

МАСШТАБИРУЕМЫЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ НАНОКОМПОЗИТОВ ДЛЯ УСТРОЙСТВ ГЕНЕРАЦИИ ИМПУЛЬСНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДАЛЬНОГО ИНФРАКРАСНОГО ДИАПАЗОНА

¹Институт материаловедения АН, Республики Узбекистан, г. Ташкент

²Белорусский государственный университет, Республика Беларусь, г.Минск

Методами электронной микроскопии, рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии рентгенофазового анализа установлены микроструктура и состав фаз нанокерамической керамики в системе оксидов Cr_2O_3 - SiO_2 - Fe_2O_3 - CaO - Al_2O_3 - MgO - CuO , полученной модифицированным методом керамической технологии.

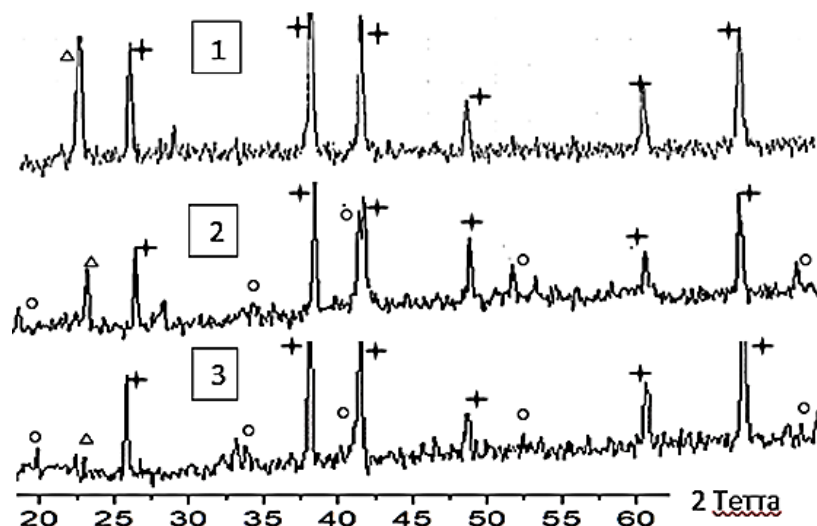
Получение и исследование нанокерамических материалов является важным этапом в создании техники нового поколения. Так в последнее время была разработана специальная керамика для создания нового типа инфракрасного излучения - импульсного излучения дальнего ИК-диапазона. Как оказалось, устройства на основе этого материала имеют широкое прикладное значение с точки зрения эффективного применения для медицины, машиностроения, для низкотемпературной стерилизации и сушки, в том числе продукции сельского хозяйства без разрушения их полезных свойств [1]. Одной из главных особенностей применения таких устройств является их энергосберегающий эффект. Однако, для получения этой керамики в настоящее время используется маломасштабная гелиотехнология. Модулированное, импульсное ИК излучение дальнего диапазона, создается за счёт имеющейся микроструктурной гетерогенности на наноуровне, которая возникает при температурах приблизительно около 3000 градусов при последующей быстрой закалке материала [2]. Данная керамика в своей основе имеет перовскитоподобную кристаллографическую структуру на основе хромитов, алюминатов, цирконатов редкоземельных и других металлов с широким спектром добавок, определяющих те или иные её функциональные свойства. В этом случае основой создания уникального ИК излучения являются межфазные границы аморфных или метастабильных наночастиц керамики с основными фазами композита.

Вместе с тем дальнейшее развитие данной отрасли требует увеличения объема производства, что невозможно в рамках существующей технологии. В настоящей работе разрабатываются пути масштабирования процесса синтеза нанокерамических композитов за счет применения новых модифицированных методов керамической технологии, которые развиваются авторами работы [3]. Так предлагается проводить синтез в условиях термомеханического воздействия (ТМВ) на порошкообразный материал. В этом случае взаимодействие, протекает при комплексном воздействии тепловых и механических факторов, что обеспечивает одновременное сочетание диффузионного и дислокационного механизмов переноса вещества. Тогда за счёт увеличения избыточной свободной энергии в процессе локального роста температуры и давления системы в момент столкновения мельющих тел образуются, в том числе, неравновесные фазы. Область их температурной стабильности в обычных условиях не совпадает с рассматриваемым диапазоном используемых температур. Удельная поверхность порошков, синтезированных методом ТМВ оказалась не столь значительной и дает основание говорить о том, что главной причиной изменения реакционной способности при термомеханической обработке является не столько уменьшение размеров частиц порошков, сколько увеличение концентрации их дефектов.

В случае второго варианта, предлагаемого модифицированного керамического метода для синтеза, в качестве исходных компонентов вместо оксидов были использованы карбонаты. Тогда при термообработке в области температур от 200 до 800 °С, при подъёме температуры, происходит в этом случае разложения карбонатов, что обеспечивает существенное возрастание концентрации дефектов. Это дефектность увеличивает скорость протекания химических реакций и соответственно образования продуктов ре-

акций. Для исследования был взят состав керамики в системе оксидов $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CuO}$. Устройства, изготовленные на основе этого состава, нашли применение в области теплообмена и фотокаталитических процессов. Исходные порошки подвергались высокоэнергетическому диспергированию и дополнительная их термообработка после каждого диспергирования проводилась при температурах 900, 1000, 1200 °С.

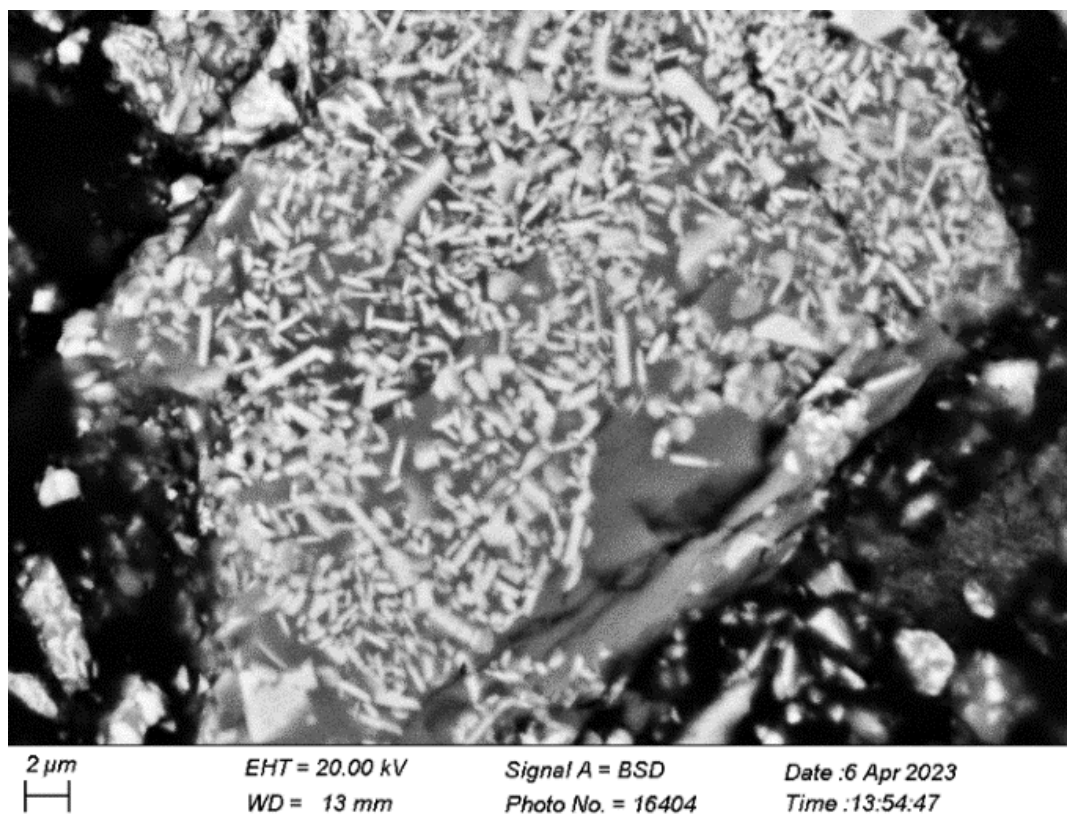
Количественный анализ микроструктурных особенностей и морфологии полученных композитов был проведён с помощью электронной микроскопии в режимах анализа излучения рассеянных электронов, картирования поверхности и получения диффузионных профилей концентрационного распределения элементов на границах раздела фаз. В случае использования ТМВ рентгенофазовый анализ показал, что основными фазами образовавшегося нанокompозита являются SiO_2 и твердый раствор $(\text{Fe,Cr})_2\text{O}_3$ (Рисунок 1).



★ - фаза на основе $(\text{Fe,Cr})_2\text{O}_3$, ○ - фаза на основе SiO_2 , △ - фаза со структурой шпинели.
Рисунок 1 – Спектр рентгеновской дифракции для образцов, полученных метом ТМВ -1, после активации - 2, полученный из карбонатов -3

Остальные компоненты CaO , Al_2O_3 , MgO , CuO , которые представлены в небольшом количестве, распределяются в данных фазах. Вместе с тем отмечается, что в спектре есть ещё рефлексы, метастабильных фаз возникших в результате обработки порошка в условиях ТМВ. Для окончательной способности этих керамических порошков генерировать импульсное ИК излучение была проведена их активация, также импульсным инфракрасным излучением дальнего диапазона длин волн. Эти импульсы имели острый фронт и соответствующую интенсивность. В случае ТМВ оказалось, что такая активация привела к фазовым изменениям с образованием дополнительной третьей фазы, которая имеет структуру шпинели и представляет собой твердый раствор следующих соединений MgFe_2O_4 , CuFe_2O_4 , CaCr_2O_4 , SiFe_2O_4 . Было также установлено, что фазы, присутствующие в нанокompозитах, синтезированных в данном исследовании, совпадают с фазами материала, полученного по гелиотехнологии.

Установлено в последствии, что испытания, изготовленных с применением данного материала приборов, также показали совпадение их технических характеристик, с аналогичными характеристиками устройств, в которых рабочий слой был синтезирован по трудно масштабируемой гелиотехнологии в специальной солнечной печи. Было замечено, что повышение дефектности при использовании карбонатов в качестве исходных компонентов привело возникновению аналогичных трёх типов фаз продукта сразу после синтеза ещё до активации порошка. То есть в данном случае ускоренной массоперенос обеспечил более быстрое протекание химических реакций (Рис. 2).



темный цвет - SiO_2 , светлый цвет - $(\text{Fe,Cr})_2\text{O}_3$, серый цвет – шпинель
Рисунок 2 - Микрофотографии образца из карбонатов системы Cr-Si-Fe-Ca-Al-Mg-Cu-O (обжиг 1200 °C)

При исследовании микроструктуры и морфологии полученной керамики в условиях исследования поверхности в режиме рассеянных электронов, вследствие различия коэффициента отражения электронов для элементов, отличающихся атомными номерами, на изображениях поверхности образцов появляется контраст для имеющихся фаз. Определение составов этих фаз проводилось методом рентгеновского энергодисперсионного анализа. Установлено, что между фазами образуются плотные, без промежутков, границы. Этот факт является важным обстоятельством с точки зрения объяснения механизма генерации импульсного ИК излучения, которое происходит именно на границах раздела фаз. При этом количественный энергодисперсионный анализ подтвердил результаты рентгенофазового анализа.

Таким образом использование модифицированной керамической технологии помогает найти эффективные пути синтеза многокомпонентной керамики для генерации импульсного инфракрасного излучения дальнего диапазона, аналогичной керамике, произведённой в высокотемпературном режиме на гелиоустановке

Список литературы

- [1] Рахимов Р. Патент США № № US 5,707,911, - 13.01.1999.
- [2] Рахимов Р. Патент США № US 6,200,501 B1, 13.03.2001.
- [3] Летюк Л.М., Паньков В.В., Литвинов С.В., Механизм образования MnZn ферритов в условиях термовибропомолы // Порошковая металлургия. – 1988. – № 11. – С. 36 – 41.

Работа выполнена при финансовой поддержке Государственной научно-технической программы РУз в рамках научного гранта № ФА-Ф-4-005 и в рамках проекта Узбекистан-Беларусь IL-4821091614, а также Белорусского фонда фундаментальных исследований, договор № X22УЗБ-033.