

Активация термохимической очистки высокодисперсных порошков с помощью ультразвука

Показана эффективность применения ультразвука в процессе термохимической очистки порошков оксида бериллия. Ультразвуковая активация позволяет уменьшить количество дополнительно вводимой в порошок очищающей добавки без снижения эффективности его очистки.

Ключевые слова: керамика, высокодисперсный порошок, спекаемость, ультразвук, щелочной гидроксид бериллия, выщелачивание, стеклофаза, термохимическая очистка.

Характерной особенностью спекания керамики из оксида бериллия ($> 99,5 \%$) является протекание процесса в твердой фазе. Данное обстоятельство обуславливает необходимость использования в технологическом процессе высокодисперсных порошков. С повышением дисперсности увеличиваются суммарная поверхностная энергия и контактная площадь соприкосновения зерен, возрастает дефективность строения, что создает более благоприятные условия для спекания и формирования оптимальной структуры [1]. Однако высокодисперсные порошки оксида бериллия, особенно те, которые получены по щелочной схеме, характеризуются повышенным содержанием отрицательно влияющих на спекаемость и электрофизические свойства керамики примесей и поэтому требуют дополнительной очистки [2]. В настоящей работе предпринята попытка оценить эффективность применения ультразвука в процессе термохимической обработки высокодисперсных порошков оксида бериллия на степень очистки их от примесей.

Для проведения исследований использовали порошки оксида бериллия, полученные из щелочного гидроксида бериллия. В качестве очищающей добавки была использована углекислая соль лития, которую вводили в порошок в количестве 2–5 %. Шихту обжигали в камерной электрической печи при температуре 800–1000 °С в течение 6 ч со скоростью подъема температуры 50 °С/ч. Прокаленные брикеты дробили до размера 1 мм, а затем измельчали в течение 4 ч в вибромельнице. Каждую партию измельченного порошка делили на две части: контрольную и экспериментальную. Все порошки подвергали химической очистке 5%-м раствором соляной кислоты при соотношении Т : Ж 1 : 7, время выщелачивания составляло 30 мин. Порошки экспериментальных партий во время смешивания с щелочной добавкой и выщелачивания дополнительно обрабатывались ультразвуком. Установка включала в себя ультразвуковой генератор (УЗГ 3-4), ванну и магнитострикционный преобразователь со звуковой мощностью 1 кВт и номинальной частотой излучения 22 кГц. Для предотвращения нагрева преобразователя было предусмотрено его водяное охлаждение. После выщелачивания порошки промывали дистиллированной водой, сушили и обрабатывали в гуммированной вибромельнице в течение 2 ч. Содержание примесей в порошке анализировали спектрометрическим методом.

Сопоставление результатов, представленных в табл. 1 и 2, показывает, что применение ультразвука способствует интенсификации процесса выщелачивания и позволяет для достижения одинаковой степени очистки вводить добавку карбоната ли-

тия в существенно меньшем количестве. Ультразвуковая обработка не приводит к селективному выщелачиванию примесей. Основными примесями в порошках оксида бериллия после выщелачивания остаются оксиды алюминия, кремния, магния и железа. Данные оксиды не образуют твердых растворов с оксидом бериллия и располагаются в виде второй фазы или стеклофазы по границам зерен. Следует также отметить, что наиболее заметно влияние ультразвука на эффективность очистки проявляется на порошках с большой (более $1 \text{ м}^2/\text{г}$) удельной поверхностью.

Более эффективное удаление примесей в ультразвуковом поле, по-видимому, связано, с одной стороны, с увеличением поверхности контакта твердой фазы с раствором и интенсификацией массообменных процессов на границе раздела фаз, а с другой – с более однородным распределением добавки щелочного металла по объему дисперсной системы. Такому развитию процесса способствуют микровзрывы кавитационных пузырьков, вызывающие разрушение образовавшихся при измельчении агрегатов, а также образующиеся в ультразвуковом поле акустические потоки различной масштабности, которые приводят к изменению характера и толщины диффузионного граничного слоя, непосредственно прилегающего к поверхности частиц порошка [3].

Таблица 1

**Эффективность очистки порошков с разной удельной поверхностью
(добавка $\text{Li}_2\text{CO}_3 = 2 \%$)**

Индекс партии порошка	Температура прокали T, °C	Удельная поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$	Содержание примесей				
			Сумма примесей (по 13 элементам), %	Содержание примесей, % к BeO, по элементам:			
				кремний	магний	железо	алюминий
П42 (исход.)	–	–	1,34	0,18	$1,3 \cdot 10^{-2}$	0,19	0,125
П42-10-К	1000	0,81	0,17	$1,5 \cdot 10^{-2}$	$3,4 \cdot 10^{-3}$	$5,0 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \cdot 10^{-2}$
П42-10-Э	1000	0,8	0,13	$4,7 \cdot 10^{-3}$	$3,4 \cdot 10^{-3}$	$1,8 \cdot 10^{-2}$	$2,8 \cdot 10^{-2}$
П42-9-К	900	0,97	0,23	$3,6 \cdot 10^{-2}$	$2,9 \cdot 10^{-3}$	$4,7 \cdot 10^{-2}$	$3,1 \cdot 10^{-2}$
П42-9-Э	900	1,08	0,16	$3,2 \cdot 10^{-2}$	$2,2 \cdot 10^{-3}$	$2,2 \cdot 10^{-2}$	$1,8 \cdot 10^{-2}$
П42-8-К	800	1,35	0,32	$3,6 \cdot 10^{-2}$	$2,3 \cdot 10^{-3}$	$4,7 \cdot 10^{-2}$	$5,0 \cdot 10^{-2}$
П42-8-Э	800	1,39	0,18	$1,4 \cdot 10^{-2}$	$9,7 \cdot 10^{-4}$	$2,1 \cdot 10^{-2}$	$3,8 \cdot 10^{-2}$

Таблица 2

Влияние количества очищающей добавки (температура прокали 900 °C)

Индекс партии порошка	Кол-во добавки, мас. % по Me	Удельная поверхность порошков, $S \text{ м}^2/\text{г}$	Содержание примесей в готовом порошке, мас. % к BeO	
			Очистка без ультразвука (контр.)	Очистка с ультразвуком (экспер.)
–	Исходная	–	2,77	
П33	Без добавки	2,32	0,88	0,74
П33/1	2	0,91	0,23	0,18
П33/2	3	0,75	0,23	0,16
П33/3	5	0,63	0,17	0,13

Полученные экспериментальные результаты позволяют сделать следующие выводы:

1) применение ультразвука в процессе термохимической очистки на стадиях смешения порошка с очищающей добавкой и выщелачивания позволяет интенсифицировать процесс.

фицировать процесс очистки высокодисперсных порошков оксида бериллия от примесей;

2) наибольшая эффективность от использования ультразвука достигается на порошках с высокой удельной поверхностью (более $1 \text{ м}^2/\text{г}$);

3) при использовании ультразвукового воздействия появляется возможность уменьшить количество дополнительно вводимой в порошок очищающей добавки без снижения эффективности его очистки, что позволяет получать порошки с более высокой удельной поверхностью и активностью при спекании.

Библиографический список

1. Полубояринов Д.И., Попильский Р.Я. Керамика из высокоогнеупорных окислов. М.: Металлургия, 1977. 304 с.
2. Беляев Р.А. Окись бериллия. М.: Атомиздат, 1980. 239 с.
3. Агранат Б.А., Гудович А.П., Нежевенко Л.Б. Ультразвук в порошковой металлургии. М.: Металлургия, 1986. 168 с.
4. Беляев Р.А., Васильев В.А. Механические свойства керамики на основе оксида бериллия. М.: ВНИИНМ, 1975. 32 с.

S.A. Shakhov, V.G. Dambit. Ultrasonic Activation of Thermo-chemical Purification Treatment of Finely Dispersed Powders. The efficiency of the exposure to ultrasound of beryllium oxide powders during the thermo-chemical purification of the powders is demonstrated. The ultrasonic activation allows a reduction in the amount of purifying additive to be additionally introduced into the powder without sacrificing the purification efficiency.

Keywords: *ceramics, finely dispersed powder, sinterability, ultrasound, alkaline beryllium hydroxide, leaching, glass phase, thermo-chemical purification.*

Шахов Сергей Александрович – заведующий кафедрой химии СГУПС, доцент, доктор технических наук. Область научных интересов: управление структурной организацией дисперсных систем, дискретно-импульсные методы воздействия на материалы. E-mail: sashakhov@mail.ru

Дамбит Василий Георгиевич – аспирант-стажер кафедры химии СГУПС, студент факультета «Промышленное и гражданское строительство».