалу і деякі інші властивості, наприклад, термостійкість. Але, незважаючи на це, спосіб непридатний для одержання проникненої кераміки при використанні взагалі будь-якого наповнювача, тому що пори відокремлені одна від одної.

Задачею корисної моделі є досягнення проникненості в структурі матеріалу із забезпеченням

(19) UA (11) 43129 (13) U

заданих розмірів мінімальних та максимальних отворів, а саме, не зменшуючи міцності матеріалу, утворити навколо зерен наповнювача додаткову поруватість, забезпечуючи спікання зерен у точках їх зіткнення при створенні проникненої поруватості при об'єднанні мікротріщин із сферичними порами.

Технічний ефект забезпечується тим, що в рішенні, яке пропонується і включає додавання суміші соляної кислоти до водного розчину солі магнія, змішування з етилсилікатом для співгідролізу, і відрізняється тим, що частину кварцевого піску модифікують парафіновим маслом шляхом короткочасного змішування в шаровому млині, а частину наповнювача модифікують добавкою тетраетоксисилана при подрібненні його з добавкою в шаровому млині до часток не більше 63мкм. Модифікований добавкою парафінового масла кварцевий пісок змішують із гідролізованою сумішшю етилсилікату та хлористого магнію, а потім додають кварцевий наповнювач розміром менше 63мкм, який модифіковано тетраетоксисиланом, масу перемішують до утворення однорідної маси, і висушені зразки випалюють при 920-1020°C.

Позитивний результат забезпечується тим, що при з'єднанні двох частин кварцевого наповнювача різного розміру, які модифіковано різними модифікуючими добавками, виключається утворення щільної структури внаслідок того, що тетраетоксисилан при з'єднанні з розчином етилсилікатної зв'язки з хлористим магнієм, починає гідролізуватися, створюючи навколо тонкодисперсних частин кварцю та між ними нанорозмірні частини SiO₂, які при випалі взаємодіють з оксидом магнію, що утворюється при термодеструкції MgCl₂, в результаті, при низьких температурах, синтезується форстерит, який підвищує високотемпературні властивості кварцевого матеріалу, з іншого боку, навколо поверхні зерен кварцевого наповнювача, які модифіковано парафіновим маслом, утворюються при спіканні тріщинки, а в містах їх приєднання одно до одного - отвори. Все це надає можливість одержувати міцний кварцевий поруватий матеріал з проникненою поруватістю.

Конкретні приклади способів одержання кварцевого проникненого матеріалу приведено в таблиці.

Таблиця

Спосіб виготовлення кварцевого проникненого матеріалу

№	Найменування показників	Показники					
		Поза межеві	1	2	3	Поза межеві	Прототип
1	Змішування MgCl ₂ з HCl	+	+	+	+	+	+
2	Співгідроліз етилсилікату з сумішшю MgCl ₂ + HCl	+	+	+	+	+	+
3	Модифікація частини наповнювача (піску) парафіновим маслом в млині	+	+	+	+	+	-
4	Модифікація другої частини наповнювача тетраетоксисиланом (частини <63мкм)	+	+	+	+	+	-
5	Модифікація піску метилсилікатом натрію	-	-	-	-	-	+
6	Змішування модифікованого наповнювача метилсилікатом Na парафіновим маслом із зв'язуючим по п. 2.	+	+	+	+	+	+
7	Додавання піску (<63мкм), модифікованого тетраетоксисиланом	+	+	+	+	+	-
8	Перемішування усіх компонентів маси	+	+	+	+	+	+
9	Температура випалу зразків, °C	1070	920	1020	980	850	1300
Властивості виробів:							
Поруватість, %		49,0	55,0	56,0	58,0	48,0	35,0
Водонепроникненість, 10 ⁻⁵ мкм ²		0,68	1,18	1,12	1,16	0,71	-
Міцність на стиск, МПа		0,35	0,80	0,90	0,85	0,40	0,90
Розмір отворів між зернами кварцу:							
мінімальні, нм;		90	170	200	190	80	-
максимальні, мкм		21	15	11	13	25	-

Згідно з даними таблиці найкращі властивості має матеріал, який вироблено за способом вказаним у прикладі 2.

Приклад 2. Частину кварцевого піску модифікують парафіновим маслом, іншу частину модифікують при подрібненні до частин менше 0,63мкм добавкою тетраетоксисилану. Виготовляють зв'язуюче етилсилікату в суміші з водою і $MgCl_2$. Зв'язуючу композицію спочатку додають до кварцевого порошку, що модифіковано парафіновим маслом, перемішують ретельно, а потім додають кварцевий порошок, що модифіковано добавкою тетраетоксисилана, і знову перемішують масу. Цією масою наповнюють форми. Маса твердіє. Зразки витягують із форм і висушують на повітрі, а потім випалюють при температурі 1020°C.

Вироби, що виготовлено за запропонованим способом, мають достатньо високу поруватість при достатньо високих значеннях міцності на стиск.

Водопроникненість майже не змінюється при зміні параметрів формування шихти. На максимальний розмір отворів між зернами більше впливає відношення компонентів в складі отримують отвори розміром 11-15мкм, що надає можливість вико-

ристовувати ці проникнені матеріали в біомедицині, в якості підложок для збереження мікробів.

Це надає можливість рекомендувати розроблений спосіб виготовлення керамічних матеріалів для створення підложок, проникнених та міцних, для біомедичного застосування.

Зазначений спосіб виготовлення кварцевих проникнених матеріалів невідомий з джерел вітчизняної та іноземної інформації, встановлено авторами вперше, що свідчить про відповідність рішення критеріям новизни.

В порівнянні з відомими аналогічними рішеннями запропонована корисна модель має такі переваги:

- забезпечує одержання досить міцного проникненого матеріалу;

- розмір пор між зернами кварцевого піску керамічного матеріалу забезпечує проникнення живих клітин крізь проникнену структуру без затримки.

- матеріал регенерується.

Джерела інформації:

1. Журнал "Росе", 1974 г., т. 27, №1, - С. 21-24.

2. А.С. 336316 СРСР, БВ №14, 1972 г.

3. А.С. 414231 СРСР, Б.В. №8, 1974 г.