

## НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕМИНАР «ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ НИХ»



**В** Москве, в ФГБОУ ВО «Российский технологический университет (МИРЭА)» 25 марта 2021 г. состоялся научно-технический семинар «Перспективные керамические материалы и технологии изделий из них». В работе семинара приняли участие: ООО ЭЛЕМЕТ, г. Электрогорск Московской обл.; ИМЕТ РАН им. А. А. Байкова; Российский институт дружбы народов; Институт общей физики имени А. М. Прохорова РАН; Институт новых углеродных материалов и технологий при МГУ; АО «НИИГрафит»; Тамбовский государственный университет имени Г. Р. Державина; ООО «НТО «ИРЭ-Полус», г. Фрязино; ЗАО НПКФ «МаВР», г. Жуковский; АО «ЗПП», г. Йошкар-Ола; ООО «Дельта» ГК «Адель»; ООО «Системы для микроскопии и анализа»; ООО SIUSystem, Москва; НИЦ «Курчатовский институт»; ООО «С-Компонент», Москва; ООО «НТЦ «Бакор»; АО «Завод «МАРС», г. Торжок; АО «НИИ «Элпа», г. Зеленоград; АО «ЭЛЕКТРОКЕРАМИКА», Московская обл., Раменский р-н; ИП Паршакин», Московская обл., Раменский р-н; ЗАО «Гжельский завод «Электроизолятор», Московская обл., Раменский р-н; ИП Литовченко

ИВ», Москва; ООО НПП «Вулкан-ТМ»; ЗАО «Керамика», г. Дедовск Московской обл.; АО «Вербилковский фарфоровый завод», пос. Вербилки Московской обл.; РХТУ имени Д. И. Менделеева; МГТУ «Станкин»; АО «НПП «Исток» им. Шокина», г. Фрязино. Всего 62 человека. Руководитель семинара — к. т. н. В. П. Тарасовский.

Цель проведения семинара: обеспечить связь науки с производством, предоставить возможность специалистам из разных отраслей науки и промышленности обсудить научно-технические и организационные проблемы, обменяться знаниями о современном состоянии и достижениях технологии керамики и огнеупоров. Проведение семинара способствует усилению взаимодействия и координации между сотрудниками РТУ МИРЭА, их коллегами из научных организаций и организаций производственного сектора, а также повышает уровень проводимых научно-исследовательских работ, укрепляет связи РТУ МИРЭА с промышленностью.

Программа семинара включала следующие доклады:

### ► «Разработка способа получения композитных порошков на основе бескислородного графена и $ZrO_2$ для мелкозернистой керамики»

А. М. Афзал<sup>1,2</sup>, Е. А. Трусова<sup>2</sup>, Д. Д. Титов<sup>2</sup>; <sup>1</sup> ФГАОУ ВО «Российский университет дружбы народов»,  
<sup>2</sup> ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения имени А. А. Байкова РАН»

Композиты на основе графена и  $ZrO_2$  благодаря особым физико-химическим характеристикам (механическим, электрическим, тепловым, оптическим и фотохимическим) являются высоко востребованными материалами химической и электронной промышленности. Использование наноструктурированных композитных порошков перспективно для создания солнечных элементов, суперконденсаторов, электронных устройств, транзисторов, термозащитных покрытий, носителей катализаторов: для синтеза жидких углеводородов по методу Фишера – Тропша, для гидроочистки вакуумного газойля и нефтяных остатков, для синтеза/разложения аммиака, а также для создания носителей фотокатализаторов. Однако создание надежного метода синтеза таких гибридов с возможностью контроля их структуры и свойств сопряжено с рядом проблем. В ИМЕТ РАН разработан способ получения нано- и субмикронных порошков композитов на основе  $ZrO_2$  и графена, особенностью которого является сочетание золь-гель и сонохимического методов. Синтез графен-керамических нанокompозитов с содержанием графена менее 2 мас. % осуществлялся двумя способами: из Zr-содержащего золя и из суспензии прокаленного нанопорошка  $ZrO_2$ .

Использование ультразвуковой эксфолиации графеновых листов с поверхности синтетического графита в органо-неорганической среде позволяет получить бескислородный графен и сохранить его уникальные

электронные свойства в дальнейшем в составе композита. В этом способе золь-гель переход и последующая кристаллизация  $ZrO_2$  происходят на графеновых листах в трехфазном коллоиде. Метод обеспечивает равномерное распределение компонентов в композитных наноструктурированных порошках, в которых практически каждый кристаллит оксида металла оказывается обернутым графеновым листом. В результате формируются слоистые композитные частицы, в которых присутствуют кристаллиты  $ZrO_2$  с размерами, не превышающими 10 нм, и графеновые листы толщиной в несколько нанометров. Для получения композитов вторым способом использовали прокаленный при 500 °С нанопорошок  $ZrO_2$ , на который наносили графен из суспензии.

Синтезированные порошки были исследованы методами ПЭМ, ПЭМВР, РФА, адсорбции-десорбции азота, ИК-спектроскопии и элементного анализа. Установлено, что дисперсность  $ZrO_2$  в составе композита, синтезированного из золя, выше, чем в чистом нанопорошке  $ZrO_2$ , полученном из того же золя; при этом степень закристаллизованности  $ZrO_2$  в составе композита гораздо ниже, чем в чистом оксиде. Удельная поверхность  $ZrO_2$  (БЭТ) в составе графенсодержащего композита, полученного из прокаленного нанопорошка  $ZrO_2$ , в 1,3–1,5 раза больше, чем у чистого  $ZrO_2$ . Установлено, что при инкорпорировании кристаллитов в листы графена снижается степень агломерации кристаллитов, в результате чего увеличивается площадь поверхности кристаллитов  $ZrO_2$ , доступная для молекул азота. Установлено, что листы графена играют роль структурирующего агента в синтезе Zr-содержащего геля и текстурирующего компонента при последующем формировании композитной наноструктуры. Предложены механизмы формирования композитов на основе графена и  $ZrO_2$  из Zr-содержащего золя и из суспензии прокален-

ного нанокристаллического  $ZrO_2$ . Структурные и фазовые различия порошков приводят к различию их плотности и сжимаемости. Сравнение модуля сжимаемости, предельной деформации и коэффициента сжимаемости показывает, что сжимаемость композита затруднена по сравнению со сжимаемостью порошка чистого  $ZrO_2$  из-за низкой эластичности графеновых листов.

Разработанный способ синтеза гибридных нанокompозитов позволяет получать широкий спектр высоко

востребованных материалов химической и электронной промышленности, поскольку является научной основой физико-химического подхода к созданию инновационной технологии наноматериалов, включающей приемы молекулярного дизайна.

\*\*\*

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-03-00554\_а.*

**► «Новое в исследовании огнеупорных материалов методами микротомографии (мСТ) и автотомографии (SEM, EDX)»**

*И. Г. Маряев, ООО «Системы для микроскопии и анализа», руководитель сектора геологических исследований, Сколково, Москва*

Технологии производства огнеупоров и керамики постоянно совершенствуются. Появляются новые сырьевые материалы, новые виды продукции. Вместе с ними совершенствуются методы исследования и контроля качества огнеупоров. Основополагающими характеристиками и показателями качества являются открытая пористость, распределение пор по размерам, виды пор, минеральный и химический составы, содержание и размеры легкоплавких примесей включений.

В докладе приведены результаты исследований методами рентгеновской микротомографии (мСТ), автоматической минералогии и картирования на основе растровой электронной микроскопии (РЭМ) трех видов огнеупоров (периклазошпинельного, периклазокорундуголеродистого, периклазохромитового).

На основе данных мСТ и компьютерного моделирования показаны возможность разделения и сегментации на фазы разных минерально-фазовых составляющих, таких как периклаз, корунд, алюмомагнезиальная шпинель, хромит, графит, примесные силикаты, а также расчет их объемной доли в образце. Продемонстрирована также возможность разделения и сегментации всего пустотного пространства, а для обожженных огнеупоров (периклазошпинельного и периклазохромитового) — разделения его на открытую (связанную) и закрытую пористость. Кроме того, проведено модельное распределение открытых и закрытых пор по размерам с построением соответствующих графиков.

**► «Высокотемпературные микроэлектронные приборы на основе керамической МЭМС-технологии»**

*А. А. Васильев<sup>1</sup>, О. А. Куль<sup>2</sup>; <sup>1</sup> НИЦ «Курчатовский институт», <sup>2</sup> ООО «С-Компонент»*

В докладе рассматриваются высокотемпературные микроэлектронные приборы, в первую очередь химические сенсоры, изготовленные на основе керамических технологий.

В настоящее время полупроводниковые и термокаталитические сенсоры являются наиболее распространенными датчиками, используемыми для экспрессного газового анализа. Принцип действия полупроводниковых сенсоров основан на изменении сопротивления металлооксидного нанокристаллического материала при хемосорбции газов-аналитов. В термокаталитическом сенсоре измеряют изменение температуры, возникающее при каталитическом сгорании горючих газов (ме-

Определены численные значения размеров пор (D10, D50 и D90 мкм). Эти размерные параметры пор получены из графика, описывающего распределение пор по размерам. Они показывают, что 10 % (50 и 90 %) пор в образце имеют размер пор меньше численного значения пор, равного D10 мкм (D50 и D90 мкм).

Полученные данные мСТ и компьютерного моделирования позволяют оценивать расположение фаз относительно друг друга, равномерность их распределения в объеме, распределение вредных легкоплавких примесей, легирующих и антиокислительных добавок, а также поровое пространство, прогнозировать поведение огнеупоров в службе, выявлять несоответствия изделий.

Методом РЭМ изучали микроструктуру исследуемых огнеупоров, определяли минеральный и химический составы фаз, виды и размеры пор, типы керамических связей. Проводили картирование поверхности аншлифа с получением мультимасштабной карты поверхности размерами 100 мм<sup>2</sup>, позволяющей детально рассмотреть объекты микроструктуры размерами до нескольких десятков нанометров.

Методом автоматической минералогии построены цветокодированные карты распределения минералов, в которых каждому цвету соответствует выделенный минерал. На ее основе рассчитаны количественное содержание минералов в образце и химический состав образца, определены ассоциации основных минералов, показывающие, какой минерал с каким чаще встречается. Возможно также построение карты распределения химических элементов по поверхности участка аншлифа.

Таким образом, методы мСТ и автотомографии позволяют исследовать как исходные формованные огнеупоры, так и огнеупоры после службы в тепловых агрегатах, а также исходные сырьевые материалы и полупродукты.

тан, углеводороды, СО, водород и др.) на нанокристаллическом катализаторе. Для получения достаточно быстрых откликов (порядка нескольких секунд) датчики обоих типов нагревают с помощью электрического микронагревателя до температуры примерно от 200 до 450 °С.

Полупроводниковые и термокаталитические сенсоры, используемые в настоящее время, изготавливают в основном по толсто пленочной технологии. Их основными преимуществами являются низкая цена (от 2 до 20 евро), широкая гамма газов, детектируемых с их помощью, высокая чувствительность; в полупроводниковых сенсорах порог обнаружения в отдельных случаях может быть ниже 1 ppb (т. е. одной части на 1 млрд частей воздуха).

Дальнейшее развитие таких сенсоров возможно с использованием технологии МЭМС, позволяющей значительно снизить потребляемую мощность (до ~ 1 мВт), что дает возможность использовать senso-

ры этих типов в переносных приборах и беспроводных сетях. Однако имеющиеся в настоящее время на рынке кремниевые МЭМС-сенсоры не выдерживают рабочую температуру выше 300 °С и импульсный разогрев, что очень сильно ограничивает их применение. В частности, нет сенсоров метана, изготовленных по этой технологии, невозможно применить современные технологии обработки сигнала для селективного определения концентрации CO. Поэтому представляется крайне целесообразным быстрее выход на рынок с более совершенной продукцией.

► **«Результаты применения СВС-материалов производства ЗАО НПКФ «МаВР» при ремонте тепловых агрегатов»**

*Е. С. Мойзис, ЗАО НПКФ «МаВР»*

Кратко описаны проблемы низкой стойкости футеровки тепловых агрегатов, выполненной на стандартных

Разработаны уникальная технология получения подвешенных кантилеверных структур газовых сенсоров с помощью трафаретной печати, а также комплект материалов для получения жертвенных слоев, стеклокерамических кантилеверов, микронагревателей и т. д. Изготовлены экспериментальные образцы таких устройств, продемонстрирована их механическая и электрическая стабильность. Применение дешевой толстопленочной технологии позволяет не только получать сенсоры с уникальными характеристиками, но и значительно снизить себестоимость приборов, в которых они используются.

мертелях. Представлены новые материалы и технологии ЗАО НПКФ «МаВР», позволяющие существенно увеличить срок службы футеровки и улучшить ее теплотехнические характеристики. Описаны промышленный опыт внедрения материалов и технологий производства ЗАО НПКФ «МаВР» в разных отраслях промышленности, а также полученные результаты.

► **«3D-печать технической керамики: решения для отраслей и особенности процесса»**

*М. А. Борисова, исполнительный директор ООО «SIU System»*

В докладе были представлены: технология SLA в керамической печати; 3D-принтеры компании 3DCERAM и их особенности; стандартные материалы для печати; виды услуг.

Длительность одного доклада была ограничена 20 мин. На вопросы и дискуссию по докладу было отведено 10 мин. В обсуждении докладов и в дискуссиях приняли участие 30 человек. Участники семинара поблагодарили организаторов за предоставленную возможность встретиться специалистам разных отраслей науки и промышленности для поиска путей совместной работы. ■

*Получено 30.03.21*

© **В. П. Тарасовский**  
(ceram-oxide2021@mail.ru),  
2021 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ

