

**Исследование влияния частоты механоактивации компонентов шихты на процесс получения пористых материалов самораспространяющимся высокотемпературным синтезом**

*Малик А.А., Закусилов В.В., Рыжков А.А.*

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск, Россия*

**Введение**

Механоактивация материалов в мельницах является наиболее распространенной технологической операцией в современном производстве.

В исследовании рассмотрены направления развития работ по внедрению механохимических технологий для активации продуктов — создания материалов с необходимыми свойствами. Дана оценка перспективности механохимических технологий для получения материалов высокого качества с требуемыми свойствами, обеспечивающих долговечность, специальные и эксплуатационные свойства.

Целью исследования является изучение воздействия частоты, с которой осуществляется механоактивация, на получаемый материал, при постоянной величине времени воздействия.

**Теоретическая часть**

**Механоактивация** — активирование твердых веществ их механической обработкой. Измельчение в ударном, ударноистирающем или истирающем режимах приводит к накоплению структурных дефектов, увеличению кривизны поверхности, фазовым превращениям и даже аморфизации кристаллов, что влияет на их химическую активность. [1] Механоактивация — процесс образования вещества с большей химической активностью, вследствие предварительной механической обработкой. Механоактивация происходит, когда скорость накопления дефектов превышает скорость их исчезновения. Это реализуется в так называемых энергонагружаемых аппаратах: центробежных, планетарных и струйных мельницах, дезинтеграторах и др., где сочетаются высокие частота и сила механического воздействия.

**Области применения планетарных мельниц [2]:**

- химическая промышленность;
- производство керамики;
- производство строительных материалов, сухих строительных смесей;
- производство и регенерация катализаторов;
- производство абразивных материалов;
- измельчение пигментов;
- порошковая металлургия;
- горнодобывающая промышленность;
- активация концентратов руд для гидрометаллургии и пирометаллургии;
- производство фармацевтических препаратов;
- производство косметических композиций;
- производство удобрений;
- переработка трудноизмельчаемых твердых отходов;
- синтез новых материалов.

**Классы обрабатываемых материалов [3]:**

- оксиды (например,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $MgO$ ,  $ZnO$  и др.)
- карбиды ( $SiC$ ,  $B_4C$ ,  $TiC$  и др.)
- нитриды ( $AlN$ ,  $Si_3N_4$  и др.)
- металлы, интерметаллиды и их сплавы ( $W$ ,  $Mo$ ,  $NiTi$  и др.)
- композиционные материалы природного и синтетического происхождения (шунгит, бокситы, керметы, ситаллы и др.)
- твердофазные отходы
- растительное сырьё

**Следствия механохимической активации [4]:**

- снижение температуры спекания продуктов помола
- улучшение механических свойств материалов (снижение пористости, повышение прочности и улучшение пластических свойств и др.)
- повышение реакционной способности твердых реагентов

Часть механической энергии, подведенной к твердому телу во время активации, усваивается им в виде новой поверхности, линейных и точечных дефектов. Известно, что

химические свойства кристаллов определяются наличием в них дефектов, их природой и концентрацией.

Механоактивация смеси численно равна суммарному изменению свободной энергии системы под действием механических сил.

Одно из главных положений механоактивации заключается в том, что может быть механоактивация без измельчения, но не может быть измельчения без активации. Отсюда следует, что, во-первых, нельзя разделить измельчение и активацию: любое измельчение есть активация, так как под действием внешних сил увеличивается запас энергии измельчаемого вещества хотя бы за счет увеличения поверхностной энергии; во-вторых, любой измельчающий аппарат является механоактиватором.

Помол в любом аппарате даёт активацию обрабатываемого материала в большей или меньшей степени.

Каждый компонент в смеси играет свою собственную роль, имеет характерное строение кристалла, различную твёрдость, способность к размалываемости и активации. В связи с этим, каждый компонент смеси необходимо активировать в соответствии с его свойствами по отдельному режиму механоактивации.

Для механоактивации различных компонентов смеси необходимо регулировать вес помольной загрузки за счёт использования мелющих тел, изготовленных из различных материалов (в нашем эксперименте мы использовали металл).

#### Экспериментальные установки

В нашем эксперименте мы использовали шаровую планетарную мельницу АГО – 2С.



Рис. 1. Шаровая планетарная мельница АГО-2С

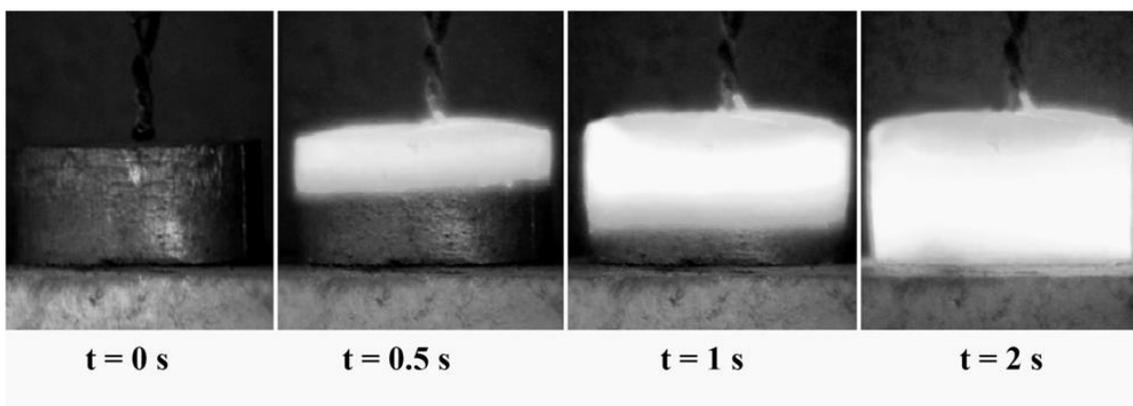


Рис. 2. Протекание СВ-синтеза

Планетарная шаровая мельница АГО-2С предназначена для быстрого сверхтонкого измельчения сверхтвёрдых порошковых материалов, получения субмикронных и нанопорошков и механоактивации материалов.

АГО-2С имеет 2 барабана по 150мл предназначена для быстрого (несколько минут) измельчения различных (в том числе сверхтвёрдых) порошковых материалов в лабораторных и полупромышленных условиях.

Технические характеристики АГО-2С:

- Количество барабанов 2
  - Вместимость барабана, мл 150
  - Загрузка барабана максимальная, г
    - мелющими телами 250
    - обрабатываемым материалом 100
  - Режим работы дискретный
  - Мощность электродвигателя, кВт 1,1
  - Расход воды для гидростатических опор и охлаждения, л/мин 2,0
- Габаритные размеры, мм 500x220x370
- Масса транспортная, кг 65
  - Питание 380V, 50Hz

Мельница АГО-2У комплектуются таймерным блоком управления и может быть выполнена в варианте с автономной системой охлаждения.

В планетарных мельницах непрерывного действия имеются 2 барабана, вращающиеся вокруг центральной оси и одновременно вокруг собственных осей в противоположном направлении (как планеты вокруг солнца). В барабаны загружаются мелющие шары и исходный материал для измельчения. Частицы материала измельчаются, претерпевая множество соударений с мелющими телами и стенками барабана. Эффективность планетарных мельниц обусловлена высокой кинетической энергией мелющих тел, которую они приобретают благодаря многократно увеличенной плотности и высокой скорости их движения. Попадая в среду сверхвысоких контактных взаимодействий внутри барабанов, материалы не только измельчаются, но и «заряжаются» энергией, которая может очень сильно изменить их физические и химические свойства.

#### Реактор для проведения СВ - синтеза

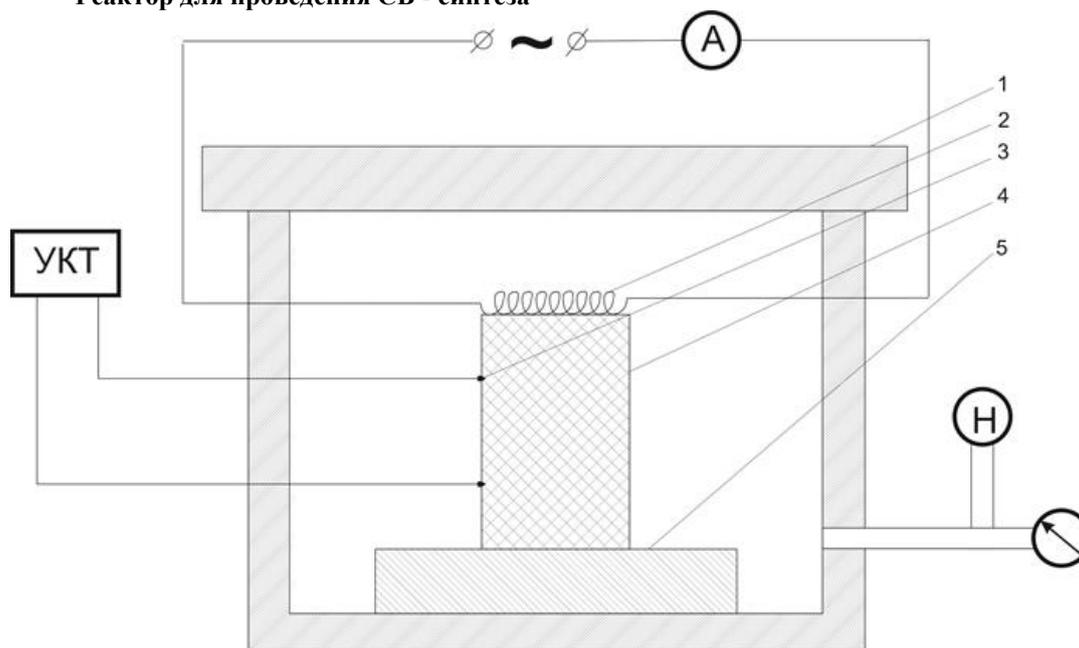


Рис. 3. Экспериментальная установка для получения СВС-материалов: 1 – корпус установки; 2 – иницилирующая спираль; 3 – термопара; 4 – образец; 5 – теплоизолирующая подставка; УКТ – универсальный контроллер температуры; Н – вакуумный насос

#### Методика эксперимента

Металлы, измельченные до состояния порошка, смешиваются в необходимой пропорции, согласно стехеометрическим расчетам. После чего данную смесь поместили в контейнер со свинцовыми шариками и, плотно закрыв установили её в мельницу. Когда процесс измельчения был закончен, данную смесь пропустили через сито и взвесили, чтобы узнать потери при проведении эксперимента. Потом, отмеряя определённое количество смеси, помещали её в форму

и начинали процесс прессования при неизменном промежутке времени. После чего данную таблетку помещали в экспериментальную установку для получения СВС–материалов к ионизационной спирали и подносили к таблетке микротермопару, чтобы знать температуру образца. Далее закрывали крышку установки для получения СВС–материалов и откачивали воздух, после этого начинали постепенно нагревать образец. Также был проведён опыт вне вакуума, где был виден сам процесс СВС. Полученные результаты занесены в таблицу.

Сводный отчет по измерениям удельной поверхности При механической активации образца  $TiO_2$ -B-Ni-Al в течение 10 минут.

Таблица 1. Механоактивация  $TiO_2$ -B-Ni-Al в течении 10 минут

Код образца	Масса, г	Измеренное значение Ауд, м <sup>2</sup> /г	Коэффициент корреляции
1 - 1	0,4573	6,979 ± 0,1420	0,99935
1 - 2	0,685	6,772 ± 0,0515	0,99991
3 - 1	0,5777	7,496 ± 0,0707	0,99986
3 - 2	0,5757	7,594 ± 0,0259	0,99998
5 - 1	0,694	8,787 ± 0,0517	0,99995
5 - 2	0,6619	9,736 ± 0,1400	0,99968
7 - 1	1,249	11,44 ± 0,6740	0,99468
7 - 2	0,8537	11,10 ± 0,0628	0,99995
9 - 1	0,702	7,965 ± 0,0596	0,99992
9 - 2	0,702	7,894 ± 0,0191	0,99999

Далее построили зависимость частоты механоактивации и измеренного значения.

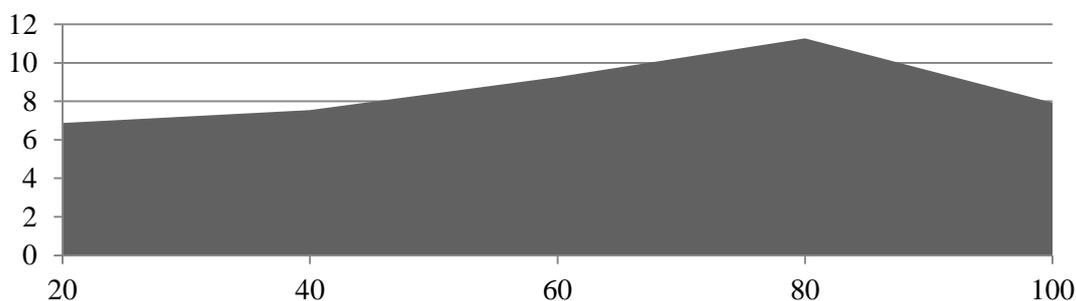


Рис 4. Зависимость частоты механоактивации и измеренной площади частиц порошка

#### Выводы:

Механоактивация открывает для реального производства новые возможности. Интеграция технологии в атомную промышленность даст не только более экономичные способы получения порошков, но и открывает качественно новые возможности практического применения знаний в области механоактивации, механохимического синтеза и механохимического легирования, получения таких материалов, которые можно использовать в самых различных условиях эксплуатации реактора, захоронении отходов и т.д.

#### Список литературы:

1. Лякишев Н.П. Энциклопедический словарь по металлургии. — М.: Интермет Инжиниринг. 2000. [1]
2. Тонкое измельчение и аттестация порошков [Электронный ресурс] <http://active-nano.ru/index.php> (дата обращения 20.11.2014) [2]
3. Группа компаний промышленный сервис «Леотек», Сферы применения, механоактивация [Электронный ресурс] (дата обращения 20.11.2014) <http://www.leotec.ru/catalog/detail.php> [3], [4].