

В. Е. Катнов, П. В. Гришин, Р. Р. Катнова,
С. Н. Степин

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ НА СВОЙСТВА ПОРОШКА SiO_2 , ПРИМЕНЯЕМОГО В ПЛАЗМОХИМИЧЕСКОМ СИНТЕЗЕ НАНОЧАСТИЦ

Ключевые слова: диоксид кремния, измельчение, планетарная мельница, дисперсный состав, исходное сырье, плазмохимический синтез, наночастицы.

В данной работе исследовано влияние технологических параметров измельчения порошка SiO_2 в планетарной мельнице на его дисперсный состав и насыпную плотность. Показана возможность регулирования свойств измельченного порошка за счет подбора необходимой продолжительности и интенсивности обработки.

Keywords: silica, grinding, planetary mill, the particulate composition, the raw materials, plasma-chemical synthesis, nanoparticles.

In this work, we investigated the influence of process parameters SiO_2 powder grinding in a planetary mill at its dispersed composition and bulk density. It was shown that controlling the properties of fine powder by the selection of the necessary duration and intensity of treatment.

Введение

В связи с ростом применения нанотехнологий в промышленности и увеличением количества материалов с принципиально новыми свойствами, созданных на основе наноразмерных объектов, возникает необходимость в разработке и отладке технологий их производства. Часто в качестве таких объектов используются нанодисперсные порошки различных веществ, одним из наиболее эффективных методов получения которых, является парогазофазный синтез. Его, как правило, осуществляют электронно-лучевым, лазерным и плазмохимическим (плазмодинамическим) способами [1,2].

Плазмохимический способ осуществления парогазофазного синтеза имеет ряд преимуществ перед другими [3]:

- широкий диапазон обрабатываемых веществ,
- высокая производительность аппаратуры,
- возможность регулирования дисперсионных характеристик порошков, за счет изменения параметров плазменной обработки,
- исходное сырье подвергается глубокой очистке и в ходе реакции не загрязняется материалами реактора.

Переработка сырья в плазмохимическом реакторе сопровождается процессами плавления, испарения, конденсации и кристаллизации.

Особое внимание при проведении плазмохимического синтеза нанопорошков следует уделять подготовке сырья. Известно, что при увеличении размеров частиц увеличивается и время необходимое на их прогрев (рис. 1) [3].

Таким образом, для получения частиц заданного размера при увеличении размера частиц исходного сырья без снижения скорости потока газа необходимо увеличивать расстояние пробега частицы в струе плазмы, что не всегда конструктивно возможно. Таким образом, предварительное измельчение исходного сырья

играет определяющую роль при необходимости получения продукта с наноразмерными частицами.

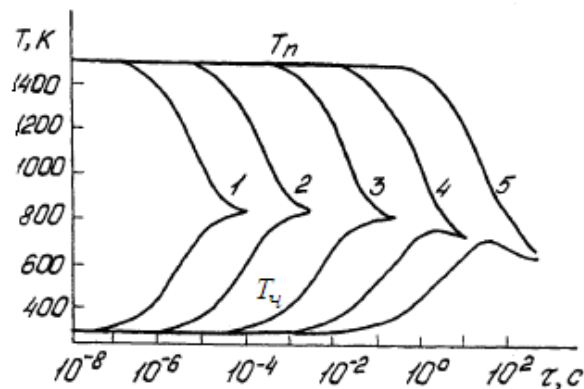


Рис. 1 – Влияние размера частиц на продолжительность их прогрева при $w=27,5$ м/с, $\lambda_s = 5$ Вт/(м·К). 1 – 1, 2 – 10, 3 – 100, 4 – 1000, 5 – 10000 мкм, T_n – температура плазмы, T_c – температура частиц

Следовательно, перед подачей порошка в струю плазмы необходимо максимально увеличить долю этой фракции. Другим немаловажным фактором является точность дозирования порошка, которая зависит от его склонности к сегрегации и слеживаемости, а также от колебания насыпной плотности.

Экспериментальная часть

В данной работе исследовано влияние технологических параметров измельчения порошка SiO_2 в планетарной мельнице на его дисперсный состав и насыпную плотность.

В качестве исходного сырья использовали порошок SiO_2 кристаллической модификации, применяемый для производства хрусталя (т.е. высокой степени чистоты), дисперсный состав которого представлен в таблице 1.

Таблица 1 – дисперсный состав исходного порошка SiO_2

Содержание частиц в диапазоне фракции (мкм) (%)					
>100	50-100	20-50	10-20	1-10	<1
56,11	21,63	12,06	3,55	5,66	0,99

Измельчение порошка диоксида кремния проводили на планетарной мельнице Pulverisette 6 (Германия), снабженной металлическим стаканом с шарами, защищенным слоем из износостойкого материала. Масса одной загрузки порошка составляла 100 г. После измельчения каждой партии порошка производили чистку и сушку трущихся элементов. Насыпную плотность исходного и измельченных порошков определяли по ГОСТ 27801-93. Дисперсный состав определяли при помощи лазерного анализатора «Analysette-22». Результаты исследования дисперсного состава представлялись в виде диаграмм (пример на рис.2), на основании которых вычислялась доля необходимой фракции (1-10 мкм).

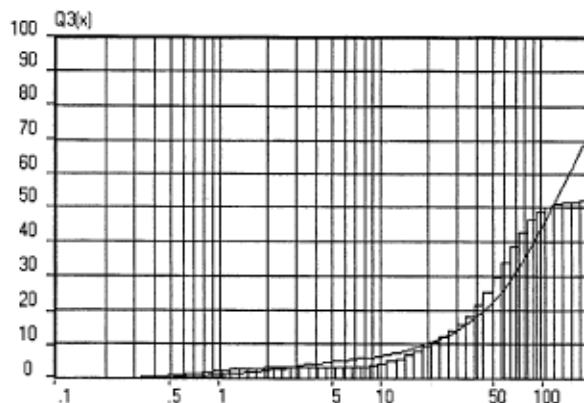


Рис. 2 - Диаграмма распределения частиц по размерам исходного порошка SiO_2 , полученная при помощи лазерного анализатора «Analysette-22»

Результаты и их обсуждение

Порошок измельчали при скорости вращения ротора планетарной мельницы в диапазоне 150-650 об/мин (20-100 % мощности) с продолжительностью 10-60 мин. На рис. 3 представлены результаты определения содержания фракции 1-10 мкм и насыпной плотности порошков, измельченных при скорости вращения ротора 330 об/мин (≈ 50 % мощности) в течение 1 часа.

В процессе измельчения порошка вследствие высоких деформационных нагрузок происходил нагрев рабочих элементов, поэтому цикл измельчения делили на отрезки по 10 мин.

Из данных, представленных на рис. 3, видно, что в процессе измельчения порошка наряду с ростом содержания фракции 1-10 мкм наблюдается снижение его насыпной плотности, а характер кривых указывает на уменьшение эффективности измельчения после 30 мин

обработки. Одной из возможных причин этому может служить то обстоятельство, что в процессе измельчения более мелкая фракция порошка подкидывается к верхней крышке металлического стакана и за счет разницы температур налипают на ее поверхности. При продолжительности обработки более 30 мин доля порошка, связанного с верхней крышкой, не участвующего в процессе дальнейшего измельчения, значительно увеличивается, соответственно общая эффективность измельчения падает.

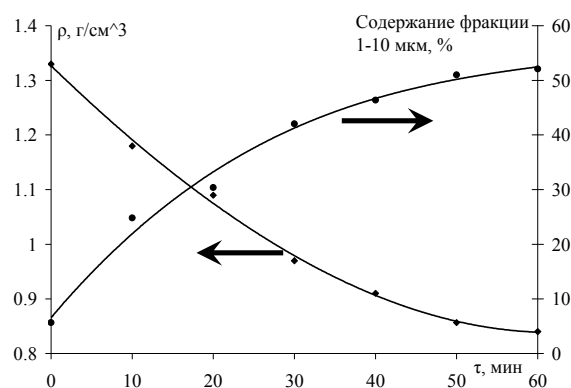


Рис. 3 – Зависимость содержания фракции 1-10 мкм и насыпной плотности (ρ) порошка от времени измельчения на планетарной мельнице при скорости вращения ротора 330 об/мин (≈ 50 % мощности)

Для определения оптимальных режимов измельчения порошка на основе полученных данных была построена контурная диаграмма (рис.4).

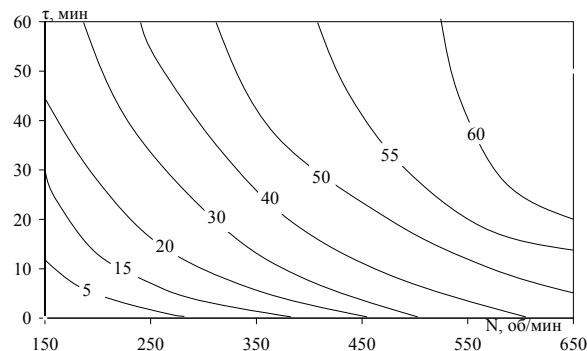


Рис. 4 - Контурная диаграмма влияния скорости вращения ротора и продолжительности процесса измельчения на содержание фракции 1-10 мкм

Из диаграммы (рис.4) видно, что скорость вращения ротора и продолжительность процесса измельчения оказывают существенное влияние на рост содержания частиц с размером 1-10 мкм в порошке, причем, варьируя соотношение данных параметров, можно подобрать оптимальный режим.

Выводы

1. Применение планетарной мельницы для предварительного измельчения порошка SiO_2 , используемого в качестве исходного сырья в плазмохимическом синтезе наночастиц, является эффективным.

2. Изменение технологических параметров планетарной мельницы позволяет регулировать необходимый уровень деформационной нагрузки и соответствующий ему диапазон температур.

Литература

1. Катнов В.Е., Петрова Е.В., Степин С.Н., Дресвянников А.Ф., Гафаров И.Г., Казань: Вестник Казанского технологического университета, вып. 14, 220– 223 (2011).
2. Герасимов А.В., Игнатов О. Б., Пронин О. Ю., Катнов В.Е., Казань: Вестник Казанского технологического университета, вып. 21, 133– 136 (2012)
3. Ю.П. Удалов, А.М. Германский, В.А. Жабреев, В.Г. Казаков, С.А. Молчанов, Э.Я. Соловейчик, Технология неорганических порошковых материалов и покрытий функционального назначения, ООО «Янус», СПб, 2001, 429 с.

© **В. Е. Катнов** - к.х.н., докторант каф. химической технологии лаков, красок и лакокрасочных покрытий КНИТУ, vkatnov@yandex.ru; **П. В. Гришин** – бакалавр КНИТУ; **Р. Р. Катнова** – асп. каф. химической технологии лаков, красок и лакокрасочных покрытий КНИТУ; **С. Н. Степин** - д.х.н., проф., зав. каф. химической технологии лаков, красок и лакокрасочных покрытий КНИТУ, stepin@kstu.ru.