

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТОГО МАТЕРИАЛА ПО ДАННЫМ ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

А. Е. Попова, К. В. Скирдин

Научный руководитель – д.т.н., профессор О. В. Казьмина

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, г. Томск пр. Ленина 30, aer20@tpu.ru

Важным аспектом технологии синтеза пористых стеклокомпозитов типа пеностекла, является соответствие выбранного температурного режима физико-химическим превращениям в композиции [1].

Однозначное описание физико-химических процессов возможно за счет создания модели по результатам применения чувствительных методов анализа, например, термогравиметрического (ТГ). В работе использован термографический анализ для разработки технологии пористого стеклокомпозита на основе маршалита (М) и микрокремнезема (Мк) по одностадийной щелочной технологии.

Цель работы – определение температурного режима синтеза пористого стеклокомпозита типа пеностекла по одностадийной щелочной технологии по результатам моделирования физико-химических процессов на основе данных термогравиметрического анализа.

Термогравиметрические кривые для композиций на основе маршалита и микрокремнезема с различной концентрацией раствора NaOH (рисунок 1) можно условно разделить на 3 участка.

Каждому участку соответствует определённая температура: T_1 – температура начала потери массы; T_2 – температура окончания потерь массы на втором участке; T_3 – температура завершения процесса силикатообразования. Все исследованные составы соответствуют соотношению $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 5,7$, с 30 % заменой М на Мк, изменяется лишь концентрация раствора NaOH, через изменение количества воды в композиции.

На основании данных термогравиметрического анализа (рисунок 1) установлено, что с увеличением концентрации раствора NaOH увеличиваются температуры T_1 , T_3 ; уменьшаются потери массы Δm_2 и Δm_3 , а температура T_2 не изменяется. Установленная зависимость увеличения T_1 при увеличении концентрации раствора NaOH связана с образованием меньшего количества воды в свободной форме (чем меньше воды в свободной форме тем при более высоких температурах начинается процесс удаления влаги). При большей концентрации раствора NaOH так

же образуется менее водные кристаллогидраты ($\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$) с меньшим количеством структурированной на их поверхности воды ($p\text{H}_2\text{O}$), что приводит к уменьшению потери массы Δm_2 обусловленной удалением сначала структурированной воды и далее дегидратацией кристаллогидратов. Что приводит к уменьшению количества вторично сорбированной воды ($p\text{H}_2\text{O}$) на поверхности дегидротированного силиката натрия, соответствующего потери массы Δm_3 . Вторичной сорбции наиболее вероятно подвержена преимущественно вода, находящаяся в кристаллогидратах и удаляемая при более высоких температурах, соответственно потеря массы Δm_3 определяется водностью кристаллогидратов силиката натрия.

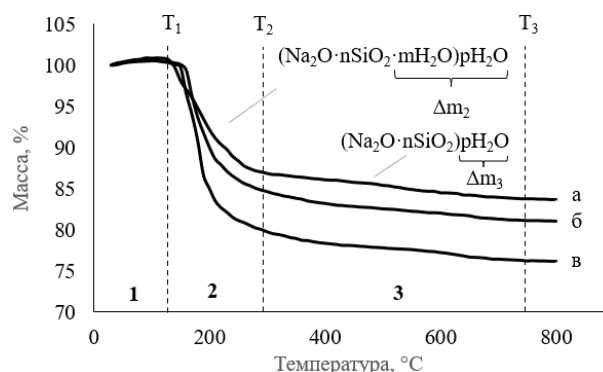


Рис. 1. Термогравиметрические кривые композиций на основе маршалита, микрокремнезема и раствора NaOH различной концентрации, масс. %: а – 60; б – 50; в – 40

В результате обобщения данных о протекающих физико-химических превращениях разработан режим нагревания, обеспечивающий сохранение выраженной пористой структуры: сушка при температуре $T_2 = 220^\circ\text{C}$ (30 минут) с последующим нагревом при 850°C (30 минут).

При синтезе без сушки при температуре вспенивания материал теряет пористую структуру, благодаря большой потери массы (Δm_2). В случае, когда вспенивание шихты происходит за счет небольшого количества воды Δm_3 , образуется равномерно пористая структура.

Список литературы

1. Skirdin K. V., Miskovets A. Yu., Kazmina O. V. *Influence of silica fume on the production process and properties of porous glass composite* //

Chemchemtech, 2023. – V. 66. – № 1. – P. 84–92.

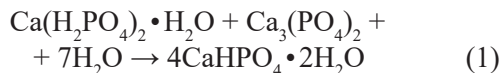
БИОРЕЗОРБИРУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ОКТАКАЛЬЦИЕВОГО ФОСФАТА ДЛЯ РЕГЕНЕРАЦИИ КОСТНОЙ ТКАНИ

Ю. Р. Рассолова, А. М. Мурашко
Научный руководитель – к.х.н., доцент Я. Ю. Филиппов

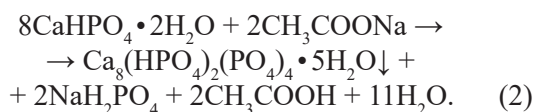
Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова
119991, Россия, Москва, Ленинские Горы, д. 1, стр. 73, rassuliya555@gmail.com

Наиболее перспективно в области регенеративной медицины создание материалов с приемлемыми механическими характеристиками, которые со временем растворяются во внутренней среде организма, способствуя росту нативной костной ткани. Особый интерес представляют реакционно-связанные материалы (PCM), которые сочетают в себе высокую растворимость, характерную для цементов и высокую прочность, свойственную керамике. В данной работе в качестве основы для реакционно-связанных материалов был выбран октакальциевый фосфат (ОКФ), который оказывает стимулирующее воздействие на образование костной ткани, а также является прекурсором при формировании костного апатита. Таким образом, данная работа направлена на получение и исследование реакционно-связанных материалов на основе ОКФ.

Для синтеза ОКФ использовали двухстадийный подход. На первой стадии в ходе реакции (1) синтезировали брушит из смеси β -ТКФ и МКФМ, которую спрессовывали в цилиндры, а затем помещали в воду на 24 часа.



Затем для получения ОКФ брушит подвергли гидролизу на протяжении 1 дня, 3 дней, 7 дней и 14 дней в ацетатном буфере при pH = 7,5 и температуре 40 °C, pH = 7 и 50 °C, pH = 6,5 и 60 °C (2).



На рис. 1 представлены зависимости содержания ОКФ от температуры и времени синтеза в полученных образцах. Данные рентгенофазо-

вого анализа подтверждают, что образовавшиеся на ранних этапах синтеза брушит и монетит полностью конвертируются в ОКФ, причем с увеличением температуры данный процесс осуществляется быстрее.

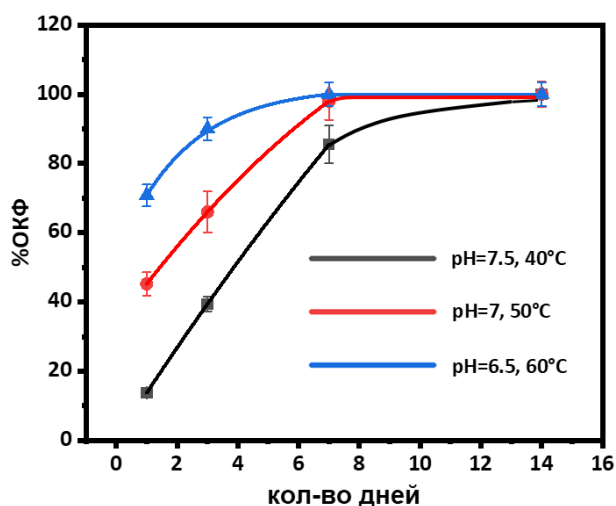


Рис. 1. Зависимость содержания ОКФ в PCM в зависимости от времени синтеза

По данным растровой электронной микроскопии, образовавшиеся кристаллиты брушита и ОКФ обладают пластинчатой морфологией. Для брушита размер частиц достигает 5 мкм, в то время как для ОКФ размер представлен частицами субмикронного размера.

Предел прочности для брушитового материала и материала на основе ОКФ составил $10,7 \pm 2,6$ МПа и $6,3 \pm 1,0$ МПа соответственно, что достаточно для медицинского применения. Модуль Юнга: $1,1 \pm 0,3$ ГПа и $0,7 \pm 0,1$ ГПа, что не превышает жесткость костной ткани – 1–20 ГПа, следовательно, материалы не будут экранировать механическую нагрузку.