

Е.Г. ЛЕДОВСКАЯ, асп., ННЦ «ХФТИ»,

Е.А. СВЕТЛИЧНЫЙ, канд. техн. наук, ННЦ «ХФТИ»

Л.Н. ЛЕДОВСКАЯ, ННЦ «ХФТИ»

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ СИСТЕМЫ $Al_2O_3 - MgO - SiO_2 - ZrO_2$ ПРИ ВВЕДЕНИИ ДОБАВКИ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ

Приведены результаты исследования влияния добавки на основе полиэтиленгликоля на измельчение материалов системы $Al_2O_3 - MgO - SiO_2 - ZrO_2$, термообработанных при температуре 1200 °С. Показано, что введение этой добавки в количестве 0,5% способствует значительному ускорению помола материала (~ в 2 раза). Измельченный до преобладающего размера частиц < 5 мкм материал является перспективным для производства керамических изделий.

Ключевые слова: радиоактивные отходы, керамические материалы, измельчение, добавка, кордиерит.

Введение. На сегодняшний день весьма актуальным является решение проблемы безопасного обращения с радиоактивными отходами (РАО), которые образуются в результате эксплуатации атомных электростанций. В ННЦ ХФТИ систематически проводятся исследования по созданию радиационно-стойких керамических и стеклокерамических материалов [1, 2].

Одним из рациональных материалов для использования в качестве иммобилизационных и барьерных является кордиерит ($2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$), который может быть синтезирован как из природных материалов, так и из чистых синтетических окислов [3, 4].

Однако материалы, синтезированные такими способами, имеют ряд недостатков – узкий интервал спекания, невысокая плотность, высокая пористость, недостаточная механическая прочность. Для повышения прочностных характеристик кордиерита применяют различные добавки некоторых оксидов. В работах [5 – 7] показано, что введение добавки диоксида циркония позволяет повысить уровень термомеханических свойств кордиеритовой керамики.

Важное место в процессе получения кордиеритовой керамики с требуемыми характеристиками занимает технологический процесс измельчения ис-

ходных и предварительно обожженных материалов. С повышением степени дисперсности порошков активируется процесс спекания изделий, повышается их плотность и прочность [8, 9]. Для ускорения процесса измельчения материалов в керамической технологии используют добавки поверхностно-активных веществ (ПАВ) в количестве 0,1 – 1,0 % от общего веса исходного материала. Одним из таких материалов, способствующих интенсификации помола, является добавка на основе полиэтиленгликоля [10].

Целью данной работы являлись исследования по интенсификации измельчения материалов системы $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO} - \text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$ при введении добавки на основе полиэтиленгликоля.

Экспериментальная часть. В качестве исходных материалов использовали химически чистые оксиды: Al_2O_3 , MgO , SiO_2 , взятые в стехиометрическом соотношении, соответствующем формуле кордиерита.

В качестве цирконийсодержащей добавки использовали оксихлорид циркония (из расчета содержания в смеси 10 % ZrO_2). Из исходных оксидов готовили смесь и насыщали водным раствором оксихлорида циркония ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$). Смешивание материалов осуществляли в течение 3 часов со скоростью 100 об/мин. в планетарной мельнице «Pulverisette б», производства фирмы «Фрич» (Германия).

Полученную смесь подвергали термообработке в печи с карбидкремневыми нагревателями при температуре 1200 °С с выдержкой в течение 1 часа. Измельчение обожженного материала проводили в планетарной мельнице со скоростью 200 об/мин. в течение 1, 3, 6 и 10-ти часов, как с применением добавки, так и без неё.

В качестве ускорителя помола использовали поверхностно активную добавку на основе полиэтиленгликоля – «castament» FS10 (Германия). Данная добавка разработана для повышения эффективности измельчения частиц оксидных материалов и улучшения их реологических свойств. Рекомендуемое количество добавки составляет 0,5 – 1 %.

Определение размеров частиц измельченных материалов проводили на лазерном анализаторе «Analysette 22 NanoТес» с диапазоном измерений от 0,01 до 2000 мкм.

Результаты и обсуждение. На рисунках 1 – 4 приведены диаграммы распределения частиц по размерам измельченного термообработанного материала в зависимости от времени помола.

Из рис. 1 видно, что уже за первый час помола практически происходит

разрушение крупных агрегатов (> 100 мкм) у образцов с добавкой полиэтиленгликоля. При этом преобладающий размер зерен составляет от 5 до 50 мкм. Для образцов без полиэтиленгликоля количество агрегатов с размером от 10 до 200 мкм составляет около 80 %.

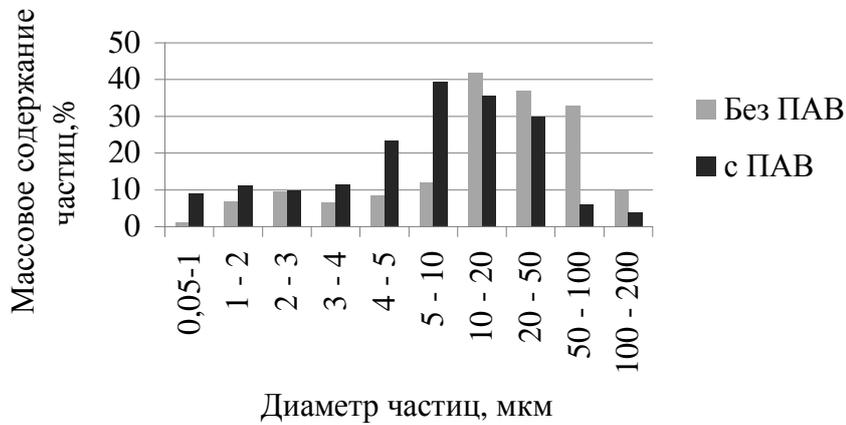


Рис. 1 – Распределение частиц по размерам в измельченном материале в течение одного часа

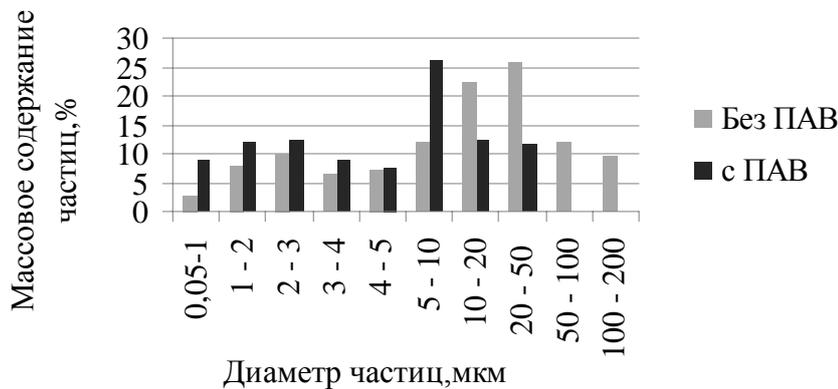


Рис. 2 – Распределение частиц по размерам в измельченном материале в течение трех часов

За 3 часа помола (рис. 2) у материала, измельченного с ПАВ, происходит разрушение агрегатов > 50 мкм, преобладающий размер зерен составляет < 10 мкм и увеличивается количество частиц с размерностью от 1 до 5 мкм.

У образцов без полиэтиленгликоля происходит измельчение до преобладающего размера частиц 10 – 50 мкм, при этом ещё присутствуют агрегаты с размером более 100 мкм (около 10 %).

У материала, измельченного с ПАВ в течение 6 часов, происходит дальнейшее разрушение частиц более 50 мкм и значительное увеличение содер-

жания частиц от 5 до 10 мкм (32 %). У материала, измельченного без ПАВ, также происходит уменьшение размера частиц, при этом их преобладающий размер составляет 10 – 20 мкм. Более мелкие фракции остаются практически без изменений.

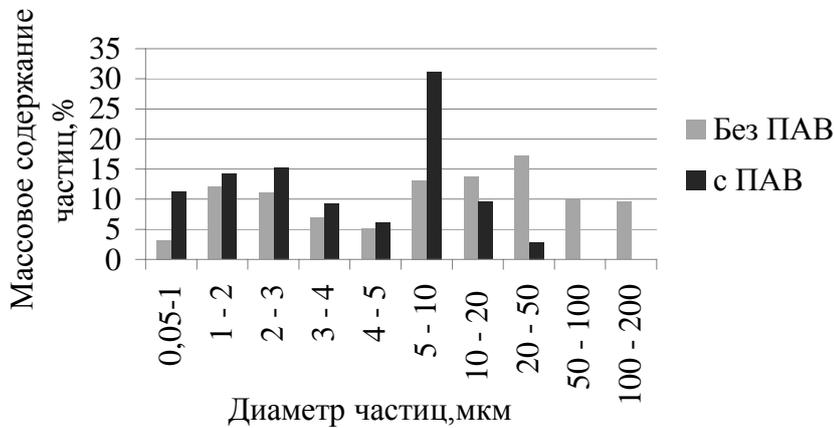


Рис. 3 – Распределение частиц по размерам в измельченном материале в течение шести часов

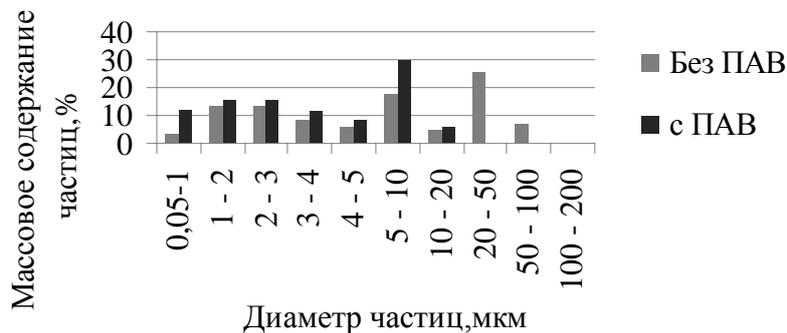


Рис. 4 – Распределение частиц по размерам в измельченном материале в течение десяти часов

С увеличением времени помола до 10 часов материал, измельченный с ПАВ, характеризуется преобладающим размером частиц < 5 мкм.

У образцов, измельченных без ПАВ, преобладающий размер частиц составляет < 10 мкм, при этом присутствуют частицы 20 – 50 мкм.

Увеличение времени помола до 12 часов существенного влияния на дальнейшее повышение дисперсности не оказывает и порошки начинают комковаться.

Таким образом, в результате проведенных исследований показано, что введение в материал при помоле добавки поверхностно – активного вещества

в виде полиэтиленгликоля способствует существенному увеличению скорости помола.

Это обусловлено тем, что добавка полиэтиленгликоля эффективно смачивает поверхность измельчаемого материала и создает на его поверхности адсорбционные прослойки.

Молекулы такого интенсификатора, попадая в микротрещины измельчаемого материала, оказывают расклинивающее действие и тем самым способствуют повышению эффективности помола.

Выводы. Проведенные исследования показали, что введение добавки на основе полиэтиленгликоля в количестве 0,5 % при помоле материала системы $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO} - \text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$ способствует значительному ускорению помола (~ в 2 раза). Измельченный материал характеризуется преобладающим размером частиц < 5 мкм, что является вполне достаточным основанием для дальнейшего производства керамики.

Список литературы: 1. Ажажа В.М. Ядерная энергетика. Обращение с отработанным ядерным топливом и радиоактивными отходами / [В.М. Ажажа, В.А. Белоус, С.Ю. Саенко и др.]; под ред. И.М. Неклюдова. – К.: Наукова думка, 2006. – 253 с. 2. Ажажа Ж.С. Исследование капсулирования горячим изостатическим прессованием отработавшей ТВС РБМК / [Ж.С. Ажажа, И.М. Неклюдов, С.Ю. Саенко и др.] // Атомная энергия. – 2007. – Т. 103, Вып. 6. – С. 347 – 352. 3. Дубровский В.Б. Радиационная стойкость строительных материалов / В.Б. Дубровский. – М.: 1977. – 257 с. 4. Шевякова Э.П. О радиационной стойкости природных силикатов различных структурных типов / Э.П. Шевякова, Е.В. Лифшиц, Р.Ф. Поляшенко // ВАНТ. – 1989. – (Серия: ФРПР). – № 3(50). – С. 81 – 85. 5. Абдель Махмоуд Кордиеритовая керамика из порошков, полученных золь-гель методом: автореф. дис. на соискание ученой степени канд. техн. наук: спец. 05.17.11 «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» / Махмоуд Абдель. – М.: 2006. – 20 с. 6. Семченко Г.Д. Влияние минерализующих добавок на свойства кордиеритовой керамики / [Г.Д. Семченко, Л.Д. Зобина, Р.А. Тарнопольская и др.] // Огнеупоры и техническая керамика. – 1983. – № 9. – С. 22 – 25. 7. Анциферов В.Н. Проницаемая кордиеритовая керамика с нано- и микропористостью / [В.Н. Анциферов, И.А. Борисова, И.Р. Зиганшин и др.] // Огнеупоры и техническая керамика. – 2008. – № 4. – С. 7 – 11. 8. Заика Р.Г. Интенсификация с помощью добавок поверхностно-активных веществ сухого тонкого измельчения технического глинозема для получения корундовых огнеупоров: автореф. дис. на соискание ученой степени канд. техн. наук: спец. 05.350 «Технология силикатов» / Р.Г. Заика. – Х.: 1970. – 22 с. 9. Терещенко И.М. Энерго- и ресурсосберегающая технология получения кордиеритовой керамики / И.М. Терещенко, Р.Ю. Попов // Огнеупоры и техническая керамика. – 2007. – № 12. – С. 35 – 38. 10. Земляной К.Г. Влияние органических добавок на интенсивность помола сырья для магнезиальносиликатной керамики / К. Г. Земляной, Н. Н. Московских // Молодой ученый. – 2011. – № 6, Т. 1. – С. 79 – 82.

Поступила в редколлегию 29.10.12

Интенсификация измельчения материалов системы $Al_2O_3 - MgO - SiO_2 - ZrO_2$ при введении добавки на основе полиэтиленгликоля / Е.Г. ЛЕДОВСКАЯ, Е.А. СВЕТИЧНЫЙ, Л.Н. ЛЕДОВСКАЯ // Вісник НТУ «ХПІ». – 2012. – № 63 (969). – (Серія: Хімія, хімічна технологія та екологія). – С. 72 – 77. – Библиогр.: 10 назв.

Приведено результати дослідження впливу добавки на основі поліетиленгліколю на подрібнення матеріалів системи $Al_2O_3 - MgO - SiO_2 - ZrO_2$, термооброблених при температурі 1200 °С. Показано, що введення цієї добавки в кількості 0,5 % сприяє значному прискоренню помелу матеріалу (~ в 2 рази). Подрібнений до переважаючого розміру частинок < 5 мкм матеріал є перспективним для виробництва керамічних виробів.

Ключові слова: радіоактивні відходи, керамічні матеріали, подрібнення, добавка, кордієрит.

The results of polyethylene glycol-based additive influence on grinding of materials based on $Al_2O_3 - MgO - SiO_2 - ZrO_2$ system that were heat-treated under 1200 °C are shown. It is mentioned that adding of this additive in 0.5% amount leads to activation of material grinding (~ in double-quick time). Material that is ground to dominant size < 5 μm is the most prospective for production of ceramic products.

Keywords: radioactive wastes, ceramic materials, grinding, additive, cordierite.

Л.В. ЛЯШОК, канд. техн. наук, проф., НТУ «ХПІ»,

И.А. ТОКАРЕВА, асп., НТУ «ХПІ»,

И.А. ДМИТРОВСКАЯ, канд. техн. наук, ас., НТУ «ХПІ»,

А.В. ЮДИНА, магистрант, НТУ «ХПІ»

РАФИНИРОВАНИЕ НИОБИЯ ИЗ ТЕХНОГЕННЫХ ОТХОДОВ

В статье рассмотрены технологии рафинирования металлических отходов ниобия с использованием методов кислотного выщелачивания и рафинирования в ионных расплавах. Показаны преимущества электрорафинирования в солевом расплаве, позволяющего получать металлический ниобий в виде порошка.

Ключевые слова: ниобий, переработка вторичного сырья, рафинирование, ионный расплав.

В настоящее время во всем мире наблюдается увеличение спроса на высокочистый ниобий. Востребованность ниобия обусловлена его уникальными физико-химическими свойствами: высокими температурами плавления и кипения, прочностью, высочайшей радиационной и коррозионной стойкостью [1 – 3].

© Л.В. Ляшок, И.А. Токарева, И.А. Дмитриовская, А.В. юдина, 2012