

димости. При уменьшении  $P_{O_2}$  от  $10^5$  до  $10^2$  Па значения величины параметра сопротивления практически не изменяются.

Это свидетельствует о том, что в интервале 300-1100 К и  $P_{O_2}=10^2-10^5$  электродное покрытие является устойчивым и сохраняет свои свойства. А сопротивление границы электрод/твердый электролит определяется, в основном, свойствами электродного материала.

Установлена оптимальная толщина электродного слоя, равная 50 мг/см<sup>2</sup>.

Поляризационное сопротивление ( $R_{\eta}$ ) трехфазной границы Э/ТЭ/Г было также изучено от состава и толщины электродного слоя, температуры и парциального давления кислорода.

Влияние состава и толщины слоя на значения поляризационного сопротивления аналогично как в случае с параметром сопротивления. Образцы с одинаковой толщиной слоя, содержащие в составе никель, имеют меньшие значения  $R_{\eta}$ , чем содержащие кобальт. Сегменты с  $d=50$  мг/см<sup>2</sup> имеют самые низкие значения поляризационного сопротивления.

С увеличением температуры поляризационное сопротивление трех-фазной границы уменьшается. Большие значения  $R_{\eta}$  при температурах ниже 800К обусловлены влиянием проводимости твердого электролита.

Уменьшение  $P_{O_2}$  по сравнению с уменьшением температуры приводит к незначительному увеличению  $R_{\eta}$ . Это свидетельствует, что в интервале  $10^2-10^5$  Па нет затруднений электродному процессу из газовой фазы. Для исследуемых образцов отклонения значений величины  $R_{\eta}$  в кислороде и аргоне по сравнению с воздухом не больше 8,2-11,5 %, что позволяет сделать вывод о стабильности трехфазной границы в интервале  $10^2-10^5$  Па и выше 898 К.

Полученные данные свидетельствуют о том, что, как и в случае с параметром сопротивления, в области  $10^2-10^5$  Па и выше 898 К на значения поляризационного сопротивления трехфазной границы доминирующее влияние оказывают свойства электродного материала.

УДК 666.764.6

Н.М. Бобкова, Е.В. Радион, А.Е. Соколовский, Н.Ф. Поповская  
(БГТУ, Минск)

## НОВАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ АЛЮМОМАГНИЕВОЙ КЕРАМИКИ

В керамической промышленности важное значение имеет магнелиевая шпинель, которая используется в качестве конструкционного и электроизоляционного материала, а также, благодаря высокой темпе-

ратуре плавления (2135°C), как огнеупорный материал. Свойства шпинели сопоставимы со свойствами оксидной керамики, а в ряде случаев и превосходят их. Кроме высокой огнеупорности шпинель обладает высокой химической устойчивостью к действию кислот и щелочей, большой механической прочностью и высокими значениями электрофизических свойств. Чистые шпинели в природе встречаются крайне редко и обычно содержат различные примеси.

В технике пользуются синтетическими шпинелями, которые получают по двухстадийной технологии. Первой стадией является собственно синтез шпинели, который проводится при обжиге брикета (спека) из тонкодисперсных  $MgO$  и  $Al_2O_3$  при 1300–1400°C (с органической связкой). Исходное сырье –  $MgO$  и  $Al_2O_3$  в свою очередь получают из магнезитовой руды ( $MgCO_3$ ) и гидроксида алюминия при прокалке. После дробления и помола брикетов синтезированной шпинели из полученного порошка изготавливают изделия по методу непластической технологии. Температура обжига керамических материалов составляет 1750°C.

Снизить температуры синтеза шпинели и керамических материалов на ее основе возможно при использовании методов химического осаждения. В работах, посвященных химическим методам синтеза шпинели, практически не приводятся данные по свойствам материалов из синтезированной шпинели. Кроме того, в большинстве случаев используются неоправданно высокие температуры спекания конечных продуктов ( $\geq 1700^\circ C$ ), что не позволяет оценить эффективность методов химического осаждения.

Настоящая работа посвящена результатам получения алюмомагнезиевой шпинели  $MgO \cdot Al_2O_3$  с использованием метода химического осаждения и последующего синтеза керамических материалов.

Проведено комплексное исследование процесса гидроксидного осаждения в системе  $Mg^{2+} - Al^{3+} - An^- - H_2O$ , где  $An^- = NO_3^-, Cl^-, SO_4^{2-}$ , при исходном шпинельном мольном отношении  $Mg^{2+}:Al^{3+}=1:2$ . Определено оптимальное количество осадителя и оптимальный для осаждения интервал значений pH, которые позволяют получить наиболее технологичные осадки: они плотные, имеют минимальный объем, быстро оседают и легко фильтруются.

Химически осажденные смеси исследованы методом дифференциального термического анализа. Установлено, что при прокаливании смесей до 1000°C потеря массы образцов, полученных при оптимальных условиях, достигает 41,07–43,57%. В то же время, согласно немногочисленным литературным сведениям, потеря массы аналогично полученных образцов при таком же прокаливании в 2 раза больше. Методами РФА и ИК-спектроскопии изучены образцы, спеченные в темпера-

турном интервале 900–1300°C с шагом 50°C. Анализ результатов свидетельствует о том, что основной и единственной фазой в прокаленных образцах является алюмомагниева шпинель  $MgO \cdot Al_2O_3$  (имеются пики с межплоскостными расстояниями  $d = 0,243$  нм; 0,201 нм; 0,143 нм). С повышением температуры обжига до 1300°C наблюдается увеличение интенсивности пиков шпинели  $MgO \cdot Al_2O_3$ . Лишь на рентгенограммах образцов, полученных из сульфатов, присутствует слабый рефлекс, соответствующий периклазу. Проведенными исследованиями установлено, что в процессе гидроксидного осаждения происходит химическое взаимодействие между ионами магния и алюминия в нитратных, хлоридных и сульфатных растворах.

Проведенные измерения значений температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) образцов – одного из контрольных свойств, характеризующего содержание той или иной фазы – показали, что материалы, спеченные при 900°C, имеют ТКЛР, равный  $(59,3–61,7) \cdot 10^{-7} K^{-1}$ . Данный уровень достигается в традиционной технологии только при двухстадийной технологии после обжига при температуре 1700–1750°C.

В результате проведенных исследований установлено, что выбор исходных солей (нитраты, хлориды, сульфаты) практически не влияет на фазовый состав продуктов термообработки, однако, существенно сказывается на свойствах исходных осадков. Использование химически осажденных смесей для синтеза шпинели позволит получать ее в высокодисперсном состоянии при высоком выходе готового продукта и обеспечит возможность резкого снижения температуры последующего спекания материалов на их основе.

Полученные данные позволили разработать технологическую схему получения керамических материалов на основе алюмомагниевого шпинели с использованием метода химического осаждения, которая включает следующие этапы:

приготовление водных растворов солей → осаждение при перемешивании → фильтрование и промывка осадка → сушка осадка → низкотемпературный обжиг → помол → приготовление массы и формование керамических материалов → высокотемпературный обжиг.