

СИНТЕЗ И МОДИФИКАЦИЯ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ, ОСНОВАННОЙ НА НАНО ПОРОШКЕ КВАРЦА

© *Труфанов Д. Ю.*, Институт теоретической
и прикладной механики СО РАН
Россия, г. Новосибирск
E-mail: trufanov@itam.nsc.ru

В данной работе представлен метод создания пористой керамики на основе наноразмерного порошка диоксида кремния «Таркосил», синтезированы различные типы керамики с варьирующейся пористостью и удельной поверхностью, исследовано влияние максимальной температуры спекания на свойства.

Далее из получившейся пористой керамики был изготовлен адсорбент для фильтра и испытан в пригодности очищать питьевую воду. Для более детального изучения фильтра были проведены исследования на сильно загрязненной воде с массовой долей оксида железа 0.13%.

Ключевые слова: нанотехнологии, нанопорошки, пористая керамика, адсорбент, удельная поверхность.

В Институте теоретической и прикладной механики имени С.А. Христиановича СО РАН совместно с институтом ядерной физики СО РАН налажен процесс синтеза наноразмерных порошков основанный на испарении исходного сырья мощным пучком электронов.

На основе порошка полученного этим способом синтезирована пористая керамика. Для преодоления межчастицных сил препятствующих сжатию порошка использовалась дистиллированная вода, порошок смачивался, затем полученная суспензия высыхала при нормальных условиях с образованием компактов, удельная поверхность которых как и у исходного порошка составляла $80 \text{ м}^2/\text{г}$.

Полученные заготовки спекались при различных максимальных температурах от 600 до $1100 \text{ }^\circ\text{C}$. Темп нагрева от комнатной температуры до максимальной был одинаков для всех образцов и составлял $4^\circ \text{ C}/\text{мин}$. Низкий темп нагрева был выбран для того, чтобы избежать разрушения образцов при удалении из них связанной воды. После 180-минутной выдержки при максимальной температуре печь отключалась, и остывала до комнатной температуры в течение 12 часов.

Сначала измерялась удельная поверхность образцов керамики, спеченных при различной температуре спекания — 600, 700, 800, 900, 950, 1000, 1050, 1075 и 1100 °С, а также неспеченного (а только спрессованного) образца керамики.

Удельная поверхность измерялась методом адсорбции и десорбции газа с использованием автоматического адсорбционного прибора “Сорби-М” (адсорбтивом являлся азот). Образец помещался в жидкий азот, и через него пропускалась смесь газов азота и гелия, на выходе измерялся состав газа. После чего образец нагревался, связанный с поверхностью азот высвобождался, и состав газа измерялся повторно.

На рис. 1 показана зависимость удельной поверхности $S_{уд}$ керамики из диоксида кремния таркосил от максимальной температуры спекания керамики T_c (на рисунке неспеченный и лишь спрессованный образец соответствует температуре спекания 0 °С). Видно, что до температуры 900 °С удельная поверхность образцов керамики меняется незначительно и несущественно отличается от её величины для исходного порошка. Органолептически была проверена прочность получаемых образцов, она была достаточной, чтобы выдерживать существенные нагрузки. При увеличении температуры спекания более 900 °С удельная поверхность образцов существенно уменьшалась, а их прочность возрастала. При этом происходила заметная усадка керамики.

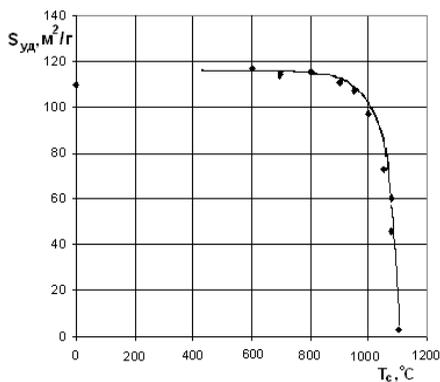


Рис. 1. Зависимость удельной поверхности керамики из порошка таркосил Т-20 от максимальной температуры спекания

При 1100°C заготовка принимала стекловидный вид и уже не имела открытой пористости, поэтому ее удельная поверхность была близка к нулевой.

Затем исследовалась пористость полученных образцов керамики. Она определялась по отношению веса сухих образцов и мокрых (выдержанных в воде около 10 минут и впитавших в себя воду).

На рис. 2 приведена зависимость объемной пористости m образцов керамики от температуры её спекания T_c . Видно, что примерно до $T_c \approx 800-900^\circ\text{C}$ пористость керамики остается постоянной (0,51-0,52), а при дальнейшем росте температуры спекания она начинает падать (до 0,32 при $T_c=1050^\circ\text{C}$, до 0,23 при $T_c=1075^\circ\text{C}$ и до нуля при $T_c=1100^\circ\text{C}$).

Далее были проведены эксперименты по изучению адсорпционных свойств такой керамики, для этого образца полученной керамики дробились для создания насыпной крупки для фильтра и увеличения площади адсорбции. Сначала высушенный компакт полученный без спекания изучался на пригодность в использовании в качестве адсорбента для улавливания примесей из водного раствора, в результате чего выяснилось что нахождение в проточной воде в течении двух суток такого вещества приводит к его разрушению. В связи с чем в дальнейшем использовались компакты подвергались частичному спеканию при температуре 800°C, эта температура выбрана из тех соображений что при ней еще не заметно падения удельной поверхности керамики, но уже имеет достаточную прочность чтобы противостоять разрушению водой.

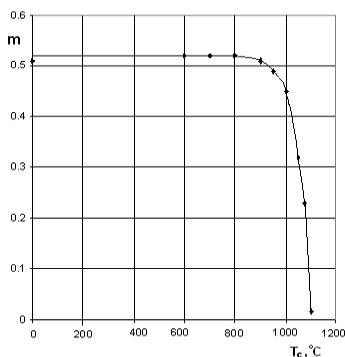


Рис 2. Зависимость пористости m образцов керамики от температуры её спекания T_c

Для испытания адсорбента, была выбрана вода, в которой изначально мало примесей, это позволит нам достоверно узнать свяжутся ли адсорбент загрязнения с поверхностью — в этом случае на поверхности будет постоянно наращаться концентрация примесей. Крупка из нашего адсорбента была помещена в фильтр и через нее было пропущено 7л. Питьевой воды. После чего было заметно что адсорбент менял окраску градиентно, по высоте картриджа. Степень загрязнения адсорбента менялась плавно снизу вверх по картриджу. Внизу, т.е. в начале пути, он был наиболее загрязнён. Поднимаясь вверх по картриджу, окраска адсорбента плавно менялась с бело-оранжевого до белоснежно белого (рис. 3). На рисунке видна эта разница.



Рис. 3 — Изменения в окраске адсорбента по высоте картриджа: 1 — адсорбент из дна картриджа; 2 — адсорбент с середины картриджа

Видно что основным загрязненным загрязнение, которое улавливает наш адсорбент это окислы железа в связи с чем дальнейшая работа проводилась на сильно загрязненной оксидами железа воде — массовая доля оксидов составляла 0.13%.

Адсорбционная емкость определяется количеством адсорбируемого вещества, поглощаемого адсорбентом в расчете на единицу массы или объема последнего. Значение этого показателя высоко, поскольку именно он в решающей степени влияет на величину капитальных затрат так как им определяется необходимое количество адсорбента и, соответственно, размеры используемых адсорбционных колонн.

Для измерения этого параметра, через 20 мл ёмкость, полностью заполненную нанокерамикой, пропустили 7 проб воды по 80 мл, с большим содержанием ржавчины — 0,13% от общей массы воды.

На пробе №7 внешний вид воды, пропущенной через фильтр, уже не отличался от исходной и измерения прекратились.

Результаты расчетов концентрации общей жесткости воды представлены в виде графика на рисунке 4.

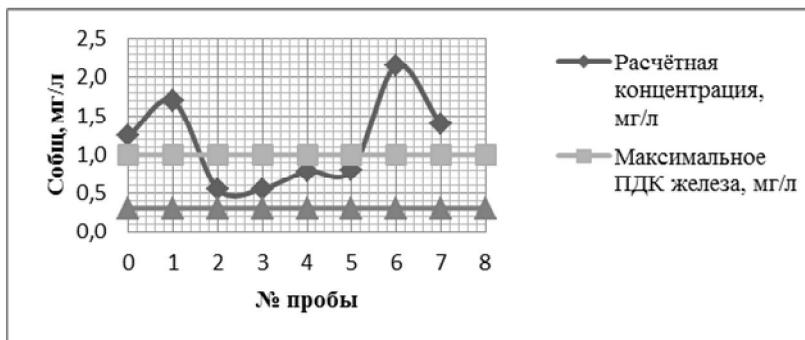


Рис. 4. Результаты расчётов концентрации общего железа

На рисунке 4 нулевая точка (0) — это вода, не пропущенная через адсорбент. Вторую точку графика можно списать на замутнёность воды из-за самого адсорбента при первой подаче воды через него. Обращая внимание на точки 2, 3, 4, 5 можно сказать, что исследуемый адсорбент справляется с задачей очистки воды от соединений железа вплоть до шестой пробы. Из этого следует, что адсорбент с насыпным объёмом в 20 мл в пределах нормы ПДК по железу может очищать воду объёмом 400 мл (напоминаем, что каждая проба по 80 мл). А значит, 1 мл насыпного объёма адсорбента может эффективно очищать 20 мл воды от соединений железа.

Выводы

В работе был проведен анализ пористости спекаемой керамики из наноразмерного порошка диоксида кремния «таркосил». Было показано, что удельная поверхность такой керамики меняется достаточно плавно.

Керамика достаточно прочная, чтобы не разрушаться при впитывании воды была использована в качестве адсорбента для водопроводной воды, и было показано, что она хорошо связывает окислы железа со своей поверхностью.

Для сильно загрязненного оксидом железа раствора воды (0.13% от массы воды) было получено, что адсорбент может отфильтровать

до нормы ПДК объем воды в 20 раз превышающий объем адсорбента.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-31-60076

Литература

1. Бардаханов С. П., Корчагин А. И., Куксанов Н. К., Лаврухин А. В., Салимов Р. А., Фадеев С. Н., Черепков В. В. Получение нанопорошков испарением исходных веществ на ускорителе электронов при атмосферном давлении // ДАН. 2006. Т. 409. № 3. С. 320–323.

SYNTHESIS AND MODIFICATION OF POROUS CERAMICS, BASED ON NANO POWDER QUARTZ

D. Yu. Trufanov, Institute of theoretical and applied mechanics,
Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Novosibirsk, Russia, E-mail: trufanov@itam.nsc.ru

This paper presents a method for creating porous ceramic-based nano-sized powder "Tarkosil" silica synthesized by different types of ceramics with varying porosity and specific surface area, we studied the effect of the maximum sintering temperature on the properties.

Then from the resulting porous ceramic was made for the adsorbent filter and tested suitability to clean drinking water. For a more detailed study of studies have been conducted on the filter highly contaminated water with a mass fraction of iron oxide 0.13%.

Keywords: nanotechnology, nanopowders, porous ceramics, adsorbent, surface area.