

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

И. И. КИТАЙГОРОДСКИЙ

**ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОКРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ПОРИСТЫХ ТЕЛ
ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ**

(Представлено академиком Д. С. Белянкиным 9 XI 1948)

В лаборатории Московского химико-технологического института им. Д. И. Менделеева была проведена работа* по получению высококремнеземистых пористых тел при низких температурах, в отличие от обычного метода спекания порошка кварцевого стекла, требующего температуры 1500° С.

Новый метод состоит в следующем. В качестве составных частей берутся два стекла: кварцевое (содержание SiO_2 99,9%) и специальное боросиликатное.

Как было выяснено при предварительных опытах, это боросиликатное стекло способно при специальной термической обработке расслаиваться на две стекловидные фазы, тесно перемешанные друг с другом и резко различающиеся между собой по химическому составу и свойствам: одна из них содержит 95% SiO_2 и 5% других окислов и является чрезвычайно стойкой к кислотам, а другая содержит лишь 10% SiO_2 и 90% других окислов и очень легко растворяется в кислотах.

Если измельчить такое расслоенное стекло в порошок и подвергнуть его выщелачиванию кипящей $\frac{1}{2} N$ HCl , то удастся растворить и удалить химически нестойкую фазу почти нацело. При этом получается порошок стекла, содержащего почти 97% SiO_2 .

Очень важным является правильное нахождение условий наводок, необходимых для того, чтобы вызвать в боросиликатном стекле полную ликвацию.

При предварительных опытах были установлены оптимальные условия наводки (изучались куски стекла, не измельченные в порошок).

Необходимое для работы легкоплавкое боросиликатное стекло варилось в тиглях, затем выливалось на чугунный диск. Кварцевое и боросиликатное стекла измельчались в шаровой фарфоровой мельнице.

Для работы были взяты самые мелкие фракции порошков обоих стекол, которые только можно было выделить с помощью сит. Порошки обоих стекол тщательно смешивались в различных соотношениях. Смеси увлажнялись и из полученных масс прессовались диски с диаметром $d = 20$ мм и высотой $h = 3 \div 5$ мм.

Прессование велось на ручном масляном прессе в стальных формах при давлении 60 кг/см². Предварительное исследование показало, что в пределах 10 ÷ 80 кг/см² давление прессования не оказывает влияния на усадку и водопоглощение образцов после спекания.

* Экспериментальная часть проведена студентом Л. А. Гречаник.

Полученные таким образом тонкие диски тщательно и осторожно высушивались сначала несколько дней при комнатной температуре, а затем постепенно в сушильном шкафу для удаления влаги во избежание интенсивного выделения ее при помещении в печь для спекания. Хорошо высушенные образцы укладывались на керамическую пластинку, покрытую меловой обмазкой, и помещались в электрическую печь для термической обработки.

Было изучено 12 режимов термической обработки. В процессе термической обработки происходит спекание образцов за счет скрепления тугоплавких частиц кварцевого стекла более легкоплавким боросиликатным стеклом и хорошее расслоение последнего на две фазы.

Следует очень строго придерживаться выбранных режимов, которые создают условия, благоприятствующие ликвации боросиликатного стекла, а не появлению кристаллических зародышей и их росту.

После термической обработки образцы вынимались из печи. Резкий температурный толчок, получавшийся при этом, не разрушал образца, так как сказывалось влияние скелета образцов, состоящего из кварцевого стекла, обладающего малым коэффициентом термического расширения.

Полученные таким образом спеки подвергались затем химической обработке — кипячению в HCl для удаления из образцов химически нестойкой фазы.

Степень удаления последней устанавливалась путем определения потерь в весе через некоторые промежутки времени, для чего все образцы вынимались из кислоты, промывались проточной холодной водой, высушивались до постоянного веса и взвешивались. После 24 час. кипячения уменьшения в весе не наблюдалось.

При охлаждении кислоты, в которой происходило выщелачивание, в ней выпадал белый кристаллический осадок борной кислоты. Таким образом можно регенерировать этот дефицитный продукт.

При химической обработке потери в весе у образцов составляли от 11 до 18% от общего веса (в зависимости от соотношения количеств кварцевого и боросиликатного стекол в исходных образцах), или от 22 до 36% от веса боросиликатного стекла.

Приняв во внимание ошибки опыта, можно заключить, что так как произошло почти полное удаление некремнеземистой части боросиликатного стекла, то расслоение его на две фазы при наводке прошло хорошо, т. е. режим термической обработки был выбран правильно.

Были изучены некоторые свойства полученных пористых тел. Водопоглощение их равно 30%, независимо от исходного состава: те образцы, которые содержали высокий процент боросиликатного стекла, давали при спекании наибольшую усадку и наименьшее водопоглощение, но после химической обработки их водопоглощение резко возрастало; те же образцы, которые содержали небольшой процент боросиликатного стекла, показывали при спекании наименьшую усадку и наибольшее водопоглощение, но после химической обработки последнее возрастало не так резко.

Таким образом, конечные значения водопоглощения оказывались почти одинаковыми для всех образцов и равными 30%. Кажущаяся пористость равнялась 37%, а истинная 45%. Образцы обладали преимущественно сообщающимися порами, т. е. их можно использовать в качестве фильтров.

При исследовании химического состава оказалось, что образцы содержат 96—98% SiO_2 (в зависимости от исходного состава), что отвечает почти чистому кварцевому стеклу. Благодаря такому химическому составу устойчивость их к кислотам различных концентраций и при различных температурах (за исключением HF и H_3PO_4) очень высока.

Высокое содержание кремнезема обуславливает также очень большую термическую устойчивость и тугоплавкость. Образцы выдерживали резкое охлаждение с 1350 до 18° без видимых изменений.

Температура размягчения их лежит выше 1480°.

Таким образом, этим методом удалось получить пористые высококремнеземистые тела при температуре вдвое меньшей, чем при обычном методе, т. е. вместо 1500° при 750°.

Московский химико-технологический
институт
им. Д. И. Менделеева

Поступило
6 XI 1948