

Modern technology of the education specialist on production cement raw materials mixtures / A.N. RASSOHA, A.A. SENDEROV, I.V. DMITRENKO // Visnyk NTU «KhPI». – 2014. – № 53 (1095). – (Series: Khimiya, khimichna tekhnolohiya ta ecolohiya). – P. 98 – 104. – Bibliogr.: 8. – ISSN 2079-0821.

They are considered questions to modern technology of the education specialist on preparation cement-raw materials mixtures of the given composition. The base for this is a computer simulator on base of the simulation model of the technological process of the preparation cement-raw materials mixtures. This allows to perfect motor-reflex skills and reactions trained technologist on staff and no-staff to situations, hereunder, raise the qualification these specialist.

Keywords: cement-raw materials mixture, technology, mathematical model, computer simulation model, scholastic process, computer simulator, interface, operators-technologists.

УДК 541.123.2-666.3

Г.К. САФРАЛИЕВ, д-р физ.-мат. наук, проф., ФГБОУ ВПО «ДГУ»,
Махачкала, Россия,

Ш.Ш. ШАБАНОВ, канд. техн. наук, доц., ФГБОУ ВПО «ДГУ»,
Махачкала, Россия,

Г.Д. КАРДАШОВА, канд. физ.-мат. наук, доц., ФГБОУ ВПО «ДГУ»,
Махачкала, Россия,

Р.Р. АХМЕДОВ, инж., ФГБОУ ВПО «ДГУ» Махачкала, Россия

ВЫСОКОПЛОТНЫЕ КЕРАМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ С ДОБАВКАМИ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

Работа посвящена установлению закономерностей синтеза и технологических аспектов образования керамических материалов на основе карбида кремния и нитрида алюминия методом горячего прессования, а также исследованию ее структурных свойств. В работе приведены результаты фазового анализа керамического образца SiC – AlN (70 вес. % SiC), полученного методом горячего прессования при использовании технического карбида кремния.

Ключевые слова: карбид кремния, нитрид алюминия, керамические материалы, горячее прессование, спекание, структура, фазовый анализ.

Среди керамических материалов конструкционного назначения особое место принадлежит композиционным материалам SiC – AlN, которые сочетают высокий уровень характеристик, присущих индивидуальным компонентам.

Традиционным способом формования изделий из порошка карбида кремния является метод горячего прессования [1]. Как правило, при горячем прессовании нужны температуры $\approx 0,5 \div 0,7 T_{пл}$ ($T_{пл}$ – температура плавления материала порошка), давления ≈ 100 МПа, при этом процесс формования длится от десятков минут до нескольких часов [2]. Система SiC – AlN интересна и тем, что в ней могут образоваться твердые растворы [3].

При получении керамических карбидокремниевых материалов требуется применение различных технологических приемов, обеспечивающих получение керамики заданного состава, структуры и комплекса полезных свойств. Для получения исследуемой керамики SiC – AlN использовался технический карбид кремния, поскольку применение чистых порошков SiC ведет к усложнению технологии и дороговизне конечного продукта. Рентгеноструктурные исследования отмытого порошка карбида кремния M5, M20 показали наличие α -модификации политипа 6H (преобладающее) и 15R.

Чтобы исключить намол Fe в качестве мелющих тел использовались корундовые шары. Порошок SiC перемалывали с добавкой AlN в мельницах, футерованных плитками из реакционно-спеченного карбида кремния. В этом случае основной примесью, попадающей в SiC-порошок является кремний, который может ухудшить свойства керамики на основе карбида кремния. Поэтому процесс спекания проводился в азотной среде. При этом азот взаимодействовал при высоких температурах со свободным кремнием и связывал его, образуя соединение Si_3N_4 . Тонкое измельчение порошков SiC (механоактивация) является широко применяемым технологическим приемом, существенно улучшающим процесс спекания. Другой важной технологической операцией при получении керамики является равномерное распределение добавок (AlN) и максимальная плотность исходных сырьевых заготовок.

Для отбора более мелких фракций порошки SiC отстаивались в дистиллированной воде и затем центрифугировались. Скорость вращения центрифуги составляла 5000 об/мин. После промывания в дистиллированной воде, прокаливания в среде Ar при 1200 °C получали готовые порошки (рис.1 а, б).

Порошок нитрида алюминия, применяемый в качестве второго компонента в керамике SiC – AlN, был получен плазмохимическим методом в КСТБ «Неорганических материалов» ИНХ АН Латвии. Химический состав порошка нитрида алюминия: N масс. % 33,6, Al_{своб.} масс.% – 0,7.

На рис. 2 представлен гранулометрический анализ плазмохимического порошка нитрида алюминия.

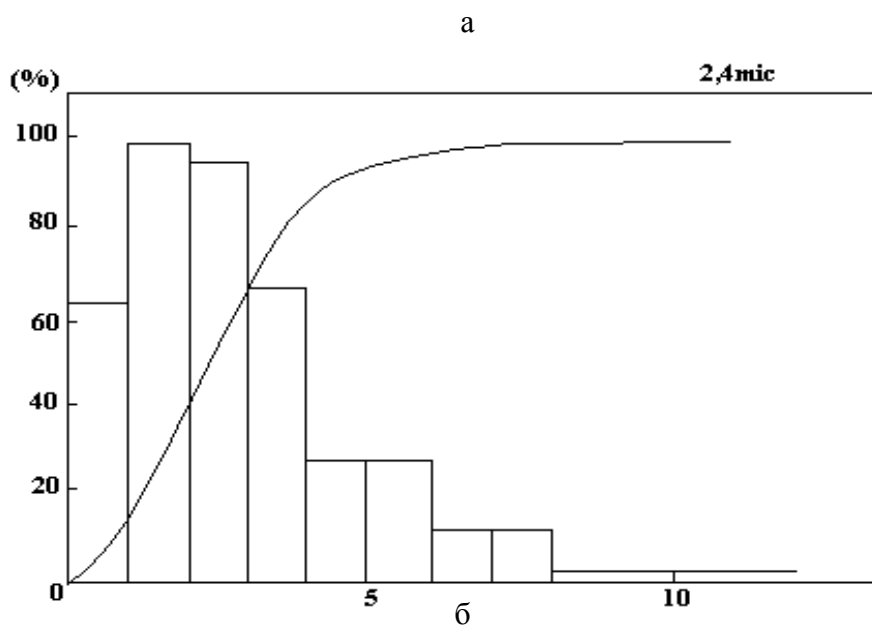


Рис. 1 – Дифференциальное распределение отмытого порошка карбида кремния с исходной дисперсностью: а – 5 мкм, б – 20 мкм после перемолки и центрифугирования.

Используя вышеперечисленные технологические приемы, были получены опытные партии образцов высокоплотной керамики на основе карбида кремния методом горячего прессования следующих составов (табл. 1).

Таблица 1 – Плотность и политипный состав керамики SiC-AlN.

№	$\rho \times 10^3$, кг/м ³	Политип	T, К	% вес. AlN
1	3,165 ± 0,01	6Н,15R	2170	10
2	3,212 ± 0,01	6Н,15R	2170	30
3	3,217 ± 0,01	2Н,4Н	2170	50
4	3,221 ± 0,01	2Н	2170	70
5	3,223 ± 0,01	2Н	2170	90

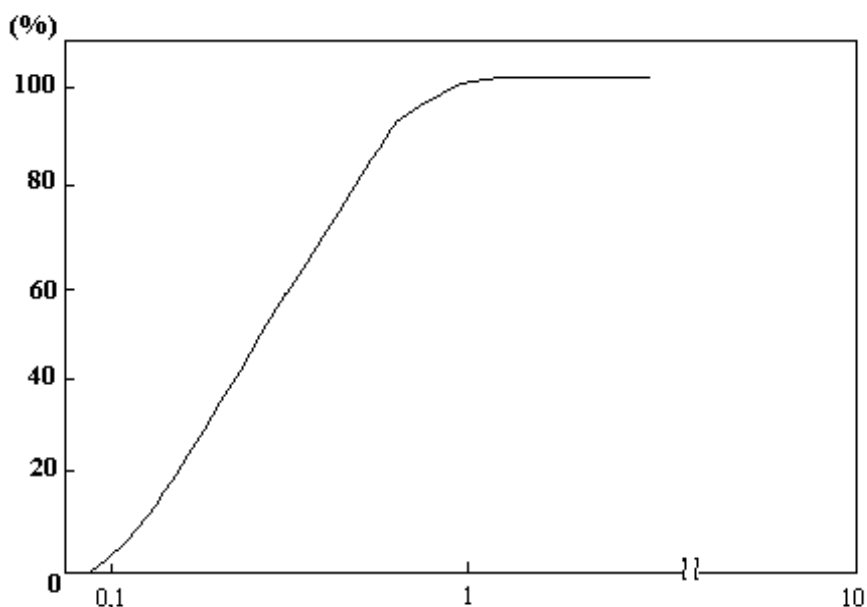


Рис. 2 – Гранулометрический анализ плазмохимического нитрида алюминия

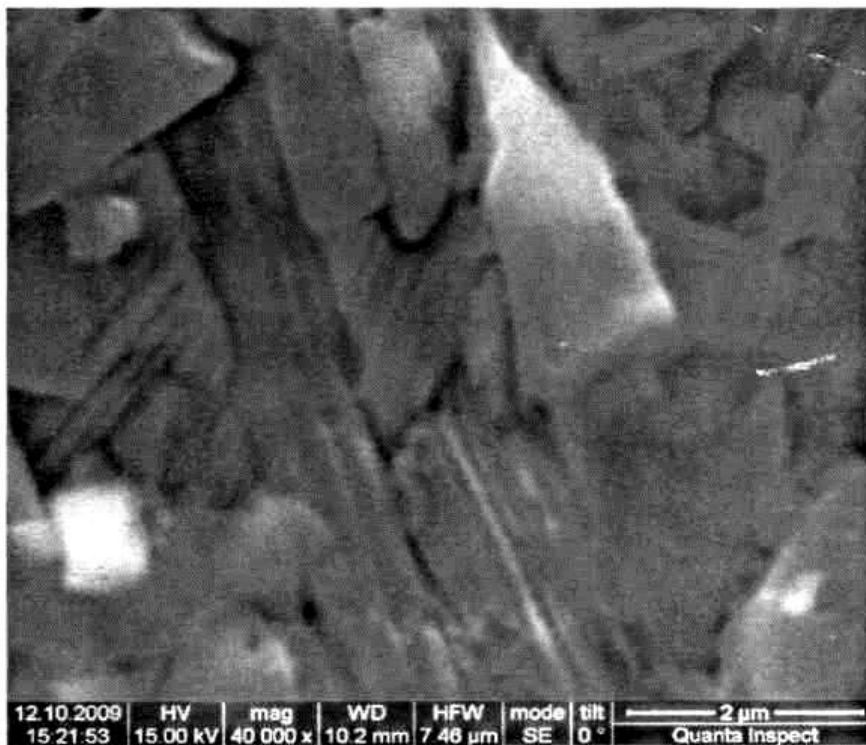
Целью работы также было исследование структурных особенностей керамики SiC – AlN, исследование процессов структурообразования и фазовых превращений в керамических материалах на основе карбида кремния.

Для исследования микроструктуры керамики в данной работе был использован метод растровой электронной микроскопии. На РЭМ можно исследовать общий характер структуры всей поверхности объекта при малых увеличениях и детально изучить любой интересующий исследователя участок при больших увеличениях. Большая разрешающая способность РЭМ при работе в режиме регистрации вторичных электронов служит причиной того, что именно он используется при изучении топографии поверхности (поверхность излома, протравленного шлифа и др.). При формировании изображения в режиме детектирования вторичных электронов появление композиционного контраста невелико. Для проведения микроструктурного анализа керамического образца растровый электронный микроскоп работал в режиме SE (режим вторичных электронов). Угол падения сфокусированного пучка – 0° , то есть при нормальном падении пучка.

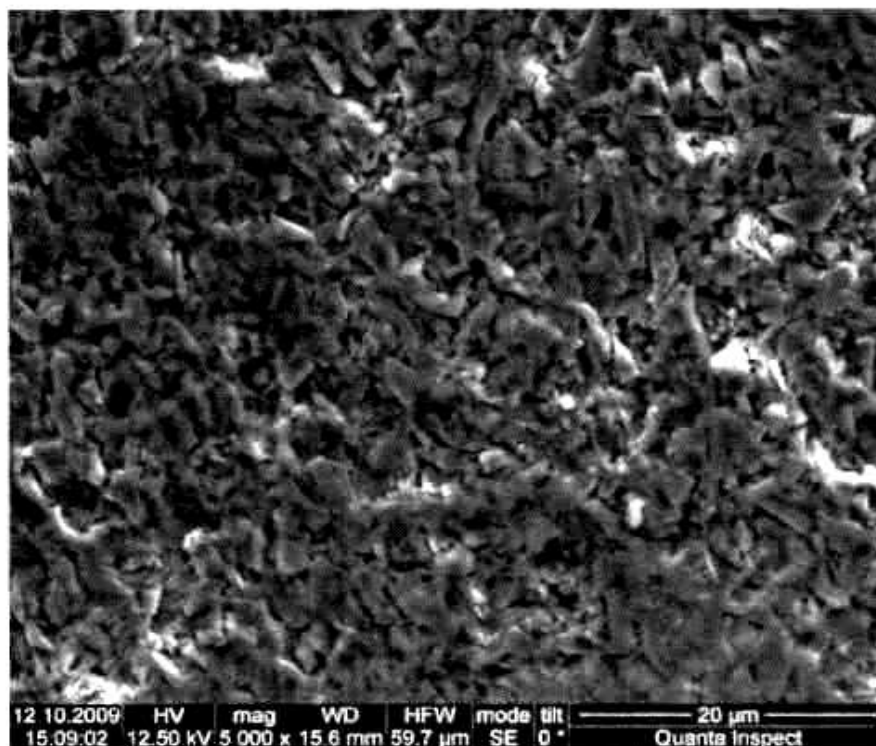
Перед испытанием образцы были тщательно очищены, чтобы не образовывались газообразные продукты, затрудняющие получение требуемого вакуума для работы микроскопа. Очистка образца проводилась в различных растворителях с использованием ультразвука.

На рис. 3 показана морфология исследуемого керамического образца при значениях ускоряющего напряжения 12,5 и 15 кВ. Средний размер зерна

по полученным данным составляет 2 – 5 мкм. Присутствуют также нанозерна размерами менее 100 нм.



а



б

Рис. 3 – Морфология образца керамики SiC – AlN (30 вес. % AlN): а – при $U = 15$ кВ, б – при $U = 12.5$ кВ.

Качественный химический анализ образца керамики SiC – AlN на элементы Si, Al, N, C был проведен с помощью методов растровой электронной микроскопии при разрешении детектора – 127 эВ. Излучение проводилось по самым ярким спектрам в режиме Ka. Используемый метод требует предварительного травления шлифа, поэтому для снятия нарушенных слоев образец керамики подвергался химическому травлению в расплаве KOH при температуре 750 К в течение 20 минут при периодическом перемешивании. Это позволило добиться полного стравливания нарушенных слоев и получения почти зеркальной поверхности, что позволило одновременно осуществить локальный микрорентгеноспектральный анализ химического состава образца.

Для анализа было выбрано самое крупное зерно. Брался средний спектр излучения по всему образцу. Скорость счетчика детектора пропорциональна концентрации того элемента, содержание которого определяется.

Как видно из изображения, полученного с помощью данной методики (рис. 4), исследуемая частица с размером ~ 1 мкм содержит значительное количество кремния и углерода, и малое количество алюминия и азота. По периферии этого зерна наблюдается увеличение концентрации алюминия и азота, что говорит об образовании твердого раствора карбида кремния с нитридом алюминия в приповерхностном слое.

Фазовый анализ играет важнейшую роль при получении и исследовании свойств получаемого материала. Особый интерес представляет фазообразование в горячепрессованном карбиде кремния. На структуру и состав SiC–керамики при этом влияют различные среды и температуры спекания, а также доля содержания минерализирующих и модифицирующих добавок.

В работе приведены результаты фазового анализа керамического образца SiC – AlN (70 % вес. SiC), полученного методом горячего прессования при использовании технического карбида кремния.

Исследование проводилось методом растровой электронной микроскопии с помощью РЭМ Quanta Inspect. Эффект композиционного контраста позволяет на РЭМ наблюдать и ранжировать по среднему атомному номеру имеющиеся в образце фазы.

Используя метод композиционного контраста РЭМ можно выявить фазы, границы зерен и установить характер распределения элементов по сечению зерна, химический состав различных включений. Наблюдаемый зеренный контраст используется для выявления различных дисперсных фаз.

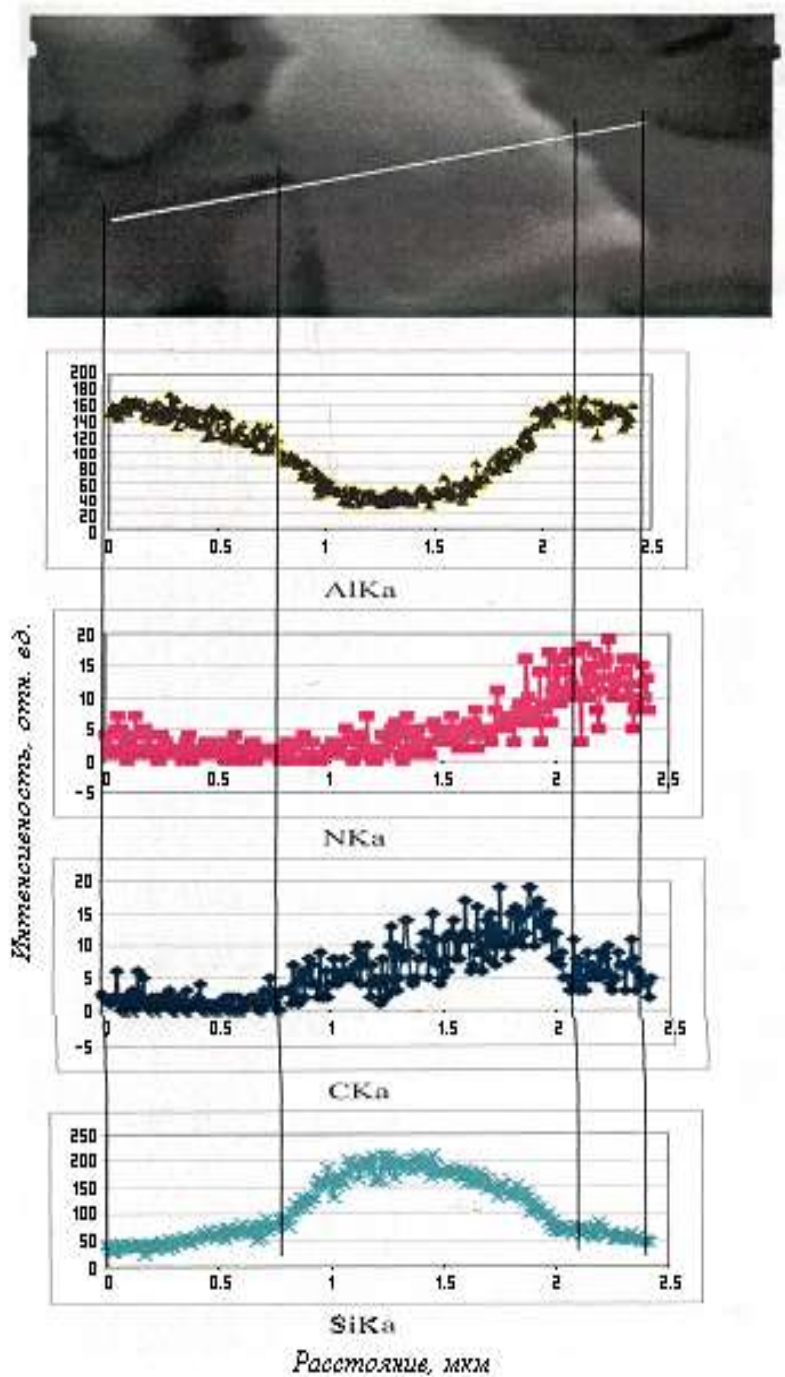
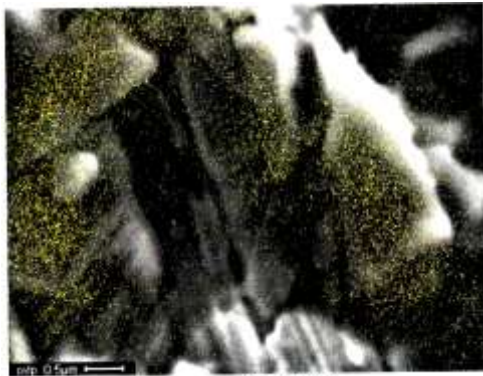


Рис. 4 – Результаты элементного анализа керамики SiC – AlN (30 вес. % AlN)

В результате исследований были получены фотографии морфологии образца с распределением фаз по всему образцу (рис. 5).

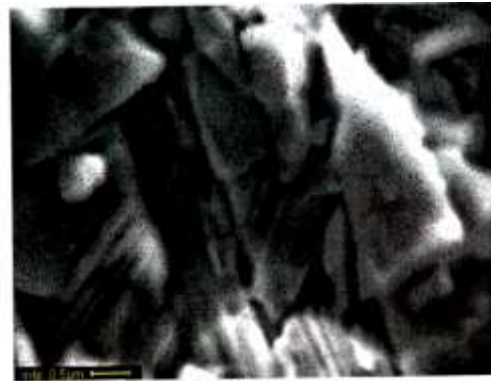
На рисунке 5 видно, что углерод распределен равномерно по всему образцу, а кремний распределился в виде карбидных цепочек.

Полученные результаты позволяют установить закономерности синтеза композитной керамики на основе карбида кремния и нитрида алюминия методом горячего прессования, а также оптимизировать технологию ее получения.



SE+SiKa

а



SE+CKa

б

Рис. 5 – Результаты фазового анализа керамики SiC – AlN (30 % вес. AlN): а – распределение фазы Si, б – распределение фазы C.

Работа выполнена при финансовой поддержке госзадания Минобрнауки России в сфере научной деятельности.

Список литературы: 1. Гнесин Г.Г. Карбидокремниевые материалы / Г.Г. Гнесин. – М.: Металлургия, 1977. – 216 с. 2. Гегузин Я.Е. Физика спекания / Я.Е. Гегузин. – М.: Наука, 1984. – 311 с. 3. Сафаралиев Г.К. Состав, структура и диэлектрические свойства керамических материалов системы SiC – AlN / [Г.К. Сафаралиев, Ш.Ш. Шабанов, С.А. Садыков и др.] // Неорганические материалы. – 2013. – Т. 49, № 1. – С. 33 – 37.

Referens: 1. Gnesin G.G. Karbidokremnievye materialy / G.G. Gnesin. – Moscow. : Metallurgija, 1977. – 216 s. 2. Geguzin Ja.E. Fizika spekanija / Ja.E. Geguzin. – Moscow: Nauka, 1984. – 311 s. 3. Safaraliev G.K. Composition, structure, and dielectric properties of SiC-AlN ceramic materials / [G.K. Safaraliev, Sh.Sh. Shabanov, S.A. Sadykov i dr.] // Inorganic Materials. – 2013. – Vol. 49, № 1. – P. 57 – 61.

Поступила в редколлегию (Received by the editorial board) 30.07.2014

УДК 541.123.2-666.3

Высокоплотные керамические материалы на основе карбида кремния с добавками нитрида алюминия // Г.К. САФАРАЛИЕВ, Ш.Ш. ШАБАНОВ, Г.Д. КАРДАШОВА, Р.Р. АХМЕДОВ // Вісник НТУ «ХПІ». – 2014. – № 53 (1095). – (Серія: Хімія, хімічна технологія та екологія). – С. 104 – 112. – Бібліогр.: 3 назв. – ISSN 2079-0821.

Роботу присвячено встановленню закономірностей синтезу і технологічних аспектів утворення керамічних матеріалів на основі карбиду кремнію та нітриду алюмінію методом гарячого пресування, а також дослідженню її структурних властивостей. В роботі наведено результати фазового аналізу керамічного зразку SiC – AlN (70 % ваг. SiC), одержаного методом гарячого пресування при використанні технічного карбиду кремнію.

Ключові слова: карбід кремнію, нітрид алюмінію, керамічні матеріали, гаряче пресування, спікання, структура, фазовий аналіз.

High-density ceramic materials based on silicon carbide with additions of aluminum nitride / G.K. SAFARALIEV, SH.SH. SHABANOV, G.D. KARDASHOVA, R.R. AHMEDOV // Visnyk NTU «KhPI». – 2014. – № 53 (1095). – (Series: Khimiya, khimichna tekhnolohiya ta ecolohiya). – P. 104 – 112. – Bibliogr.: 3 names. – ISSN 2079-0821.

Work is devoted to establishment of regularities of synthesis and technological aspects of formation of ceramic materials on the basis of carbide of silicon and aluminum nitride by a method of hot pressing, and also to research of its structural properties. Results of the phase analysis of a ceramic sample of SiC – AlN are given in work (70 % weight. SiC), the hot pressing received by a method when using technical carbide of silicon.

Keywords: silicon carbide, aluminum nitride, ceramic materials, hot pressing, agglomeration, structure, phase analysis.

УДК 666.762

Г.Д. СЕМЧЕНКО, д-р техн. наук, проф., НТУ «ХПІ»,

В.В. ПОВШУК, асп. НТУ «ХПІ»,

О.М. БОРИСЕНКО, канд. техн. наук, ст. препод., ХНЕУ, Харків,

О.Є. СТАРОЛАТ, наук. співроб., НТУ «ХПІ»

ВПЛИВ КОМПЛЕКСНОГО МОДИФІКАТОРА НА ВЛАСТИВОСТІ ПЕРИКЛАЗОВУГЛЕЦЕВИХ МАТЕРІАЛІВ ІЗ ВМІСТОМ 15 – 20 % ГРАФІТУ

Вступ. Впровадження нових технологічних процесів в металургії суттєво впливає на стан вогнетривкої промисловості [1].

Інтенсифікація технологічних процесів при виробництві та переробці сталі ставить вогнетривкі футерівки в більш жорсткі умови в процесі служби в металургійних агрегатах: конвертерах, ковшах, електропечах, установках піч-ківш тощо [2].

Проблеми підвищення якості металу, покращення техніко-економічних показників в металургійній промисловості пов'язано з рівнем виробництва та якості вогнетривких матеріалів [3].

У виробництві формованих вогнетривких виробів намітилася тенденція зменшення випуску до мінімуму звичайних вогнетривів, зниження виробництва матеріалів, в технології яких використовували пеки та кам'яновугільні

© Г.Д. Семченко, В.В. Повшук, О.М. Борисенко, О.Є. Старолат, 2014

смоли в якості зв'язок, зростає використання в металургії більш якісних окси-