

REZUMATUL ETAPEI II

In aceasta etapa a proiectului s-au aprofundat cercetarile privind obtinerea celor 2 pulberi ceramice vizate in proiect: carbura si nitrura de siliciu.

Partenerul INCDMNR-IMNR a continuat studiile privind caracteristicile serpentinitului din haldele de la Dubova, si privind procedeele tehnologice de utilizare a acestei materii prime ieftine si cu putine alte aplicatii pentru obtinerea de silice mezoporoasa, ca sursa de siliciu pentru obtinerea pulberilor ceramice avansate: carbura de siliciu si nitrura de siliciu.

S-a avut in vedere efectuarea de lucrari experimentale de productie a silicei mezoporoase pornind de la serpentinit prin aplicarea si demonstrarea variantelor tehnologice propuse in etapa anterioara a proiectului, selectarea variantelor de tehnologie care permit producerea unei silice mezoporoase cu caracteristicile cele mai favorabile care din punct de vedere al compozitiei chimice se considera ca satisfac cerintele necesare obtinerii de SiC si a Si_3N_4 de calitate pentru aplicatiile vizate prin prezentul proiect de cercetare

In urma cercetarilor intreprinse a fost elaborata tehnologia de productie a silicei mezoporoase si de recuperare a MgO rezidual si de valorificare a acestuia in compozitia unor materiale ceramice abrazive.

In urma analizei rezultatelor obtinute in aceasta etapa a proiectului se poate aprecia ca pentru producerea unei silice mezoporoase pornind de la serpentinit care sa prezinta caracteristicile compozitionale necesare obtinerii de SiC si a Si_3N_4 de calitate pentru aplicatiile vizate prin prezentul proiect de cercetare, tehnologia elaborata trebuie sa cuprinda urmatoarele faze principale: 1) tratarea fizico-mecanica a serpentinitului (macinare + clasare), etapa in care are loc microrarea granulatiei materiei prime solide pana la o dimensiune sub $63\mu m$ a particulelor; 2) solubilizare acida in mediu de acizi minerali concentrati, urmata de separarea fazelor (solid, lichid) prin filtrare, spalarea in trepte, cu apa fierbinte a reziduului de silice separat, operatie efectuata pentru indepartarea solutiei acide reziduale din masa de solid urmata de separarea fractiei magnetice (de exemplu: magnetit) din reziduul de silice; 3) uscarea reziduului de silice pentru indepartarea excedentului de umiditate din material.

Pentru recuperarea de MgO rezidual, solutia acida concentrata separata dupa solubilizarea in mediu acid a serpentinei, este prelucrata astfel: 1) aceasta se supune

unei operatii de deferizare, 2) are loc separarea fazelor lichida si solida, prin filtrare 3) separarea MgO din solutia limpezita prin precipitare, urmata de separarea precipitatului obtinut prin filtrare, 4) spalare cu apa pentru purificarea precipitatului, 5) uscare si calcinare in cuptor electric, la o temperatura in functie de aplicatia avuta in vedere.

Coordonatorul proiectului INCDPCP-ICECHIM Bucuresti a studiat obtinerea de noi compozite silice-PAN pe baza de silice mesoporoasa produsa de IMNR din serpentinit. S-a lucrat cu diferite concentratii de monomer fata de silice, aplicandu-se tehnica de polimerizare gazda-oaspte in camp de ultrasunete. S-au variat diferiti parametri ai procesului de sinteza al hibridelor: concentratia de initiator, timpul de imbibare cu ultrasonare si respectiv timpul de polimerizare cu ultrasonare, restul parametrilor ramanand constanti. Componentele anorganica si organica s-au combinat favorabil si s-au obtinut compozite cu proprietati mecanice si termice imbunatatite.

Rezultatele FTIR ale noilor compozite sintetizate prin varierea diferitilor parametri de sinteza au prezentat toate benzile caracteristice prezentei compusului anorganic gazda si polimerului vinilic oaspete. Stabilitatea termica a polimerului constrans in structura anorganica a fost imbunatatita comparativ cu poliacrilonitrilul (PAN). Analiza termogravimetrica a oferit de asemenea informatii importante privind procesul de carbonizare (etapele 1,2 din procesul de degradare a polimerului) care pot fi folosite ulterior la ajustarea parametrilor proceselor de obtinere a pulberilor ceramice. Analiza termodinamomecanica a evidentiat formarea unor straturi de polimeri pe suprafata materialului gazda, dar si o imbunatatire a elasticitatii pana la 180 °C in comparatie cu silicea pura. Toate testele si masuratorile au aratat efectul de ranforsare a silicei cu polimer.

Acest studiu a oferit informatii privind generarea termica a nanocompozitelor silice-carbon. A fost demonstrat faptul ca in matricea de silice pot fi incorporate diferite concentratii de carbon dar si mai important este faptul ca faza carbonica poate fi controlata prin cantitatea de polimer initial incorporat.

Un amestec intim silice-carbon poate fi obtinut prin oxidarea si grafitizarea polimerului carbocatenar in porii silicei dupa tratamente termice in atmosfera de azot.

S-a elaborat tehnologia de productie a nanocompozitelor polimerice si de carbonizare a polimerului, care este comuna pentru tehnologiile de obtinere a celor 2 pulberi ceramice studiate in proiect: SiC si Si₃N₄.

Partenerul SC Caloris Grup SA a efectuat un studiu experimental care a avut drept scop producerea unor pulberi ceramice de SiC si Si₃N₄. In urma acestui studiu s-au conturat urmatoarele concluzii:

Cantitatea si morfologia produsilor obtinuti dupa nitrurare- reducere carbotermala depind de mai multi factori ai sintezei si de constituentii implicati. Materialele poroase precursore pentru obtinerea compozitelor prezinta un efect major alaturi de impuritatile continute in structura acestora la formarea Si₃N₄ si la raportul fazelor α/β Si₃N₄;

Sorturile de silice ce au stat la baza obtinerii ulterioare a diferitelor compozite, durata si temperaturile tratamentului termic au fost variate, obtinandu-se in final pulberea ceramica Si₃N₄ in procent de peste 90%.

Prin varierea atat a temperaturii maxime de tratare cat si a timpului de mentinere a probelor in palier s-a determinat temperatura optima a procesului de nitrurare carbotermala

Carbura de siliciu a fost obtinuta si prin tehnica pastilarii.

Tehnologiile de obtinere a SiC si Si₃N₄ cuprind tehnologia de obtinere a nancompozitelor silice- carbon, via nanocompozite polimerice la care se adauga faza de tratament termic la temperaturi inalte.