

NEWS

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

SERIES OF BIOLOGICAL AND MEDICAL

ISSN 2224-5308

Volume 3, Number 315 (2016), 73 – 77

THE SYNTHESIS OF THE DIBORIDE NANOPOWDER

G. K. Milieuva¹, Z. A. Mansurov², S. J. Lesbekov¹, D. E. Kudasova¹, D. A. Daulbai¹¹M. Auevov South Kazakhstan state university, Shymkent, Kazakhstan,²Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: dariha_uko@mail.ru

Key words: diboride, nano, thermometer, x-ray analysis, self-propagating high-temperature synthesis.

Abstract. Modern materials ensure the operation of machines and instruments at high temperatures, pressure, speed and aggressive environmental conditions. Among anoxic- and slowly floating materials that meet modern requirements, boride and boride containing materials are of particular importance.

For the synthesis of boride containing materials the best way is self-propagating high-temperature synthesis (SHS). Advantages of the SHS in comparison with the classical methods are that it is possible not to use large equipments and to obtain savings in energy, time since the SHS process occurs instantly and is the most advantageous in the synthesis of hard floating materials.

In this work we studied the problem of obtaining nanostructured titanium diboride by the method of SHS and its properties. It is installed dependence of output of the nanopowder on the concentration of sodium chloride and temperature of combustion of the starting materials.

ӘӘЖ 628.35

ДИБОРИД НАНОҰНТАҚТАРЫН СИНТЕЗДЕУ

Г. К. Майлиева¹, З. А. Мансуров², С. Ж. Лесбекова¹, Д. Е. Кудасова¹, А. Д. Дауылбай¹¹М. Ауезов атындағы ОҚМУ, Шымкент, Қазақстан,²Институт Проблем горения, Алматы, Қазақстан

Түйін сөздер: диборид, наноұнтақ, пирометр, рентгенофазалы талдау жасау, өздігінен таралатын жоғарғы температуралы синтез.

Аннотация. Заманауи материалдар машина жұмысын, жоғары температура, қысым, жылдамдықтағы аппаратура механизмін және қоршаған ортаның агрессивті шартын қамтамасыз етуі қажет. Осы талаптарға жауап беретін оттектен баяу балкитын қосылыстар ішінде борид және борид құрамды материалдар маңызды орын алады.

Борид құрамды отқа төзімді материалдарды синтездеуде қазіргі кезде ең қолайлы тәсіл өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез (ӨЖС) процесі болып табылады. Оның дәстүрлі әдістен айырмашылығы үлкен көлемді құрылғылармен жұмыс істемейді, сондықтан энергия шығымы аз жұмсалады және синтез уақыты өте қысқа, осыған байланысты ӨЖС-процесін қиын балкитын қосылыстар мен материалдар, яғни керамика, қатты құйма, жапқыш және тағы басқалар синтезінде кеңінен қолданылады.

Жұмыста наноқұрылымды титан диборидін өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез әдісін қолдану арқылы алу мәселесі және материалдың қосымша беріктілік пен отқа төзімділік қасиеттерінің артуы нақты зерттелген.

Титан диборидінің жану температураларының диаграммалары тұрғызылу арқылы диборидтің нанобөлшектерін алу процесі натрий хлоридінің концентрациясына жану температурасына тәуелді екендігі анықталды.

Кіріспе. Қазіргі заманғы материалдар машина жұмысын, жоғары температурада, қысымда, жылдамдықтағы аппаратура механизмін және қоршаған ортаның агрессивті шартын қамтамасыз етуі қажет. Осы талаптарға жауап беретін оттексіз баяу балқитын қосылыстар ішінде борид және боридқұрамды материалдар маңызды орын алады [1]. Олар жоғары температурада жұмыс істегенде эрозиялық және коррозиялық тұрақты, салыстырмалы түрде жоғары электр және жылу өткізгіштік көрсетеді, түсті металдармен әрекеттеспейді, суық және қызған күйде механикалық әсерге берік. Осы қасиеттеріне қарай металлургияда да кеңінен қолданылады.

Борид құрамды отқа төзімді материалдарды синтездеуде қазіргі кезде ең қолайлы тәсіл өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез (ӨЖС) процесі болып табылады. Оның дәстүрлі әдістен айырмашылығы үлкен көлемді құрылғылармен жұмыс істемегендіктен энергия шығымы аз кетеді және синтез уақыты өте қысқа, сондықтан ӨЖС-процесін қиынбалқитын қосылыстар мен материалдар, яғни керамика, қатты құйма, жапқыш және тағы басқалар синтезінде кеңінен қолданылады [2].

Жұмыста нанокұрылымды титан диборидін өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез әдісін қолдану арқылы алу мәселесі және материалдың қосымша беріктілік пен отқа төзімділік қасиеттерінің артуы нақты зерттелген.

Титан диборидінің түзілу механизмі оны синтездеудің әр түрлі әдістерінде әр алуан және әрбір нақтылы жағдайда жүретін процестердің кинетикалық факторларымен және бастапқы заттардың күйімен – ұнтақ бөлшектерінің ірілігімен, олардың тазалығымен және т.б. анықталады.

Шикізат ретінде: бор қышқылы, титан оксиді, мағний ұнтағы қолданылды. Ұнтақ қоспалар араластырылу, пресстелу арқылы алынған үлгілер ауада ӨЖС жүргізуге жіберілді, аралық өнім қайта ұнтақталған соң тұз қышқылымен 1:1 қатынасында бейтарапталды [3].

Жану температурасы 600-ден 3000°C-ке дейінгі аралықтағы температураларды өлшеуге арналған Raytek 3-1М пирометрімен өлшенді. Температураны өлшеу кезіндегі қателік, өлшеу жүргізіліп жатқан температуралық интервалға байланысты. Соған байланысты 1500°C дейінгі температураларды өлшеуде қателік $\pm 0,5\%$ -ін, 1500–2000°C-ге дейінгі интервалда, алынған температураның $\pm 1\%$ -ін құрайды, ал 2000°C-ден жоғары температураларды өлшеуде, алынған температуралардың $\pm 2\%$ -не дейін жетуі мүмкін. Алынған мәліметтерді, нақты уақыт аралығында, компьютерден шығару үшін, прибордың қосымша стандартты PS-232C протоколын қолданатын порты бар. Соның арқасында температураны, экспериментті басынан аяғына дейін жүргізуде, қадағалауға болады. Прибордың температураны табуының уақыт интервалы- 0,5 с-ті құрайды [4, 5].

Рентгеноқұрылымдық және рентгенофазалық анализ «ДРОН-4М» дифрактометрінде, $20^\circ \approx 10^\circ - 70^\circ$ интервалында жұмыс істейтін, кобальт $C_{\alpha}K_{\alpha}$ сәулелермен шағылыстыру арқылы жасалынды.

Үлгілердің рентгенофазалық анализі

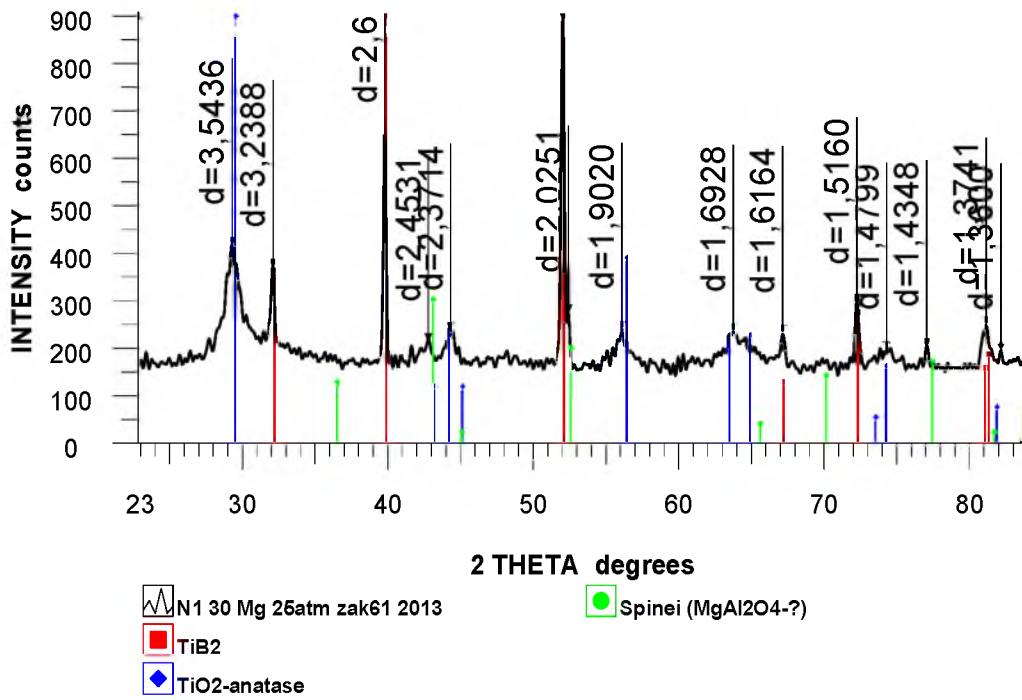
Үлгі № 1 (30% Mg, 25 атм)

Үлгінің нәтижесі:

TiB₂.....54,5 %

TiO₂-anatase.....42,6 %

Spinel (MgAl₂O₄-?).....2,9 %

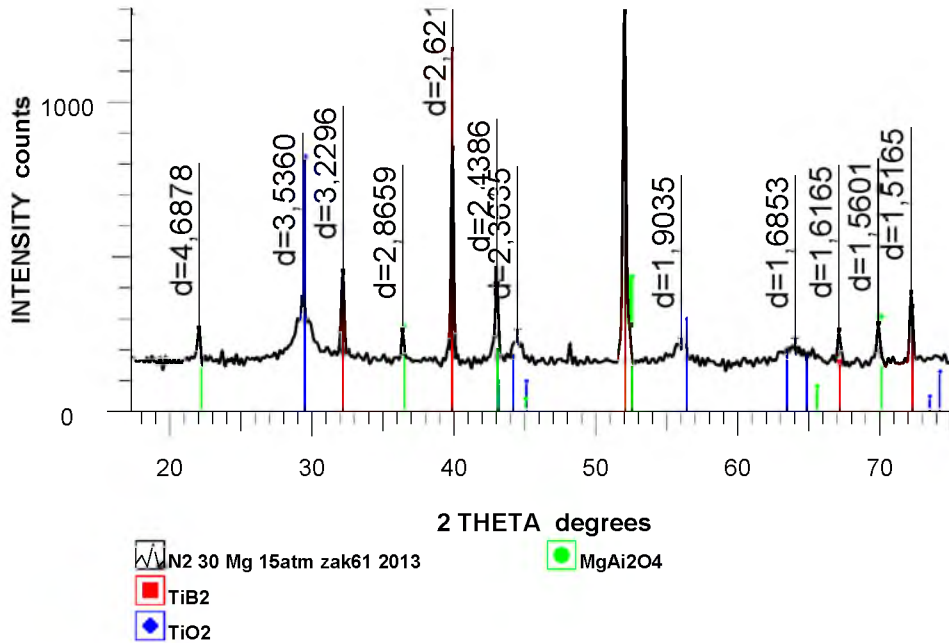


1-сурет – Үлгінің дифрактограммасы № 1 (30% Mg, 25 атм)

Үлгінің нәтижесі:

- TiB₂.....62,0 %
- TiO₂-anatase.....22,6 %
- Spinel (MgAl₂O₄-?).....15,4 %

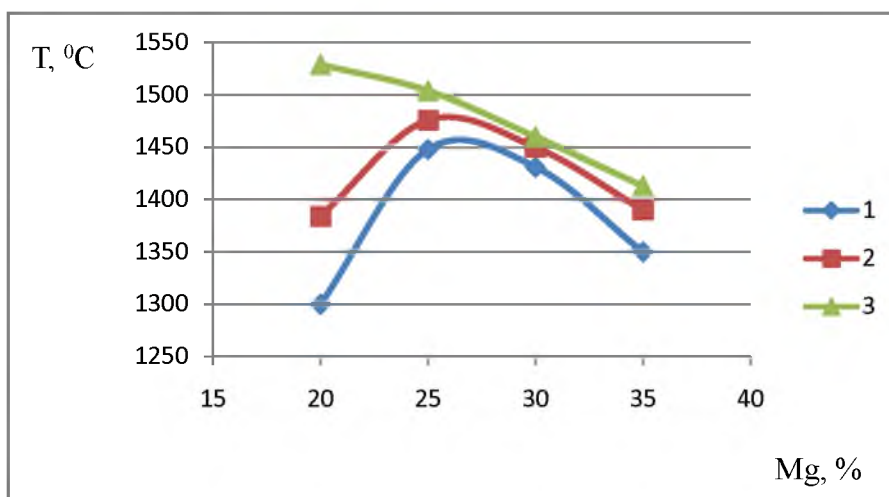
Алынған шпинельдер MgAl₂O₄ дифрактограммасына өте ұқсас, ал MgTi₂O₄ және Mg₂TiO₄ мүлдем ұқсамайды.



2-сурет – Үлгінің дифрактограммасы № 2 (30% Mg, 15 атм)

Рентгенофазалық анализ нәтижесі бойынша TiB_2 – 54,5 % құрайды.

Жүйедегі компоненттердің массалық үлесінің өзгерісі процестің жүруіне әсерін тигізетіндігі байқалды. Жүйедегі Mg-дің массалық үлесін 20-35% аралығында өзгерте отырып процестің жүрілуінің белсенді аумағы анықталды. Осы анықталған аумақта (25-30%) процестің жүру қарқындылығы артып, температураның максималды мәні анықталды. Сонымен қатар, алынған диборидті зерттеу нәтижесінде оны синтездеу процесі NaCl қоспасының концентрациясына тәуелділігі байқалды. Оның оптимальді концентрациясын анықтауға тәжірибе жасалды, температура-концентрация тәуелділігі қарастырылды.

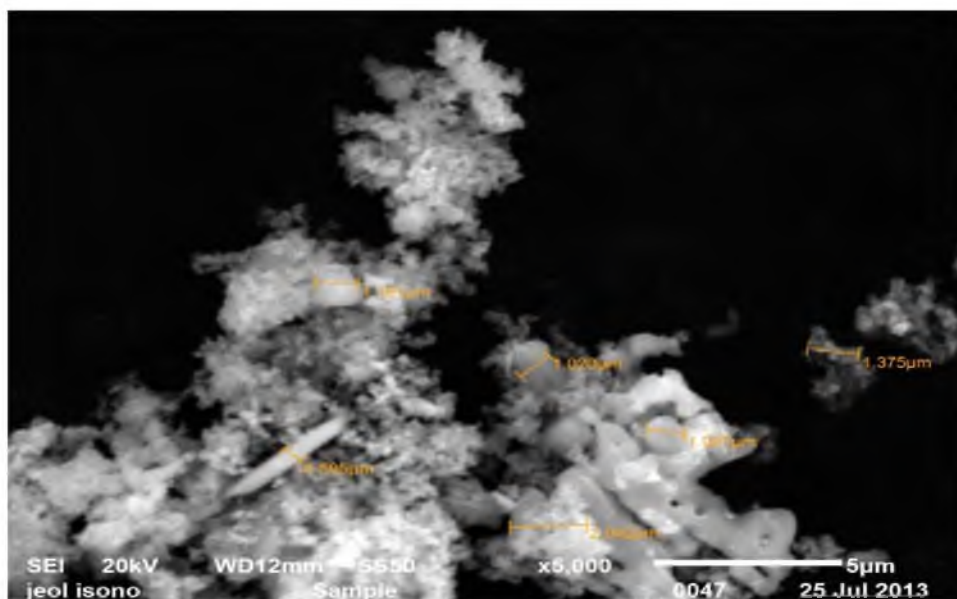


3-сурет – $TiO_2 + 2H_3BO_3 + 5Mg + 2NaCl$ жүйесінің атмосферадағы сызбасы:
1 көк сызық – 5% NaCl; 2 қызыл сызық – 10% NaCl; 3 жасыл сызық – 15% NaCl

Жоғарыдағы графикте көрсетілгендей NaCl-дің жүйе құрамындағы массалық үлесінің артуына байланысты үлгілердің жану температурасы жоғарылап, процестің жылдамдығы артты. Жану процестерінде алғашқы толқын таралуын стационарлы режимінің жеке еместігі анықталды.

Электрондық-микроскопиялық анализ электрондық жарық өткізгіш Jem-100CX; U-100kv микроскопында жүргізілді.

Электронды микроскопта жасалған анализ нәтижесінде ӨЖ-синтез және қышқылмен өңдеуден соң диборид титанның TiB_2 наноөлшемді бөлшектері түзілгендігі анықталды:



СЭМ нәтижесі бойынша біркелкі емес 100 нм 2 мк дейін түтікше формалы диборид нанобөлшектері алынды.

Сонымен, үлгілердің жану температураларының диаграммалары тұрғызылу арқылы диборидтің нанобөлшектерін алу процесі натрий хлоридінің концентрациясына жану температурасына тәуелді екендігі анықталды. 15% пайыздық натрий хлориді 1529°C ғрадус температурада өнімнің шығымы көп және қаттылық қасиеттері жоғары болатындығы көрсетілді.

ӘДЕБИЕТ

[1] Сычев А.Е., Мержанов А.Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез наноматериалов // Успехи Химии. – 2004. – Т. 73, № 2. – С. 157-158.

[2] <http://www.lgz.ru>.

[3] Еремин В.В., Дроздов А.А. Нанохимия и нанотехнологии. – М.: Дрофа, 2009.

[4] Получение и исследование наноразмерных частиц Fe₃O₄ с сильным магнетизмом / Guo Can-Xiong, Duan Xue, Zhang Mi-lin. // Fine Chem. – 2002. – 19, № 12. – P. 707-710. (РЖХ 2003–10Б2.625).

[5] Пат. 2194666 РФ. Наноструктурные окиси и гидроксиды и способы их синтеза / Т.Д. Ксиао, П.Р. Стратт, Б.Х. Кепар, Х. Чен, Д.М. Вонг; заявл. 18.11.97.; опубл. 20.12.02., БИ № 35.

REFERENCES

[1] Sychev A.E., Merzhanov A.G. Samorasprostranjajushhijsja vysokotemperaturnyj sintez nanomaterialov // Uspеhi Himii. 2004. T. 73, N 2. P. 157-158.

[2] <http://www.lgz.ru>.

[3] Eremin V.V., Drozdov A.A. Nanohimija i nanotehnologii. M.: Drofa, 2009.

[4] Poluchenie i issledovanie nanorazmernih chastic Fe₃O₄ s sil'nym magnetizmom. /Guo Can-Xiong, Duan Xue, Zhang Mi-lin. // Fine Chem. 2002. 19, N 12. P. 707-710. (RZhH 2003–10B2.625).

[5] Pat. 2194666 RF. Nanostrukturnye okisi i gidrookisi i sposoby ih sinteza / T.D. Ksiao, P.R. Stratt, B.H. Kear, H. Chen, D.M. Vong; zajavl. 18.11.97.; opubl. 20.12.02., BI № 35.

СИНТЕЗ НАНОПОРОШКА ДИБОРИДА

Г. К. Майлиева¹, З. А. Мансуров², С. Ж. Лесбекова¹, Д. Е. Кудасова¹, А. Д. Дауылбай¹

¹ЮКГУ им. М. Ауезова, Шымкент, Казакстан,

²Институт Проблем горения, Алматы, Казакстан

Ключевые слова: диборид, нанопорошок, пирометр, рентгенофазовый анализ, самораспространяющийся высокотемпературный синтез.

Аннотация. Современные материалы должны обеспечивать работу машин и аппаратур при высоких температурах, давлении, скорости и агрессивных условиях окружающей среды. Среди бескислородно- и медленноплавающих материалов, соответствующих современным требованиям, борид и боридсодержащие материалы имеют особое значение.

Для синтеза боридсодержащих материалов самым выгодным способом является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС). Преимущества СВС по сравнению с классическими методами заключается в том, что можно не пользоваться большегабаритными устройствами и получить экономию в количестве энергии, во времени, так как процесс СВС протекает мгновенно и является самым выгодным при синтезе трудноплавающих материалов.

В работе изучены проблемы получения наноструктурного диборида титана методом СВС и его свойства. Установлена зависимость выхода нанопорошка от концентрации хлорида натрия и температуры горения исходных материалов.

Поступила 04.05.2016 г.