

Список литературы

1. Wei Wena, Jin-Cheng Yao, Yu Luo, Lu-Lu Lai, Jin-Ming Wu // *Ceramics International*, 2018. – V. 44. – P. 4381–4384.
2. Medyankina I. S., Pasechnik L. A. // *AIP Conference Proceedings*, 2020. – V. 2313. – P. 050020.

СИНТЕЗ ПРОТОЭНСТАТИТОВОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ АКТИВИРОВАННОГО ГИДРОДИФТОРИДОМ АММОНИЯ ПРЕКУРСОРА

А. В. Меженин

Научный руководитель – д.т.н., профессор В. И. Верецагин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, avm106@tpu.ru

Введение. Керамика на основе метасиликата магния MgSiO_3 благодаря своим электрофизическим свойствам в настоящий момент широко используется при производстве высокочастотных диэлектриков для отечественной радиоэлектронной промышленности. Традиционная технология стеатитовой керамики подразумевает использование маложелезистого природного талька $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ с добавками глины и оксидов-модификаторов для получения материалов с фарфороподобной структурой, содержащих значительное количество (25–40 % мас. [1]) стеклофазы, являющейся основным источником диэлектрических потерь в керамике.

Стеатитовая керамика с минимальным содержанием стеклофазы может быть получена по ситалльной технологии или путем твердофазного синтеза из MgO и SiO_2 , недостатком данных способов является их энергоемкость. Альтернативой существующим технологиям является низкотемпературная обработка чистых разновидностей талька гидроdifторидом аммония NH_4HF_2 с последующей сублимацией летучих фтораммонийных комплексов кремния. Данный метод позволяет изменять химический и фазовый состав получаемой керамики за счёт обескремнивания исходного сырья, а также активировать порошковые прекурсоры в процессах синтеза и спекания [2]. Исследования в области получения протоэнстатитовой керамики на основе фторированного талька являются актуальными.

Цель работы. Получение протоэнстатитовой керамики на основе фторированного гидроdifторидом аммония талька.

Методика проведения работы. Исходный материал, прекурсор со стехиометрией метасиликата магния MgSiO_3 и удельной поверхно-

стью $22 \text{ м}^2/\text{г}$, был предварительно получен при фтораммонийной обработке онотского талька по способу, описанному в работе [3]. В качестве добавки-модификатора был использован ZnO квалификации ЧДА.

Образцы из чистого прекурсора и смесей прекурсора с добавкой ZnO в количестве 10–40 % мас., сформованные полусухим прессованием, обжигались при температурах 1300–1425 °С и исследовались гидростатическим методом для определения пористости и кажущейся плотности. Были исследованы прочностные и электрофизические свойства керамики, а также ее фазовый состав и микроструктура.

Результаты. Керамика на основе чистого прекурсора спекается при 1425 °С, имеет кажущуюся плотность $2,85 \text{ г}/\text{см}^3$ и предел прочности при сжатии 160 МПа. Она представляет собой монофазный мелкокристаллический протоэнстатитовый материал, в котором отсутствует фаза кристобаллита SiO_2 , образующегося при обжиге исходного талька и ухудшающего свойства материала.

Керамика, содержащая 10 % ZnO , спекается при 1325 °С, имеет кажущуюся плотность $3,13 \text{ г}/\text{см}^3$ и предел прочности при сжатии 660 МПа, что превышает прочность известных стеатитовых материалов практически в 2 раза (прочность керамики СК-1, измеренная в тех же условиях, составляет 345 МПа). Она не содержит стеклофазы, имеет малую закрытую пористость (относительная плотность 97 %) и мелкокристаллическую структуру со средним размером зерен 1–3 мкм, что обеспечивает надёжную стабилизацию фазы протоэнстатита.

Полученный материал обладает хорошими диэлектрическими свойствами: относительной диэлектрической проницаемостью 6,0 и

удельным электрическим сопротивлением 1014 Ом•см, что совпадает с показателями керамики СК-1, и тангенсом угла диэлектрических потерь $1,1 \cdot 10^{-4}$, что в 6 раз меньше, чем аналогичный показатель керамики СК-1.

Добавка ZnO до 10 % интенсифицирует твердофазное спекание керамики за счёт ускорения диффузии при изоморфном замещении Mg^{2+} на Zn^{2+} и образовании оливиновых твёрдых

растворов состава $(Zn, Mg)_2SiO_4$, что также способствует разрыву образующих протоэвстатит пироксеновых цепочек и его мелкой кристаллизации. Увеличение количества ZnO до 20–40 % приводит к образованию фазы виллемита Zn_2SiO_4 , повышению температуры спекания выше 1350 °С и снижению предела прочности при сжатии до 190 МПа.

Список литературы

1. Аветиков В. Г., Зинько Э. И. *Магнезиальная электротехническая керамика*. – М.: «Энергия», 1973. – 184 с.
2. Вакалова Т. В., Кравченко В. В., Горбатенко В. В. // *Новые огнеупоры*, 2014. – 4. – С. 27–32.
3. Sharafiev Sh. M., Pogrebenkov V. M. // *Refractories and Industrial Ceramics*, 2020. – 61. – 2. – P. 200–200.

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА ТЕРМОСИНТЕЗА НА ХАРАКТЕРИСТИКИ КАТОДНОГО МАТЕРИАЛА NMC С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ НИКЕЛЯ

Д. С. Меняйлов

Научный руководитель – к.т.н., ведущий инженер ООО «РЭНЕРА» (ГК «Росатом») С. А. Резвов

НИ ТПУ, ГБПОУ НСО «НХТК им. Д. И. Менделеева»

г. Новосибирск, ул. Земнухова, д. 6, кв. 80, DmitriiMenailov@gmail.com.

Основным катодным материалом для применения в быстрорастущем сегменте ЛИА для электромобилей в настоящее время является литированный оксид никеля, марганца, кобальта (NMC) с различным мольным соотношением соответственно (его химическая формула: $Li[Ni_xCo_yMn_z]O_2$, где $x+y+z=1$). Требование увеличения содержания Ni для повышения плотности энергии препятствует широкой коммерциализации катодов типа NMC 811. Причины: высокая поверхностная реактивность, смещение $Ni(2+)/Li(+)$, фазовый переход, микротрещины, растворение переходных металлов и т. д.

Режимы синтеза определяют характеристики катодного материала. В лаборатории НХТК им. Д. И. Менделеева по разработанному с участием специалистов ПАО «НЗХК» и ООО «РЭНЕРА» лабораторному технологическому регламенту синтезирован катодный материал NMC из хлоридов никеля, марганца и кобальта методом осаждения гидроксидов с использованием в качестве осадителя гидроксида лития. Переменный показатель – температура высокотемпературного синтеза. Анализ проведен по показателям: pH водной вытяжки, плотности с

утряской, удельной поверхности, элементному составу.

Показатель pH определяется методом потенциометрии, основанный на измерении потенциала электрода, погруженного в анализируемый раствор. Проводились измерения pH водной вытяжки четырех образцов, синтезированных при температурах 600, 800, 900 и 1000 °С.

Измерение pH материала NMC показали соответствие требованиям и закономерность уменьшения показателя и содержания лития в образцах с повышением температуры синтеза за счет его испарения.

Элементный состав исследуемого материала определялся методом атомно-эмиссионной спектроскопии. Содержание основных элементов определялось в разбавленной в 100 раз пробе, в пробы без разбавления исследовали на содержание примесей. В таблице 2 представлено процентное содержание основных элементов и примесей в исследуемых веществах (в навесках).

При максимальной температуре синтеза содержание лития – наименьшее. Установлено несоответствие содержания некоторых элементов