

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Учреждение образования
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

КУРСОВОЕ ПРОЕКТИРОВАНИЕ

Учебное электронное издание

*Методические указания по выполнению курсовой
работы исследовательского характера
для студентов специальности 1-48 01 01
«Химическая технология неорганических веществ,
материалов и изделий»*

Минск 2009

В методических указаниях приведены рекомендации по выполнению научно-исследовательской работы студентов, содержанию курсовой работы, выполняемой по на основе данных учебно-исследовательской работы, обработке и интерпретации экспериментальных данных.

Для студентов специальности 1-48 01 01 «Химическая технология неорганических веществ, материалов и изделий» специализаций 1-48 01 01 06 «Технология стекла и ситаллов», 1-48 01 01 09 «Технология тонкой, функциональной и строительной керамики» дневной формы обучения.

Минимальные системные требования

УДК 666(0.034.4)(076+075.8)

ББК 35.41я73

К-93

Составители

Е.М. Дятлова, Л.Ф. Папко

Учреждение образования «Белорусский государственный технологический университет», 2009

Все права на размножение и распространение в любой форме остаются за разработчиком.
Нелегальное копирование и использование данного продукта запрещено.

Содержание

Введение	4
1 Выполнение учебно-исследовательской работы студентов	6
1.1 Задание по учебно-исследовательской работе	6
1.2 Порядок выполнения учебно-исследовательской работы	6
1.3 Поиск и обработка научно-технической информации по тематике исследования	7
2 Состав и содержание курсовой работы	12
3 Обработка и интерпретация экспериментальных данных	16
3.1 Использование методов планирования эксперимента	16
3.2 Расчеты опытных составов	17
3.3 Представление экспериментальных данных	20
3.4 Обработка экспериментальных данных	24
3.5 Интерпретация результатов исследования фазового состава и структуры материалов	25
Список использованных источников	35
Приложение А	36
Приложение Б	38
Приложение В	40
Приложение Г	42

Введение

Научно-исследовательская работа студентов способствует формированию их как творческих личностей, способных эффективно решать сложные задачи, которые в настоящее время стоят перед наукой и промышленностью: повышение эффективности производства и конкурентоспособности продукции отрасли на мировом рынке [1].

Целью организации и развития системы научно-исследовательской работы студентов является повышение уровня научной подготовки инженеров-технологов, выявление талантливой молодежи для последующего обучения в магистратуре или аспирантуре и пополнения педагогических и научных кадров вузов, учреждений и организаций страны.

Основная задача научно-исследовательской работы студентов состоит в том, чтобы привить студентам навыки самостоятельной теоретической и экспериментальной работы при решении прикладных задач, стоящих перед промышленностью.

При обучении студентов по специальности «Технология неорганических веществ, материалов и изделий» специализаций 1-48 01 01 06 «Технология стекла и ситаллов», 1-48 01 01 09 «Технология тонкой, функциональной и строительной керамики» используются следующие формы организации научно-исследовательской работы:

- изучение курса «Основы научных исследований»;
- освоение студентами различных средств и систем поиска научно-технической информации;
- подготовка рефератов на заданную тему на основе поиска и обработки научно-технической и патентной литературы при прохождении учебной и технологической практик;
- индивидуальная учебно-исследовательская работа студентов по учебным планам;
- участие в работе студенческой научно-исследовательской лаборатории «Химия и технология силикатов» студентов 3–5 курсов;
- привлечение студентов к выполнению финансируемых научно-исследовательских работ, проводимых на кафедре технологии стекла и керамики;
- курсовые работы исследовательского характера;
- дипломные работы научно-исследовательского характера или с исследовательским разделом;
- участие в студенческих научно-организационных мероприятиях различного уровня (кафедральных, университетских, республиканских, международных): конференциях, смотрах-конкурсах научно-исследовательских работ студентов, выставках экспонатов.

Курсовая работа исследовательского характера выполняется на основе данных, полученных в результате выполнения учебной научно-исследовательской работы (УИРС) и исследовательской работы, выполняемой на 3–5 курсах во вне-учебное время.

Задание по курсовой работе предусматривает нахождение путей и методов решения конкретной задачи по получению материалов с заданными технологическими и физико-химическими свойствами.

Задачи курсовой работы:

- поиск и анализ данных научно-технической и патентной документации по тематике исследования;
- составление аналитического обзора литературы и выбор на его основе направления исследования;
- представление результатов синтеза материалов с анализом их технологических свойств;
- представление результатов исследования физико-химических свойств материалов, их фазового состава и структуры и научная интерпретация полученных данных;
- анализ установленных зависимостей свойств материалов от различных факторов, оптимизация составов разработанных материалов;
- разработка технологической схемы получения изделий на основе разработанных материалов.

1 Выполнение учебно-исследовательской работы студентов

1.1 Задание по учебно-исследовательской работе

Учебно-исследовательская работа студентов выполняется в соответствии с индивидуальными заданиями. Тематика работ охватывает широкий спектр научных направлений в области синтеза новых стеклообразных и керамических материалов. Выбор темы исследований производится с учетом актуальности разработок для промышленности. В первую очередь тематика исследовательских работ студентов охватывает основные направления научной деятельности кафедры. При этом студенты могут участвовать в выполнении госбюджетных и хозяйственных работ.

Темы исследований выдвигаются руководителями, обсуждаются и утверждаются на заседании кафедры.

В начале семестра студенту выдается задание по УИРС и курсовой работе исследовательского характера. В задании указывается:

тема работы и сроки ее сдачи;

исходные данные: система и ориентировочно область составов для исследования, сырьевые материалы, необходимые для синтеза, условия синтеза материалов и веществ;

показатели свойств синтезированных материалов, которые необходимо изучить, перечень методов структурных исследований;

содержание расчетно-пояснительной записки курсовой работы и графического материала;

календарный график выполнения работы УИРС и курсовой работы.

1.2 Порядок выполнения учебно-исследовательской работы

Учебно-исследовательские работы выполняются, как правило, в лабораториях кафедры. Возможно также частичное выполнение работы в других научных организациях или на предприятиях, имеющих необходимое научное оборудование.

Перед началом выполнения работы руководитель проводит с каждым студентом беседу, в ходе которой излагает цель работы, порядок ее выполнения, дает сведения об основной литературе, проектированию опытных составов, выбору сырьевых материалов, методах исследования. Студенту указывают его рабочее место, порядок и места хранения сырьевых материалов и опытных образцов.

До начала практических работ студент обязан ознакомиться с инструкцией по технике безопасности, получить дополнительные указания от преподавателя, касающиеся мер безопасности при выполнении данной работы.

Параллельно с экспериментальной работой студент изучает состояние решаемой проблемы по литературным источникам. Изучение рекомендованной литературы и проведение патентного поиска по тематике исследования проводится в течение 3–4 недель в свободное от занятий время. Затем составляется аналити-

ческий обзор литературы. Изучение учебной и научно-технической литературы продолжается в ходе проведения эксперимента и обработки полученных данных.

Учебно-исследовательская работа выполняется по плану, который составляется совместно студентом и научным руководителем. В процессе работы план может уточняться и дополняться с учетом получаемых экспериментальных данных. Укрупненные этапы плана работы и сроки выполнения этапов указываются задании на УИРС и курсовую работу.

Рекомендуется применение методов планирования эксперимента, что позволяет существенно сократить затраты времени на проведение экспериментальных работ, оптимизировать показатели свойств разрабатываемых материалов и технологические режимы их синтеза.

Результаты проведенных расчетов и измерений показателей свойств заносятся в рабочую тетрадь, которая должна вестись аккуратно. Результаты расчетов составов сырьевых смесей, показатели свойств должны быть занесены в таблицы.

Экспериментальные и расчетные данные, полученные в ходе выполнения учебно-исследовательской работы, являются основой для написания экспериментальной части курсовой работы и последующей научной интерпретации результатов исследования.

1.3 Поиск и обработка научно-технической информации по тематике исследования

Первым этапом учебно-исследовательской работы является поиск научно-технической информации.

Ознакомление с литературой рекомендуется начинать с книг – учебников и учебных пособий, монографий по тематике исследования. В монографиях не только содержится информация в обобщенном виде, но и список источников информации, что позволяет достаточно быстро ознакомиться с научными работами и патентами по тематике исследования.

Дальнейший поиск целесообразно вести по реферативным журналам и патентной литературе. Реферативный журнал Всероссийского института научно-исследовательской и технической информации (ВИНИТИ) – периодическое издание, содержащее рефераты опубликованных книг, статей и изобретений. Научные сведения в области силикатных материалов представлены в реферативном журнале «Химия» (РЖХ), раздел 19М «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов». РЖХ издается в печатном виде и в качестве электронного издания.

Поскольку реферативные издания содержат сокращенное изложение первичных документов с основными фактическими сведениями и выводами, в ряде случаев представленная информация является достаточной для понимания. В этом случае можно использовать информацию, приведенную в РЖХ, не обращаясь к первоисточнику. Однако при оформлении библиографии источника информации (статьи, патента и т.п.) необходимо привести данные первичного источника, а не реферативного журнала. Если статья представляет интерес для работы, а

реферат не дает полного представления о материале, то необходимо найти и изучить полный текст публикации.

Как правило, поиск информации ведется, начиная с текущего года, последовательно переходя к более ранним изданиям. Глубина поиска составляет чаще всего 10–15 лет, хотя в ряде случаев следует обратиться к более ранним источникам.

Наиболее важным оперативным источником научно-технической информации являются материалы конференции и периодические издания: журналы, бюллетени.

Перечень специализированных периодических изданий, в которых публикуются результаты научно-исследовательских работ в области технологии силикатных материалов: «Стекло и керамика», «Стекло мира», «Стеклокерамическая таракерамика», «Физика и химия стекла», «Огнеупоры и техническая керамика», «Строительные материалы», «Journal of the American Ceramic Society», «Silikattechnik», «Ceramic», «Glass Technology», «Glass Science and Technology», «Glastechnische Berichte», «Glas und Keramik».

К периодическим изданиям относятся также продолжающиеся издания – сборники научных трудов вузов, научных обществ, академий и других учреждений («Труды», «Известия»). В отличие от журналов они выходят без строгой периодичности. Выпуски продолжающихся изданий нумеруются. В частности, «Труды БГТУ» издаются один раз в год. В них представлены статьи сотрудников университета, подготовленные по материалам проводимых научных исследований.

Обзорные издания содержат систематизированные сведения из большого количества первоисточников по определенной теме. В аналитических обзорах проводится анализ первичных научных документов и аргументировано оценивается перспективность рассматриваемых исследований. Обзоры литературы по отдельным проблемам технологии силикатных материалов представлены в ранее издававшихся бюллетенях ВНИИЭСМ «Керамическая промышленность», «Стекольная промышленность».

При разработке материалов для получения изделий, производимых промышленностью, необходимо изучить нормативно-техническую документацию – соответствующие стандарты или технические условия.

Патентная документация содержит сведения об изобретениях и других видах промышленной собственности. Патентная литература является важным источником научно-технической информации. Она позволяет выявить современное состояние и направление развития техники в различных странах.

Патентная документация содержит данные о результатах исследований, разработок, относящихся к изобретениям и другим объектам промышленной собственности. На основе качественного анализа патентов можно выявить наиболее важные области развития техники и составить прогноз в отношении наиболее перспективных направлений научных исследований.

Источником сведений об изобретениях являются патентные бюллетени. В Беларуси издается бюллетень государственного патентного ведомства

«Афіцыйны бюлетэнь. Вынаходствы. Карысныя мадэлі. Прамысловыя ўзоры», выходящий 4 раза в течение года.

Информация о запатентованных изобретениях развитых стран мира (США, Великобритания, ФРГ, Япония) публикуются в журнале «Изобретения стран мира», издаваемом на русском языке.

Бюллетень «Изобретения» Российского патентного ведомства, в котором приводится информация о заявках и патентах, издается с 1992 г. и выходит три раза в месяц. Ранее издавались бюллетени «Открытия. Изобретения» и «Открытия, изобретения, промышленные образцы и товарные знаки» (до 1983 г.).

Патентные бюллетени, а также полные описания изобретений наиболее широко представлены в Республиканской научно-технической библиотеке (РНТБ). В библиотеке имеется также электронная база данных прошедших экспертизу заявок и патентов на изобретения. Сведения представлены на CD-R дисках.

Сведения об изобретениях могут быть получены в результате поиска в Интернете. В частности, заявки на изобретения и запатентованные в России изобретения представлены на сайте fips.ru. Сведения об изобретениях, запатентованных в Евразийском патентном ведомстве, представлены на сайте eapatic.com, запатентованные в Европе – на сайте espacenet.com.

Для поиска изобретений используется Международная патентная классификация (МПК). Например, к классу С 03 (раздел «Химия») относится «Стекло. Минеральная и шлаковая вата». Поиск патентной документации по составу и способам получения керамики следует проводить по индексу класса С 04 «Цементы; бетон; искусственные камни; керамика; огнеупоры».

При использовании информации о патентах на изобретения необходимо давать ссылку на источник и включать в список литературы библиографическое описание патента (авторского свидетельства). При этом указывается следующая информация: название изобретения; сокращенное наименование охранного документа (Пат., А. с. и др.); номер документа; название страны, выдавшей документ; индекс МПК (МКИ) с указанием номера редакции, например МПК7; сведения об авторах; сведения о заявителях; номер заявки; дата приоритета (дата регистрации заявки); дата публикации; источник информации.

Электронные базы данных создаются в настоящее время библиотеками. Поиск информации по таким базам может производиться по фамилии автора (если авторов не более трех), названию книги (если авторов 4 и более), индексам УДК, а также ключевым словам, т. е. словам, наиболее полно отражающим предмет поиска. В библиотеке БГТУ имеется электронная база данных статей, опубликованных в специализированных журналах.

Интернет является активно развивающимся источником информации, как научно-популярной, так и научно-технической. Информация из Интернета представляется в курсовой работе с указанием адреса сайта.

Студенты могут пользоваться фондами библиотеки БГТУ и других высших учебных заведений. Обширные фонды научных документов и изданий имеются в Национальной библиотеке Республики Беларусь, Центральной научной библиотеке

ке Национальной академии наук Беларуси, Республиканской научно-технической библиотеке (РНТБ).

При проработке научно-технической информации полезно составлять конспект, при этом выписывается довольно большой объем информации, в первую очередь фактической: формулы, схемы, таблицы данных и т. п. Для составления собственной картотеки научных документов целесообразно выписать необходимые библиографические данные проработанного источника информации на карточку.

Реферирование материала – краткое изложение первичного документа с основными фактическими сведениями и выводами. Реферат содержит сведения о предмете исследования, цели работы, полученных конкретных результатах, выводах, области применения.

При работе с литературой для оформления ссылок на источники информации необходимо составить библиографическое описание. Библиографическое описание – совокупность сведений о научном документе, которые дают возможность идентифицировать документ, а также получить представление о его содержании, читательском назначении, объеме и т. д. При составлении библиографического описания книги указывается ее заглавие, сведения об авторах, место издания, издательство, год издания и количество страниц. Библиографическое описание должно оформляться в соответствии с требованиями, изложенными в СТП 002–2007 [2].

Примеры оформления библиографического описания приведены в приложении А.

Составление библиографии – перечня различных документов информации по конкретной тематике – является обязательной составляющей обработки научно-технической информации.

2 Состав и содержание курсовой работы

В задании по курсовой работе указываются основные разделы и подразделы, которые должны быть отражены в пояснительной записке. Она должна включать реферат, введение, аналитический обзор литературы, методы исследования, экспериментальную часть с анализом результатов исследования, технологический раздел, заключение по работе, список использованных источников и приложения.

Оформление пояснительной записки должно соответствовать требованиям стандарта СТП БГТУ 002–2007 [2].

Реферат пояснительной записки курсовой работы должен отражать ее объем, включая количество рисунков, таблиц, источников литературы и приложений. В нем должны быть приведены ключевые слова (5–15 слов), выражающие содержание работы. Далее указывается цель выполнения курсовой работы исследовательского характера, объекты и методика исследования. Кратко излагаются основные результаты работы, установленные закономерности, преимущества разработанных материалов (технологий) и области их использования с рекомендацией рациональной технологической схемы. В реферате указывается содержание графической части курсовой работы.

Объем реферата не должен превышать 130–150 слов.

Введение. Во введении следует показать актуальность и целесообразность выполнения данной курсовой учебно-исследовательской работы по синтезу (разработке) новых керамических и стекловидных материалов. Следует кратко осветить состояние вопроса в области исследований и производства материалов аналогичного характера в Республике Беларусь и за рубежом, отразить их достоинства и недостатки, а также степень соответствия современным требованиям. Показать возможные пути решения поставленных задач, направленных на совершенствование технологии, разработку новых материалов с требуемыми свойствами, или повышение качества выпускаемых материалов или изделий. Обратит при этом внимание на разработку ресурсо- и энергосберегающих технологий, применение более эффективного минерального сырья, в т.ч. отечественного, а также отходов производства.

Раздел должен заканчиваться формулировкой четкой цели исследования и основных задач, решение которых позволит достигнуть поставленной цели.

Объем введения 1–2 страницы.

Аналитический обзор литературы составляется на основе проработки ряда источников информации. Источники информации и принципы их поиска изложены в предыдущем разделе. При использовании литературных источников не рекомендуется простое переписывание информации. Информация из отдельного источника приводится в реферированном виде. При этом необходимо критически анализировать приводимые сведения, давать им оценку.

При изложении информации из конкретного источника необходимо сослаться на этот источник, например, «Авторами [1] установлено, что ...», «По данным авторов [2], составы термостойких стекол включают, мас. %:.....», «Известно [3], что...» и т. п. Источник информации может быть также указан в конце последнего предложения абзаца, в котором приводятся сведения из него. Ссылки

на источники даются по порядку номеров, библиографические сведения приводятся в виде списка использованных источников. При использовании вторичных документов и изданий, например реферативных журналов «Химия», ссылки даются на первичный документ.

Обзор литературы должен содержать вводную часть, аналитическую часть, выводы. В аналитическом обзоре литературы необходимо сделать обобщение информации, дать оценку рассмотренным в обзоре научным и техническим разработкам, сделать выводы о наиболее перспективных направлениях исследований, современных технологиях и т. д.

На основе обобщения данных научно-технической и патентной документации выбирается система, в которой будет проводиться синтез материалов, определяются цель и задачи исследования. Задачи исследования, как правило, включают:

- синтез материалов в выбранной системе;
- исследование технологических и физико-химических свойств синтезированных материалов;
- исследование фазового состава и структуры опытных образцов.

Методы исследований. В этом разделе должны быть в краткой форме отражены методики синтеза материалов, изучения их основных физико-химических характеристик, фазового состава и структуры.

При описании методики синтеза должны быть освещены вопросы подготовки сырьевых материалов, составления сырьевых смесей, указывается тонина помола шихты (массы) и способы ее контроля (удельная поверхность, остаток на сите). При изготовлении керамических образцов необходимо отразить способ приготовления формовочной массы и формования образцов с указанием содержания связки, давления прессования и размера образцов. Далее указываются температурно-временные условия синтеза материалов (варки стекла и спекания керамических образцов), а также используемые теплотехнические установки.

В разделе должны быть отражены методы определения свойств образцов с указанием ГОСТ или ТУ, применяемых установок и приборов, расчетных формул и погрешности измерений.

В первую очередь необходимо использовать стандартные методики. В этом случае методика описывает кратко и приводится номер соответствующего ГОСТа. Например, описание методики измерения ТКЛР может представлено следующим образом: «Температурный коэффициент линейного расширения определен методом дилатометрии. Определение ТКЛР выполнено по методике ГОСТ 10978-83. Для измерения ТКЛР использовался вертикальный кварцевый дилатометр ДКВ-5АМ. Интервал температур исследования составлял 20–300 °С при постоянной скорости нагрева образцов в печи 4–5 °С/мин. Погрешность определения ТКЛР составила $\pm 0,2\%$ ».

Также кратко описываются общепринятые методики, изложенные в практиках [3,43]. При описании методик необходимо указывать погрешность применяемых методов или точность получаемых данных.

В конце данного раздела приводятся методы структурных исследований сырья, смесей и синтезированных материалов. Должны быть указаны информаци-

онность метода, вид применяемой установки, используемые образцы, параметры исследования (температура, частота, длина волны, вид катода и др.).

При использовании малоизвестных или новых методик необходимо привести их детальное и полное описание, включая характеристику образцов, приборы, режимы измерений и т.п. Рекомендуется привести фотографии или схемы нестандартных установок или приспособлений.

Экспериментальная часть. В экспериментальной части приводятся результаты экспериментального исследования и их анализ. Данный раздел является наиболее объемной и значимой частью курсовой работы. В разделе необходимо детально и последовательно изложить промежуточные и окончательные результаты работы, включая отрицательные.

Содержание экспериментальной части пояснительной записки должно соответствовать выданному заданию. В первом ее подразделе должна быть приведена область опытных составов (стекло, керамических материалов) и обоснован выбор данной области на основе диаграмм состояния, научных и патентных данных литературы и т.п.

Необходимо обосновать выбор сырьевых материалов для синтеза, указаны их месторождения, ТУ или ГОСТ, химический состав и, если необходимо, технологические свойства и структурные особенности. Далее приводятся результаты расчета шихтовых (или химических) составов смесей для получения стекол, глазурей, керамики. Описываются результаты синтеза исследуемых материалов во взаимосвязи с заданными условиями.

В следующем подразделе этой части записки приводятся экспериментальные данные по исследованию физико-химических свойств опытных образцов, перечень которых дан в задании. Полученные данные должны быть обработаны – представлены в виде таблиц, графиков, гистограмм (см. раздел 3 данного пособия), проанализированы, установлены закономерности изменения показателей свойств от исходного химического (шихтового) состава, условий синтеза и других изменяемых факторов. В таблицах приводятся только результаты определения показателей свойств материалов, а не промежуточные результаты измерений. Например, при определении ТКЛР приводятся только показатели α_{20-300} (для стеклообразных материалов) либо α_{20-400} (для керамических материалов) для образцов различного состава; результаты измерения относительного удлинения и промежуточные показатели ТКЛР не приводятся.

Полученные закономерности следует сопоставить с известными данными, научно интерпретировать и сделать выводы.

Следующий подраздел экспериментальной части должен освещать результаты структурных исследований синтезированных материалов (а также исходных смесей): фазовых превращений при нагревании шихт или материалов с помощью дифференциально-термического анализа; фазовый состав и структурные характеристики на основе рентгенофазового анализа и ИК-спектроскопии; макро- и микроструктура опытных образцов, изученная с помощью оптической и электронной микроскопии.

В конце экспериментальной части приводится анализ результатов исследования. Анализ заключается в установлении закономерностей влияния состава

опытных материалов, технологических параметров синтеза, например дисперсности исходных компонентов, температуры и времени обжига, давления прессования, на физико-химические свойства опытных образцов. Анализируются особенности структуры и фазового состава синтезированных материалов, влияние структурных факторов на свойства материалов. По совокупности свойств выбирается оптимальный состав или область составов материала с указанием его основных характеристик и рекомендуемых областей применения. При наличии промышленных материалов аналогичного назначения приводятся их сравнительная характеристика и показываются преимущества разработанного материала.

Технологический раздел. Выполнение экспериментальной части учебно-исследовательской работы заканчивается разработкой составов материалов для получения керамических и стеклянных изделий различного назначения. Исходя из результатов исследования, следует указать конкретные области использования разработанных материалов, выбрать вид и марку изделий, которые планируется выпускать, привести требования ГОСТа или ТУ и оценить соответствие им характеристик рекомендуемых материалов.

Выбор сырьевых компонентов для производства изделий определяется на основании химического или шихтового состава разработанного материала, который приводится в данном разделе. Следует обратить внимание на использование новых сырьевых месторождений, местного более доступного сырья, отходов промышленности.

Определяющим фактором при выборе сырья является его химический и минералогический состав, а также наличие примесей.

Затем приводится характеристика выбранных сырьевых материалов для разрабатываемой технологической схемы. Указываются месторождения сырья, ГОСТ или ТУ, его химический и минералогический составы, влажность, зерновой состав, основные технологические свойства (для керамических материалов). Если эти сведения присутствуют в обзоре литературы или в экспериментальной части, то можно сделать ссылку на эти разделы.

Выбор рациональной технологической схемы производства изделий из разработанных материалов производится на основе анализа существующих способов производства продукции аналогичного вида.

Определяющим фактором при выборе способа производства являются вид исходного сырья и требования, предъявляемые к готовой продукции.

После обоснования и выбора способа производства разрабатывается принципиальная схема технологического процесса с указанием применяемого оборудования для основных и вспомогательных технологических операций.

Технологическая схема включает все операции от склада сырья до склада готовой продукции. Для выполнения технологических операций подбирается необходимое оборудование. В результате технологический процесс производства изделий представляется аппаратурной схемой, которая должна быть рациональной, энергосберегающей с отсутствием или минимальным количеством ручных операций и возможностью механизации и автоматизации процессов.

Примеры составления указанных схем для производства стеклянных изделий приведены в Приложении Б, керамических изделий в Приложении В.

В записке должно быть приведено краткое описание технологической схемы производства, включающее сущность, параметры и режимы каждой операции.

Технологическая схема производства стеклоизделий включает подготовку сырьевых материалов.

При описании технологической схемы производства керамических изделий следует указывать зерновой состав и влажность исходных компонентов, параметры приготовления формовочной массы (время и степень помола и др.), режимы формования (давление прессования, время отливок и т.д.), температурно-временные режимы сушки и обжига изделий, а также контроль качества продукции.

Графическая часть. Графическая часть курсовой работы представляется на одном листе формата А1. На нем представляются основные результаты исследований в виде таблиц, графиков, диаграмм, фотографий и т.п.

В листе приводятся составы опытных материалов в виде таблицы или рисунка, на котором представляется концентрационный треугольник составов. Далее размещаются рисунки, иллюстрирующие зависимость технологических и физико-химических свойств материалов от различных факторов, результаты исследования структуры и фазового состава опытных материалов. Как правило, из пояснительной записки курсовой работы для оформления графической части выбираются наиболее информативный иллюстрационный материал. Графическая часть курсовой работы должна служить иллюстративным материалом при защите курсовой работы.

Оформление представляемого материала имеет следующие особенности: таблицы и рисунки не нумеруются; заголовки размещаются над рисунками, пояснительные подписи – под ними.

После проверки и утверждения курсовой работы руководителем проходит ее защита. Курсовая работа принимается комиссией, включающей не менее двух преподавателей кафедры.

3 Обработка и интерпретация экспериментальных данных

3.1 Использование методов планирования эксперимента

Важным этапом работы является выбор опытных составов стекол и керамических масс. Для уменьшения объема экспериментальных работ при высокой достоверности и надежности результатов рекомендуется использовать планирование эксперимента. При изучении свойств стекол многокомпонентных систем, и в ряде случаев керамических материалов, наибольшее применение получили планы Шеффе. Они предусматривают закономерное расположение экспериментальных составов на равностороннем концентрационном треугольнике (плане) [5].

В практикуме [3] приведены виды планов Шеффе и изложены принципы выбора экспериментальных составов на концентрационном треугольнике. При исследовании многокомпонентных систем выбираются три основных компонента, концентрация которых изменяется в заданных пределах; остальные компоненты вводятся в качестве постоянных добавок. Область составов выбирается на основании проведенного обзора научно-технической литературы.

Рассмотрим пример использования метода планирования эксперимента при исследовании свойств многокомпонентного боросиликатного стекла.

Исследуемая область системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ включает, мол. %: Na_2O 7,5–15; B_2O_3 10–17,5; SiO_2 67,5–75 – при постоянном содержании компонентов, мол. %: CaO 5; Al_2O_3 2,5. Следовательно, можем провести планирование эксперимента в частном сечении системы и оценить влияние компонентов Na_2O , B_2O_3 , SiO_2 на свойства стекол.

Область исследования представлена в виде равностороннего концентрационного треугольника. Исходя из размеров области, выбираем план Шеффе третьего порядка. Положение экспериментальных точек составов представлено на рисунке 1.

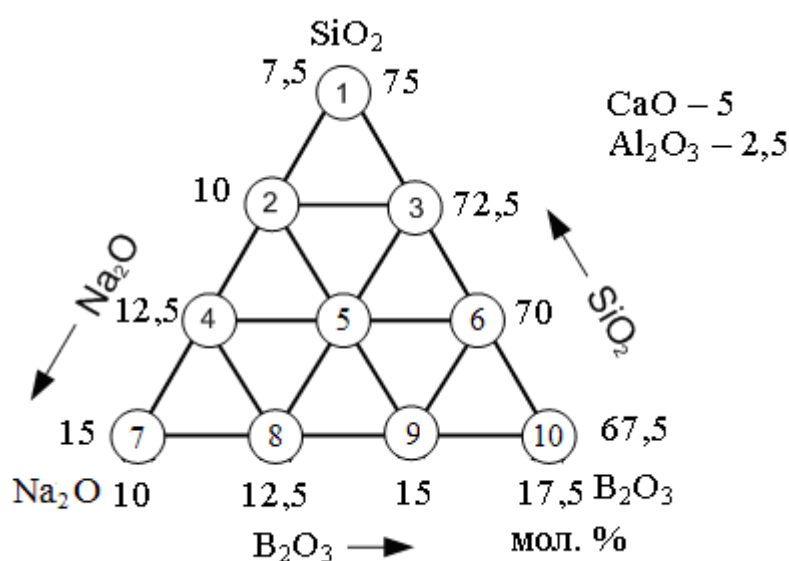


Рисунок 1 – Составы опытных стекол, мол. %

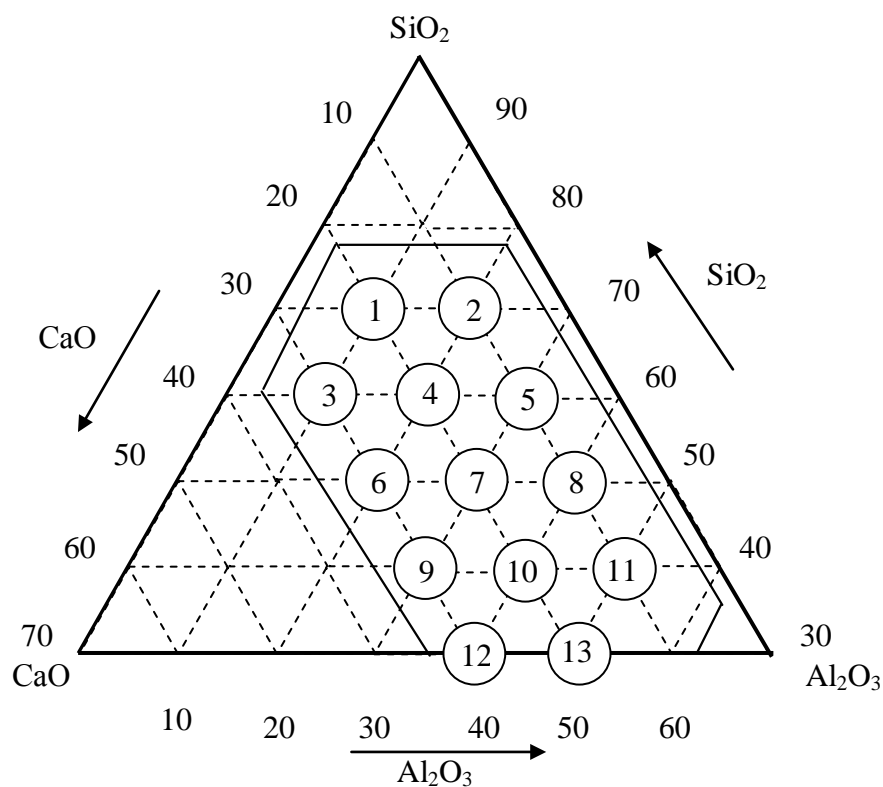
3.2 Расчеты опытных составов

Составы керамических масс для получения опытных образцов могут быть заданы в виде содержания оксидов (химический состав) или содержания сырьевых материалов (шихтовой состав). При проведении исследований в области синтеза технической и огнеупорной керамики используют химические составы масс, а строительной и тонкой керамики предпочтительнее шихтовые составы. При выполнении работы следует произвести расчеты сырьевой шихты по заданному химическому составу смеси или наоборот рассчитать содержание оксидов по заданному шихтовому составу.

Например, при проведении исследований по разработке анортитсодержащей электроизоляционной керамики заданы химические опытных смесей в системе $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, которые представлены в таблице 1 и на концентрационном треугольнике (рисунок 2).

Таблица 1 – Химический состав исследуемых составов

Оксид	Номер состава, содержание оксида, мас. %												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Al_2O_3	10	20	10	20	30	20	30	40	30	40	50	40	50
SiO_2	70	70	60	60	60	50	50	50	40	40	40	30	30
CaO	20	10	30	20	10	30	20	10	30	20	10	30	20



— номера опытных составов; ———— — область исследуемых составов.

Рисунок 2 – Область опытных составов в системе $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, мас. %

Для обеспечения заданного химического состава проводится выбор сырьевых материалов. В данном случае это могут огнеупорная глина марки «Веско–Гранитик», песок кварцевый лоевский, мел волковысский, глинозем технический.

Исходя из химических составов опытных смесей и сырьевых материалов (приложение Б) рассчитывают шихтовые составы и скорректированные химические составы синтезируемых керамических материалов. Содержание сырьевого компонента определяют по формуле:

$$B_j = \frac{A_i}{C_{ij}} \cdot 100 \% ,$$

где B_j – масса j -ого сырьевого материала, достаточная для введения определенного количества, согласно теоретическому химическому составу керамической композиции, i -ого оксида, г; C_{ij} – содержание i -ого оксида в j -ом сырьевом материале, г.

Шихтовой состав масс приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Шихтовой состав опытных керамических масс

Номер состава	Компоненты и их содержание, мас. %			
	глина «Веско–Гранитик»	песок кварцевый	мел волковысский	технический глинозем
1	2	3	4	5
1	26,3	43,1	30,6	–
2	60,3	23,8	15,9	–
3	24,9	31,9	43,2	–
4	54,4	16,7	28,9	–
5	84,4	0,4	15,2	–
6	51,4	7,2	41,4	–
7	68,1	–	28,3	3,6
8	72,3	–	15,5	12,2
9	51,6	–	41,3	7,1
10	55,5	–	28,9	15,6
11	59,0	–	15,4	25,6
12	38,2	–	42,4	19,4
13	41,3	–	30,0	28,7

Расчетный химический состав синтезированной керамики представлен в таблице и рассчитан по формуле:

$$P_i = \frac{\sum(B_j \cdot C_{ij})}{100} ,$$

где P_i – реальное содержание i -ого оксида в синтезированном керамическом материале, %.

Таблица 3 – Расчетные химические составы керамических масс

№ состава	Оксиды и их содержание, мас. %									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	п.п.п.	сумма
1	58,05	8,29	0,33	0,36	16,6	0,74	0,27	0,56	14,8	100
2	58,06	17,75	0,64	0,68	8,84	0,83	0,54	1,17	11,49	100
3	46,53	7,75	0,33	0,38	23,24	0,93	0,25	0,52	20,07	100
4	47,68	15,99	0,6	0,65	15,69	0,98	0,47	1,05	16,89	100
5	48,72	24,34	0,87	0,93	8,46	1,04	0,7	1,59	13,35	100
6	37,11	15,02	0,58	0,66	22,27	1,15	0,44	0,98	21,79	100
7	39,36	23,28	0,72	0,8	15,35	1,1	0,57	1,28	17,54	100
8	41,46	33,05	0,75	0,8	8,57	0,93	0,6	1,36	12,48	100
9	30,28	22,07	0,58	0,66	22,19	1,15	0,43	0,97	21,67	100
10	32,21	31,66	0,6	0,67	15,61	0,99	0,46	1,04	16,76	100
11	33,88	42,3	0,62	0,67	8,45	0,8	0,59	1,11	11,58	100
12	22,7	30,28	0,45	0,53	22,71	1,04	0,39	0,72	21,18	100
13	24,17	40,31	0,47	0,52	16,13	0,87	0,46	0,78	16,47	100

Аналогичным образом представляются данные по химическому и шихтовому составу стекол. Составы опытных стекол приводятся в таблицах. При систематическом исследовании области составов на концентрационном треугольнике составы стекол могут быть представлены на рисунке. Пример графического представления составов стекол представлен на рисунке 2. Наряду с указанием составов на рисунке может быть показаны качественные характеристики стекол, например, наличие признаков фазового разделения (опалесценция, глушение), качество провара. При варке стекол двух и более серий используется дробная нумерация составов, представленная на рисунке 3.

Расчет шихты производится методами, изложенными в практикуме [3]. При варке экспериментальных составов, как правило, используются технические сырьевые материалы и кварцевый песок Новоселовского ГОКА. При разработке и оптимизации составов окрашенных тарных стекол, петроситаллов и т.п. используются главным образом природные материалы, составы которых приведены в приложении Б. Необходимо представить данные о применяемых сырьевых материалах, использованных в работе. При этом следует указать наименование, марки, ГОСТ или ТУ на материалы, их химический состав.

В пояснительной записке должен быть приведен пример расчета шихты для одного из составов. Шихтовой состав экспериментальных стекол должен быть представлен в таблице.

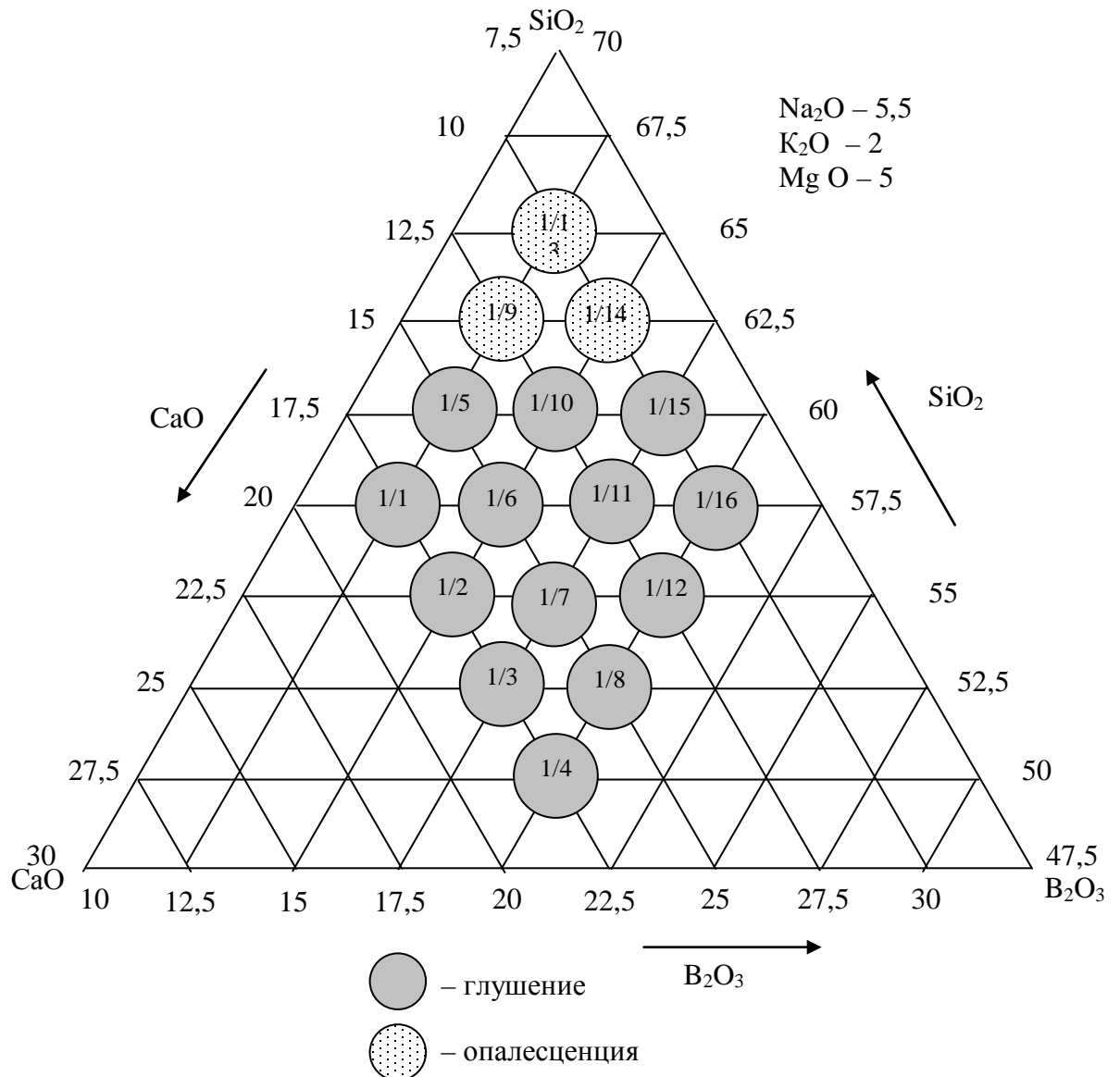


Рисунок 3 – Составы стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, мол.%

3.3 Представление экспериментальных данных

Технологические свойства материалов. При разработке материалов важное значение имеет их технологические свойства. В отношении стекломатериалов эти свойства определяются по качественным показателям образцов стекол и их кристаллизационной способности.

Оценка варочных свойств проводится визуально, при этом отмечается наличие кристаллических включений, которые представляют собой нерастворившийся кремнезем, наличие свилей, пузырей. Оценивается также окраска стекла и ее однородность.

Если все образцы стекла хорошо проварились, однородны, то при описании синтеза стекла это отмечается в тесте пояснительной записки. В случае зависимо-

сти варочных свойств стекол от состава (при заданной температуре синтеза) необходимо результаты оценки качества стекла представить в виде таблицы. Если составы стекол представлены на концентрационном треугольнике, качественные характеристики стекол могут быть показаны на рисунке (рисунок 3). Рекомендуемые условные обозначения результатов визуальной оценки технологических свойств приведены в практикуме [3].

По результатам оценки варочных свойств делается заключение о технологичности опытных составов. Для дальнейшего исследования выбираются составы стекол, обеспечивающие получение качественных образцов при температурах варки, не превышающих 1550 °С.

Оценка кристаллизационной способности стекол проводится методом градиентная термообработки.

Результаты градиентной термообработки стекол представляются в следующем виде (рисунок 4).

По данным градиентной термообработки определяется характер кристаллизации, температурный интервал кристаллизации. Отсутствие признаков кристаллизации свидетельствует о низкой кристаллизационной способности стекол. Расширение температурного интервала кристаллизации с изменением состава стекол, наоборот, являются следствием повышения склонности к кристаллизации. Кроме этого, по данным градиентной термообработки определяются температуры начала деформации образцов, температурный интервал растекаемости. Эти данные позволяют судить об изменении реологических свойств стекол – вязкости и поверхностного натяжения.

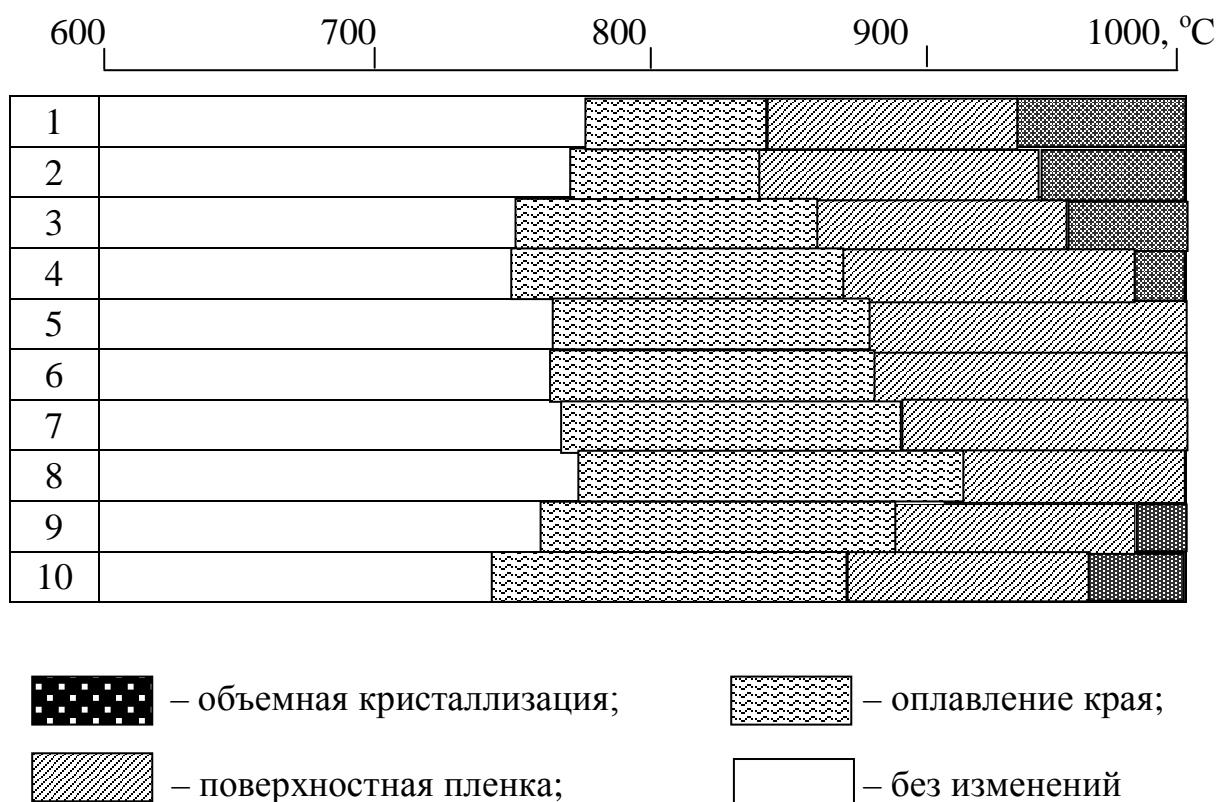


Рисунок 4 – Результаты термообработки опытных стекол

Физико-химические свойства материалов. Экспериментальные данные определения показателей свойств опытных образцов в зависимости от различных факторов (химического состава, вида и количества минерализаторов, дисперсности исходных компонентов, температуры и времени обжига, давления прессования и др.) представляются в виде таблицы. Пример такого оформления экспериментальных данных представлен в таблице 4.

Таблица 4 – Физико-химические свойства опытных образцов, обожженных при различных температурах

Шихтовой состав, %		Кажущаяся плотность, кг/м ³			Открытая пористость, %			Водопоглощение, %		
глинозем технический	аморфный кремнезем	Температура обжига, °С			Температура обжига, °С			Температура обжига, °С		
		1200	1250	1300	1200	1250	1300	1200	1250	1300
15	85	972	1133	1245	59,7	55,5	51,7	61,4	49,0	41,5
20	80	1050	1190	1340	56,7	50,4	45,3	54,0	42,4	33,8
25	75	1048	1204	1370	55,8	46,4	39,3	53,2	38,5	28,7
30	70	1090	1257	1390	52,5	46,3	37,1	48,2	36,8	26,7
35	65	1100	1250	1410	51,7	43,8	35,3	47,0	35,0	25,0

Более наглядно зависимость показателей указанных в таблице свойств от содержания глинозема и аморфного кремнезема, а также температуры спекания может быть представлена в виде графиков (рисунок 5, 6) и гистограмм (рисунок 7).

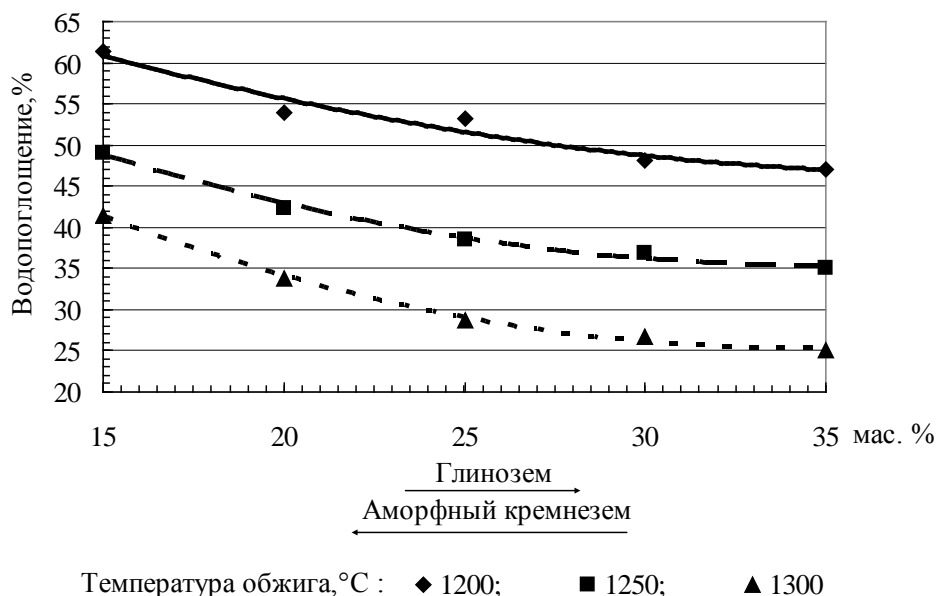


Рисунок 5 – Зависимость водопоглощения опытных образцов от состава и температуры спекания

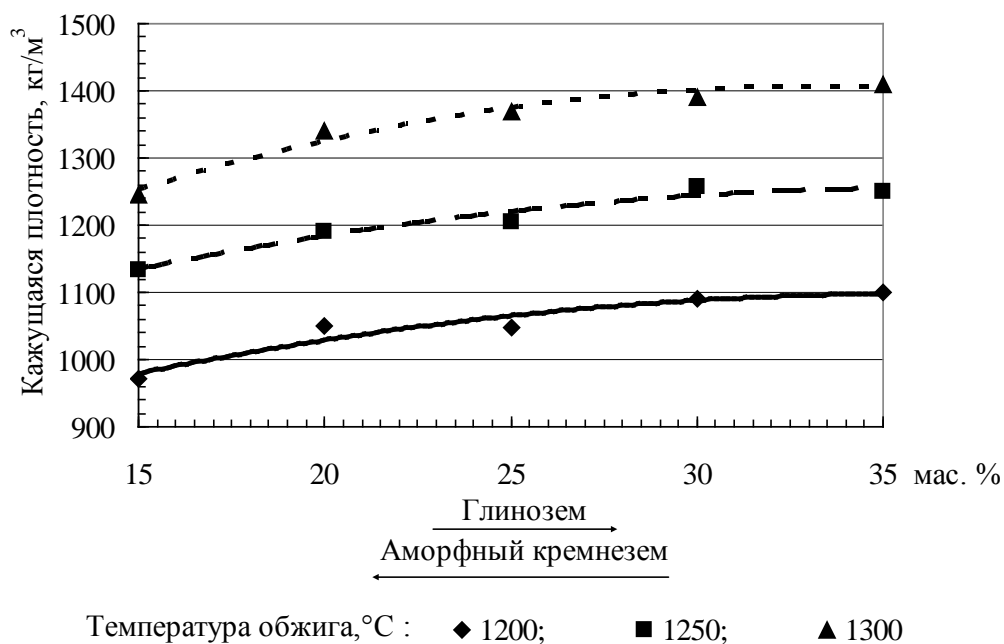


Рисунок 6 – Зависимость кажущейся плотности опытных образцов от состава и температуры спекания

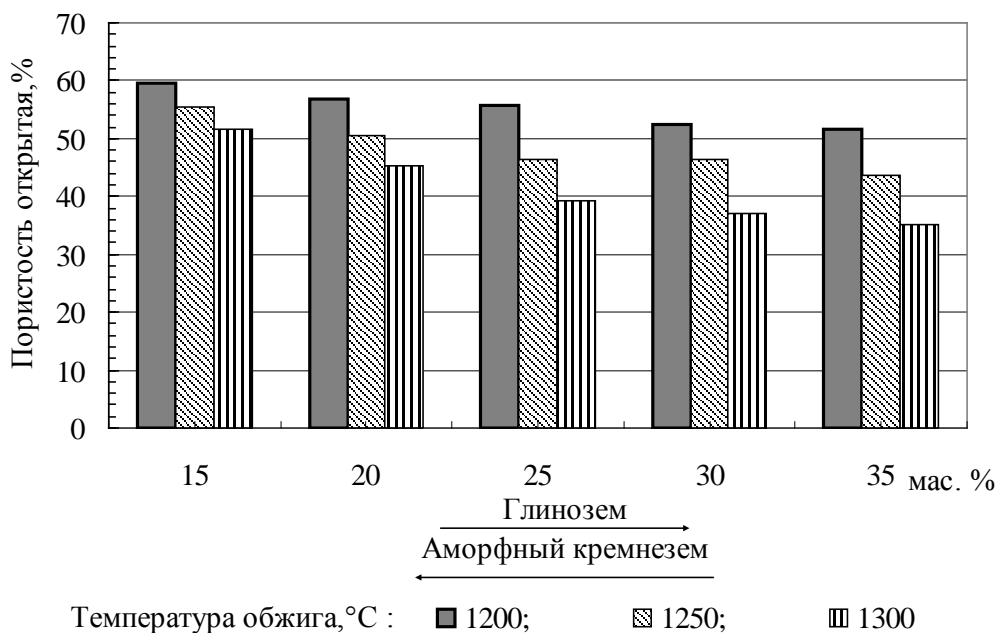


Рисунок 7 – Зависимость открытой пористости опытных образцов от состава и температуры спекания

Точки на графиках необходимо соединять плавной линией так, чтобы она по возможности проходила ближе ко всем экспериментальным точкам. В случае резкого отклонения одной-двух точек от кривой необходимо повторить измерение в данной диапозоне. Возможно, отклонение связано с грубой погрешностью измерения.

Вид графика зависит от масштаба по координатным осям. Форма графика не должна быть вытянутой по оси y (узкой) либо x (уширенной).

3.4 Обработка экспериментальных данных

При обработке результатов измерений показателей физико-химических свойств материалов важное значение имеет выбор уравнения регрессии. На рисунке 8 экспериментальная кривая зависимости показателей вязкости от температуры изображена в виде точек на плоскости.

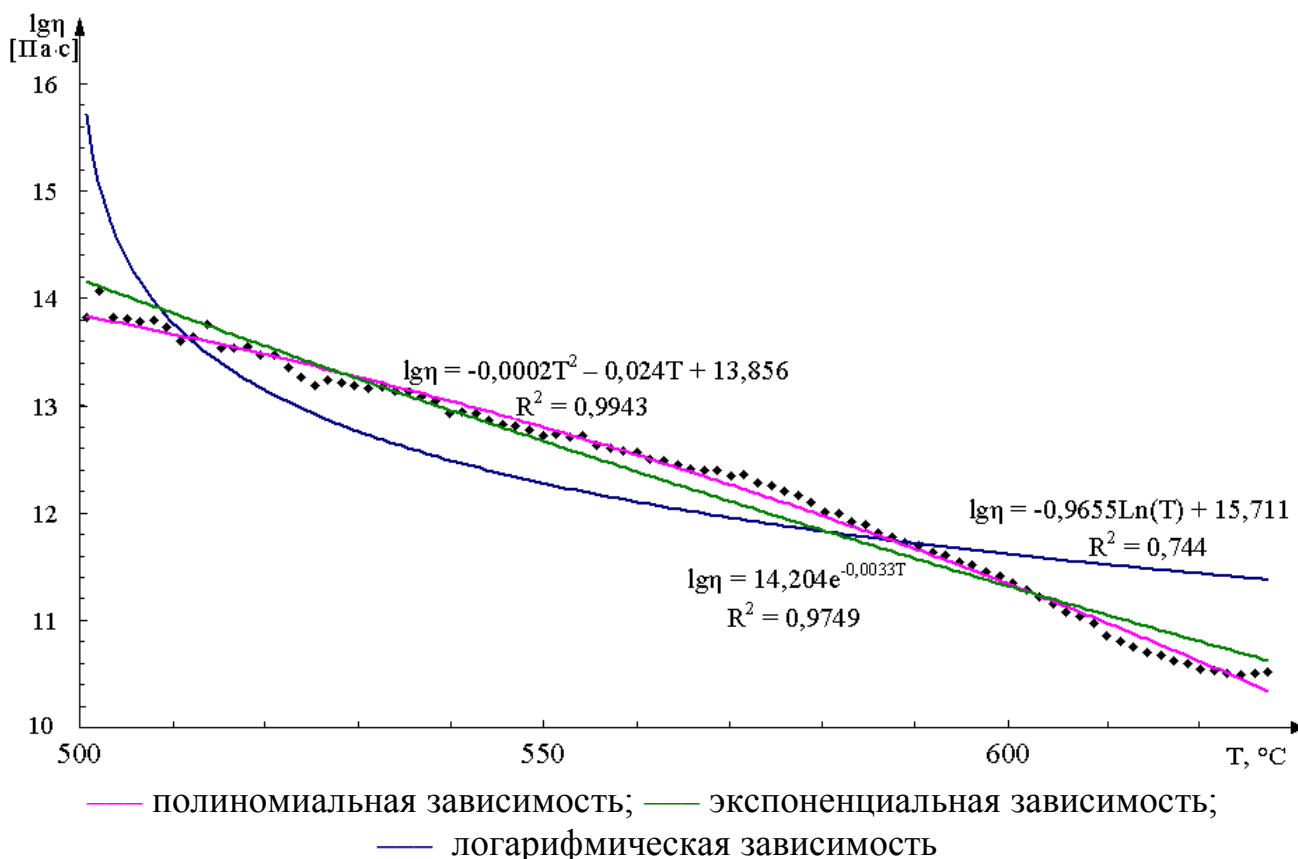


Рисунок 8 – Варианты уравнений регрессии температурной зависимости вязкости стекла

Наблюдается явно выраженная тенденция снижения вязкости с температурой. При обработке экспериментальных данных с помощью программы Excel выбирается линия тренда, выражающая форму парной связи $\lg \eta = f(T)$. В данном случае выбраны нелинейные формы – логарифмическая, экспоненциальная, полиномиальная.

Полиномиальное уравнение характеризуется самым высоким коэффициентом достоверности аппроксимации: R^2 полиномиальное равно 0,9943, R^2 экспоненциальное 0,9749, R^2 логарифмическое 0,744. Это значит, что полиномиальное уравнение второго порядка наиболее достоверно описывает результаты опытов.

Следует иметь в виду, что при выборе уравнения регрессии не всегда нужно выбирать линии тренда, характеризующиеся максимальной величиной R^2 . Необходимо учитывать также физико-химические закономерности влияния состава стекол на свойства. Во многих случаях эти зависимости могут быть линейными.

При использовании метода планирования эксперимента (планов Шеффе) при изучении диаграмм «состав–свойство» для обработки данных используется

программа «Statistica». Исходные данные – составы стекол и показатели свойств – вводятся в соответствии с планом эксперимента. Далее выбирается вид графического представления. Наиболее наглядным является построение изолиний (линий равных значений) показателей свойств. Они позволяют определить закономерности изменения свойства при варьировании содержания трех компонентов стекла.

В результате обработки данных с помощью компьютерной программы «Statistica» получаем графические зависимости «состав–ТКЛР», которые представляют собой линии равных значений показателей ТКЛР в исследуемой области концентраций системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (рисунок 9).

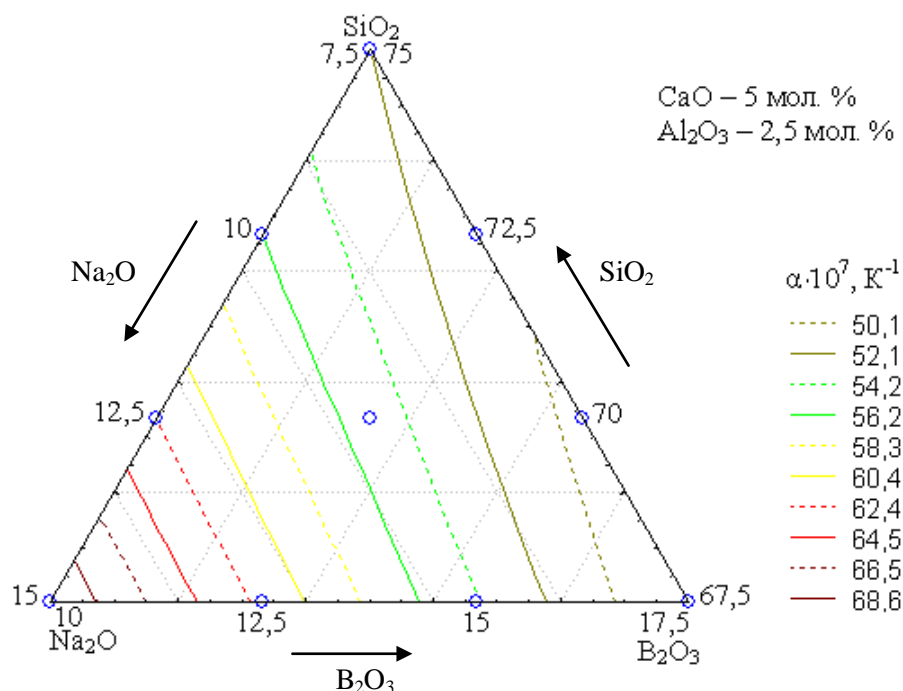


Рисунок 9 – Зависимость ТКЛР от состава опытных стекол

Из полученной диаграммы «состав–ТКЛР» можно сделать заключение, что изменение ТКЛР в наибольшей степени зависит от содержания Na_2O .

На основании полученного уравнения регрессии могут быть рассчитаны показатели ТКЛР в любой точке исследуемой области составов, что важно при разработке состава стекла с заданными показателями этой величины.

По линиям постоянного содержания одного из компонентов в исследуемом сечении системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, например SiO_2 , можно получить информацию о влиянии замены B_2O_3 на Na_2O на показатели свойства и построить соответствующие графические зависимости.

3.5 Интерпретация результатов исследования фазового состава и структуры материалов

Дифференциально-термический анализ. Метод дифференциально-термического анализа позволяет выявить и исследовать фазовые превращения и

химические реакции, протекающие в веществе при нагревании или охлаждении, по термическим эффектам, сопровождающим эти изменения. При анализе они регистрируются в виде кривой в системе координат: ордината – разность температур (Δt) между исследуемым веществом и термическим эталоном, абсцисса – температура (T , °C). Полученная кривая называется кривой ДТА. Если при нагревании исследуемое вещество не испытывает никаких превращений, то разность температур будет равна 0 ($\Delta t=0$). В этом случае кривая ДТА регистрируется в виде прямой линии, совпадающей с осью абсцисс, и называется нулевой линией.

В современных установках наряду с дифференциально-термическим анализом проводится термогравиметрический анализ, который дает возможность устанавливать, какие изменения массы (уменьшение или увеличение) происходят в образце при нагревании, и измерять их величину. Результатом этого анализа является термогравиметрическая (термовесовая или кривая изменения массы) кривая ТГ, которая представляет собой график зависимости изменения массы вещества от времени или температуры. Изменение массы изучаемого объекта обычно регистрируется автоматически при непрерывном и плавном нагревании вещества до постоянной массы.

Одновременно с указанными кривыми может сниматься кривая ДТГ (дифференциально-термогравиметрическая), которая регистрирует скорость изменения массы вещества (т.е. скорость протекания процесса) как функцию от времени и температуры внешней среды. Она способствует интерпретации обычной простой гравиметрической кривой (ТГ) и дает возможность получать правильные данные даже в тех случаях, когда две реакции, связанные с потерей массы вещества, следуют близко одна за другой или частично перекрывают одна другую, а также когда реакции протекают при чередующихся больших и малых изменениях массы. Быстро следующие один за другим процессы, которые на термогравиметрической кривой накладываются на дифференциально-термогравиметрической резко разделяются.

Сочетание этих двух методов позволяет комплексно и более достоверно изучить процессы, происходящие при нагревании материалов.

Интерпретацию результатов дифференциально-термического анализа рассмотрим на примере бентонита острожанского (Республика Беларусь), дериватограмма которого представлена на рисунке 10.

Кривая ДТА характеризуется наличием трех эндо- и одного экзотермического эффектов. Первый эндоэффект с минимумом при 156° обусловлен удалением физической влаги, что сопровождается потерей массы 9,8% (находится по кривой ТГ с применением шкалы Δm).

Такое большое количество влаги обусловлено ее адсорбцией из воздуха благодаря высокой дисперсности и гидрофильности монтмориллонитовой составляющей бентонита. Следующий небольшой эндотермический эффект при 247°С в виде ступеньки к предыдущему эффекту является отличительным признаком монтмориллонита и обусловлен потерей физико-химической влаги, находящейся в межслоевом пространстве кристаллической решетки: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} + n\text{H}_2\text{O} \uparrow$. При этом потеря массы составляет ~ 2,5%.

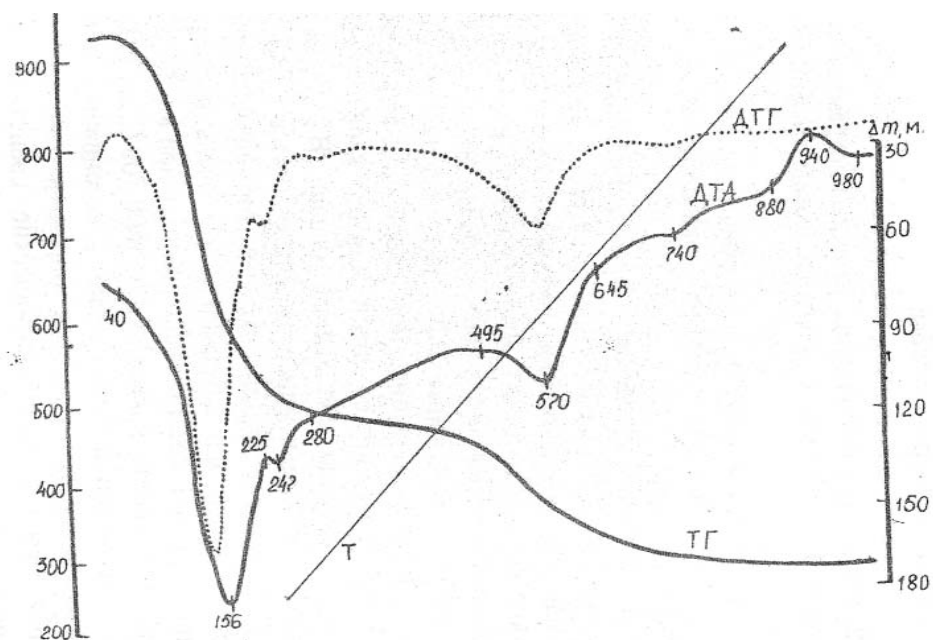


Рисунок 10 – Дериватограмма бентонита острожанского

В интервале 495–645° наблюдается эндоэффект с минимумом при 570°, сопровождающийся потерей массы ~ 5,5%. Он обусловлен процессом дегидратации глинистого минерала с образованием метастабильного соединения $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$ с решеткой, упорядоченной только в двух направлениях.

При температуре 740° происходит разложение карбонатов при потере массы <0,5%, что отражается эндоэффектами на кривой ДТА и ДТГ.

В области 900° и выше дегидратированный остаток диссоциирует с последующим объединением однородных структурных единиц $[\text{SiO}_4]$ и $[\text{AlO}_4]$ в более или менее протяженные группировки аморфных веществ и одновременным ростом равнозначности внутритетраэдрических связей (940°С). Параллельно иногда кристаллизуется небольшое количество $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ или муллитоподобной фазы. Нет четкой аргументации экзотермического эффекта при 940–960 °С. Наиболее вероятно, что источник энергии экзотермии – свободная энергия метамонтмориллонита, которая выделяется в момент геометрического выравнивания $[\text{SiO}_4]$ и $[\text{AlO}_4]$ и их сегрегации. Этот процесс не сопровождается изменением массы и поэтому на кривой ДТГ нет никаких изменений.

При изучении кинетики химических процессов производят расчет энергии активации, т.е. того избыточного количества энергии, которой должна обладать молекула в момент столкновения, чтобы началась химическая реакция (или система, чтобы начался процесс).

Для расчета энергии активации могут быть использованы кривые ДТА, ТГ, ДТГ. Методика расчета энергии активации процесса диссоциации приведен в лабораторном практикуме [5].

ДТА используется для исследования фазовых превращений, происходящих при термообработке стекол. Кривые ДТА стекол подразделяются на две группы: 1-я – для стекол, проявляющих признаки кристаллизации (рисунок 11) и 2-я – для стекол, не кристаллизующихся при термообработке (рисунок 12).

Стекла первой группы имеют два выраженные экзоэффекты, обусловленные выделением двух кристаллических фаз. Одна из них выделяется в интервале температур 500–570 °С, вторая при 680–720 °С.

Некристаллизующиеся стекла (рисунок 12) характеризуется наличием на кривых ДТА двух эндоэффектов, обусловленных ликвационными явлениями. Одна из ликвирующих фаз имеет $T_{н.р.}$ в интервале 440–450 °С и является доминирующей. Вторая более тугоплавкая и имеет значения $T_{н.р.}$ в интервале температур 600–620 °С.

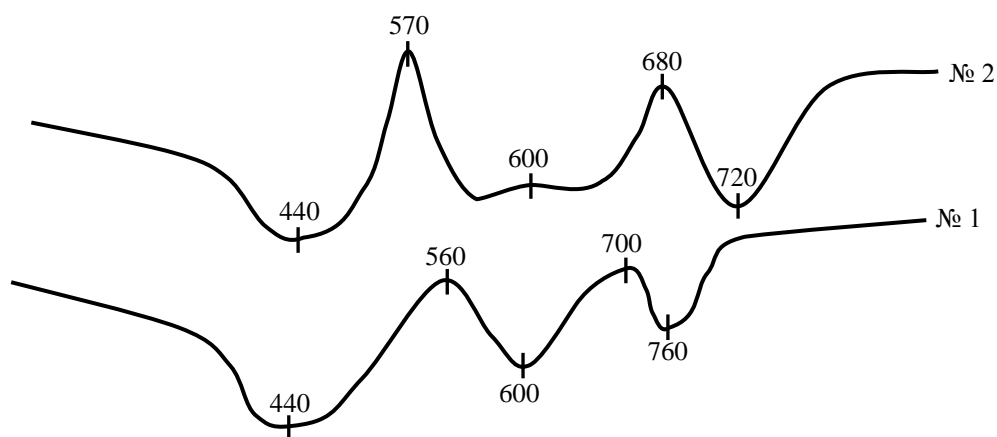


Рисунок 11 – Кривые ДТА кристаллизующихся стекол

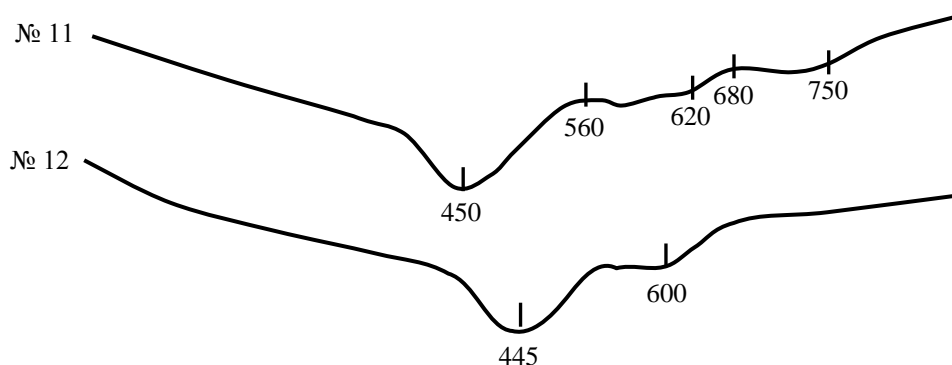


Рисунок 12 – Кривые ДТА ликвирующих стекол

Рентгенофазовый анализ. Наиболее достоверные данные по фазовому составу можно получить с помощью рентгенофазового анализа (РФА) который обеспечивает возможность определения качественного и количественного фазового состава смесей и материалов на различных стадиях синтеза. На основе РФА можно рассчитать параметры элементарной ячейки кристаллических веществ, исследовать твердые растворы и превращения. Получают дифрактограммы с помо-

щью современных рентгеновских дифрактометров с поверхности образцов или на порошкообразных пробах. Подготовка проб, проведение анализа и расшифровка полученных дифрактограмм производится в соответствии с методикой, указанной в пособиях [3, 4, 7].

После расшифровки дифрактограмм приступают к обработке результатов рентгенофазового анализа исследуемых материалов. Отмечают качественный фазовый состав с указанием кристаллических фаз и их химических формул. Анализируют изменения фазового состава образцов от соотношения исходных компонентов, температуры термообработки или других изменяемых факторов.

В тексте пояснительной записки (или приложения) приводятся дифрактограммы (или их фрагменты) исследуемых образцов с указанием угла 2θ , межплоскостных расстояний основных максимумов и условных обозначений кристаллических фаз. В качестве примера приводятся дифрактограммы композиционных материалов полученных методом СВС в системе $Al - MgCO_3 - SiO_2 - C$ (рисунок 13).

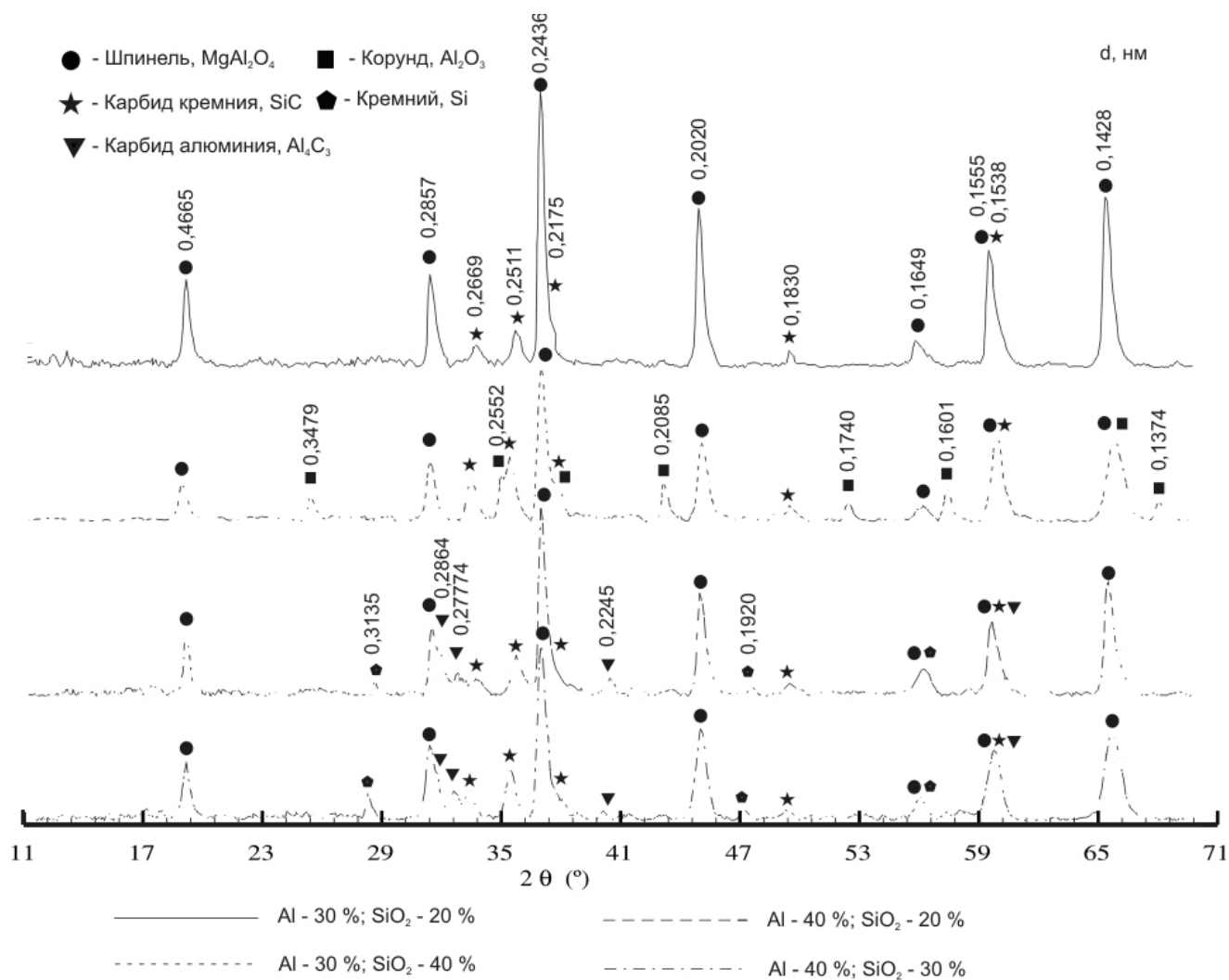


Рисунок 13 – Дифрактограммы композиционных керамических материалов в зависимости от состава исходной шихты (содержание углерода 10 %)

Изменение интенсивности дифракционных максимумов идентифицированных кристаллических фаз композиционных материалов представлено в виде гистограммы на рисунке 14. Указанные зависимости можно также представить в виде кривых на двухкоординатном графике.

На основании приведенных данных устанавливается закономерность изменения фазового состава композиций от соотношения исходных компонентов. Можно сделать однозначный вывод, что с увеличением содержания кремнезема значительно снижается количество шпинели, исчезает фаза периклаза, а интенсифицируется выделение карбида кремния и при содержании кремнезема 40 % и более появляется фаза корунда.

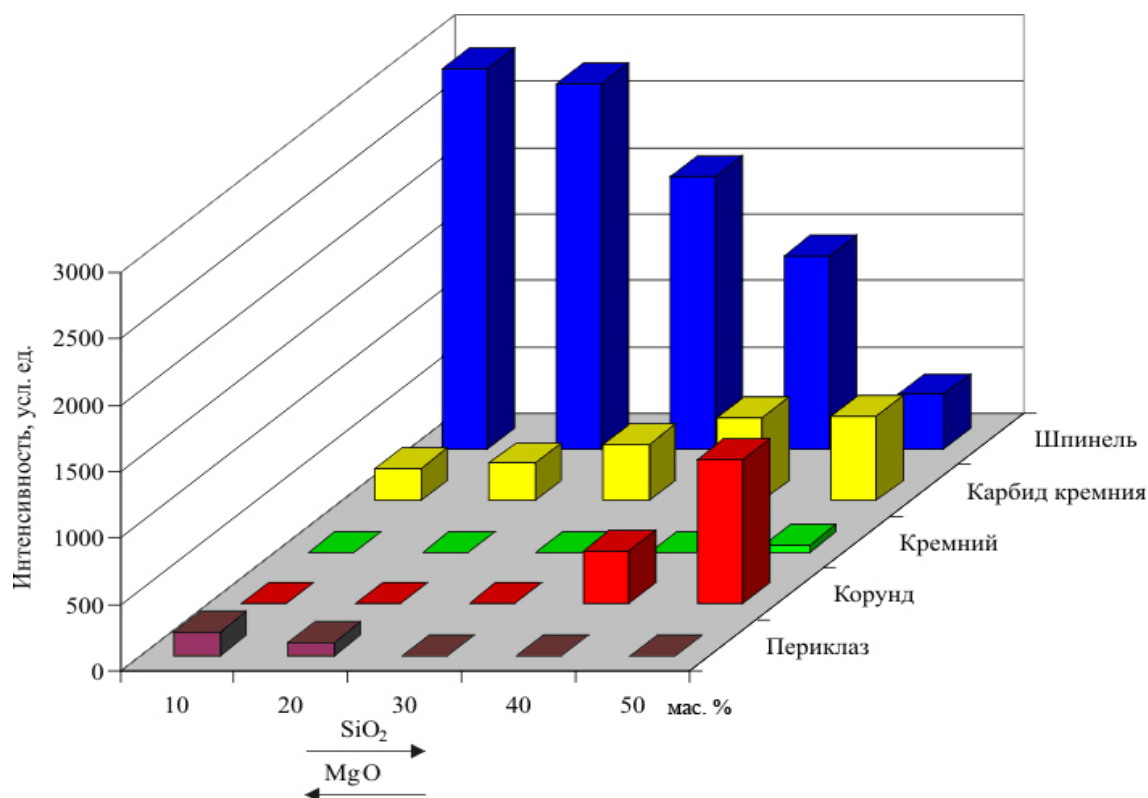


Рисунок 14 – Интенсивность дифракционных максимумов фаз в зависимости от количества SiO₂ и MgCO₃ (при содержании Al 30 % и углерода 10 %)

Инфракрасная спектроскопия. Метод инфракрасной спектроскопии широко используется для оценки особенностей влияния компонентов стекла на его структуру. При интерпретации ИК-спектров определяют интервал значений частот полос поглощения. Далее по данным [3, 7] относят максимумы полос поглощения в спектрах к колебаниям атомов в связях определенных структурных группировок. Этот метод является достаточно информативным при изменении вида и количества структурных группировок, степени связности кремнекислородного каркаса.

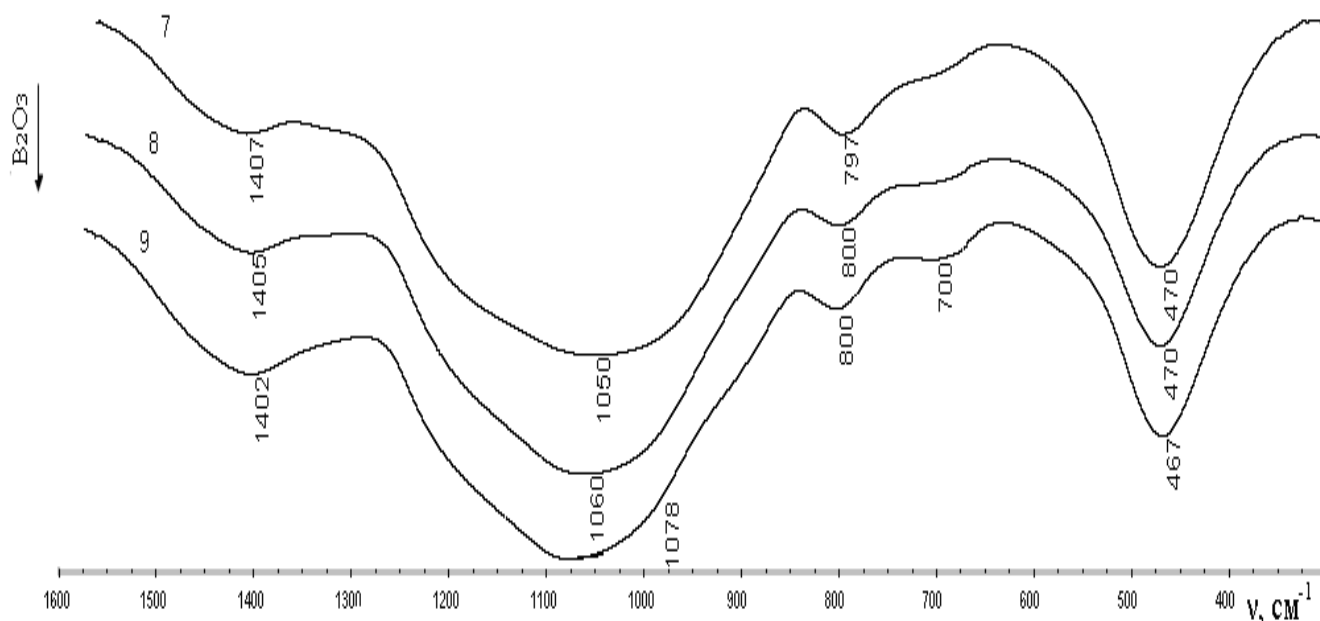
На ИК-спектрах боросиликатных стекол прослеживается наличие четко выраженных полос поглощения в области $1400\text{--}1100\text{ см}^{-1}$, $1000\text{--}1100\text{ см}^{-1}$, $700\text{--}800\text{ см}^{-1}$, $460\text{--}470\text{ см}^{-1}$ (рисунок 15).

Широкая интенсивная полоса поглощения в области $900\text{--}1200\text{ см}^{-1}$ с максимумом при $1050\text{--}1080\text{ см}^{-1}$ связана с наличием группировок [SiO₄] с различной степе-

нью полимеризации. Колебаниям атомов в связях Si–O–Si отвечают также полосы поглощения при 680–720 см⁻¹ и 400–500 см⁻¹. Полосы поглощения с максимумами при 700 и 810 см⁻¹ могут быть вызваны колебаниями атомов в группах [AlO₄].

Идентификация групп [BO₄] затруднена вследствие наложения частот колебаний атомов в связях B^{IV}–O–B^{IV} и Si–O–Si.

Полоса поглощения в интервале частот 1250–1500 см⁻¹ с максимумом при 1400–1410 см⁻¹ связана с колебаниями атомов в связях B^{III}–O–B^{III}, т.е. свидетельствует о наличии трёхкоординированного бора. С повышением содержания оксида бора происходит увеличение интенсивности полос поглощения в области 1390–1410 см⁻¹, что связано с ростом количества групп [BO₃].



7,8,9 – номера составов

Рисунок 15 – ИК-спектры поглощения боросиликатных стекол с постоянным содержанием оксида кремния

Электронная микроскопия. Макро- и микроструктура керамических образцов изучают с помощью оптической и электронной микроскопии. Применение этих методов дает возможность исследовать изменение структуры материалов, происходящее под влиянием различных факторов. Достоинством электронно-микроскопического исследования является высокая чувствительность (увеличение более 10 000 раз), однако для грубозернистых керамических материалов с большим размером зерен и кристаллов этот метод использовать нецелесообразно, гораздо больше информации можно получить при изучении структуры на оптическом микроскопе при меньшей степени увеличения.

Изображения структуры могут быть получены с поверхности образца, со скола и специально приготовленных шлифов.

При обработке результатов микроскопического исследования приводятся снимки образцов с указанием степени увеличения. Затем описывают особенности

структуры: размеры и конфигурацию кристаллов, наличие аморфизированных прослоек или областей, а также приводят характеристику имеющихся в образце пор.

В качестве примера рассмотрим структуру майоликовой керамики, изучение которой проводилось методом сканирующей электронной микроскопии.

Изучение структуры с поверхности синтезированных образцов методом электронной микроскопии (рисунок 16) показало, что в материалах морфологически различить кристаллы анортита, кварца, гематита практически невозможно. На ЭМ-снимках наблюдаются в основном структурные элементы, представленные агрегатами аморфизированных глинистых компонентов сложного состава и значительными количествами стекловидной фазы.

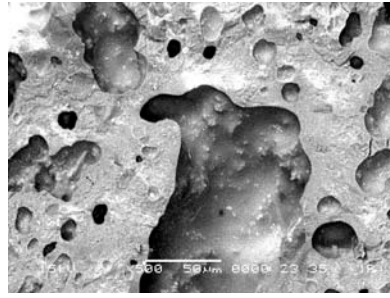
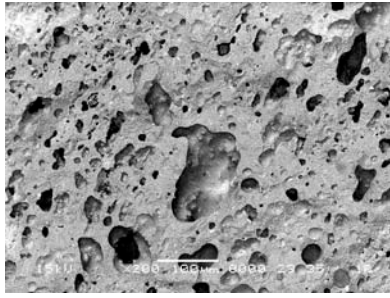
При температуре 900 °С в структуре образцов имеются значительные количества различных по размерам (10–70 мкм) и форме пор, преимущественно закрытых. Поры распределены равномерно, структура материалов однородная.

С увеличением температуры термообработки образцов до 1000 °С наблюдается уплотнение материалов, количество пор и их размер значительно снижается (5–20 мкм). Поры в основном круглой, реже продолговатой формы. Структура образцов представляет непрерывный стеклокристаллический каркас с равномерным распределением прослоек стеклофазы и пор.

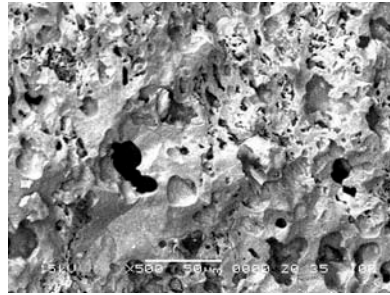
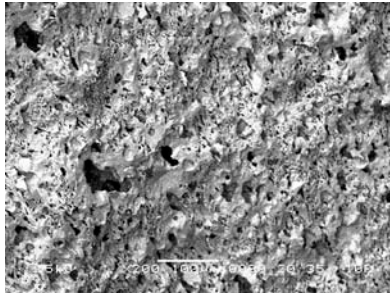
Как видно из рисунка 16, максимальное спекание и уплотнение материалов изучаемых систем происходит при температуре 1050 °С, что соответствует минимальным значениям водопоглощения и пористости. При данной температуре наблюдается максимальное количество стекловидной фазы и незначительное содержание пор, материалы характеризуются плотной и однородной структурой. При дальнейшем повышении температуры термообработки происходит деформация и вспучивание образцов, обусловленные нарастанием недопустимого количества стекловидной фазы, которая не позволяет покинуть поры продуктам дегидратации и разложения.

При исследовании структуры стекол и ситаллов информативным является метод просвечивающей микроскопии. Изображение структуры создается на специальном экране электронами, прошедшими через реплику – угольно-платиновую или угольно-хромовую пленку, которая является отпечатком исследуемой поверхности. Увеличение составляет 10000–25000 раз, что является достаточным для исследования структуры ликвидующих или кристаллизующихся образцов с размерами неоднородностей 0,1–1 мкм.

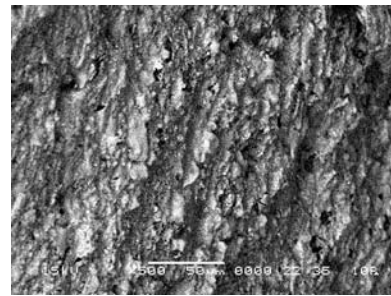
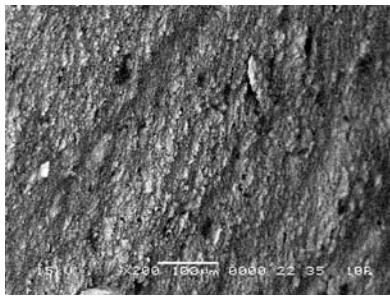
На рисунке 17 представлены электронно-микроскопические снимки ликвидующих боросиликатных стекол. Тип ликвации – капельный, т.е. фазовое разделение протекает по бинодальному механизму. Размеры капель в представленных образцах зависят от содержания Al_2O_3 . Для образцов, содержащих 4 мол.% Al_2O_3 , характерна мелкокапельная ликвационная структура с размером капель 0,05–0,1 мкм. С уменьшением содержания Al_2O_3 до 1 мол.% размер капель увеличивается до 0,5 мкм.



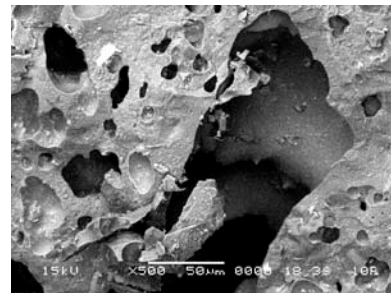
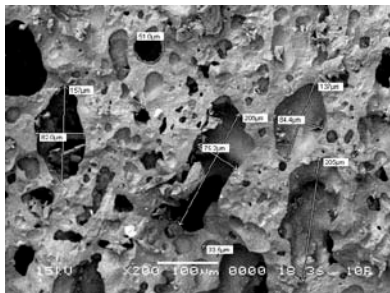
900 °C



1000 °C



1050 °C

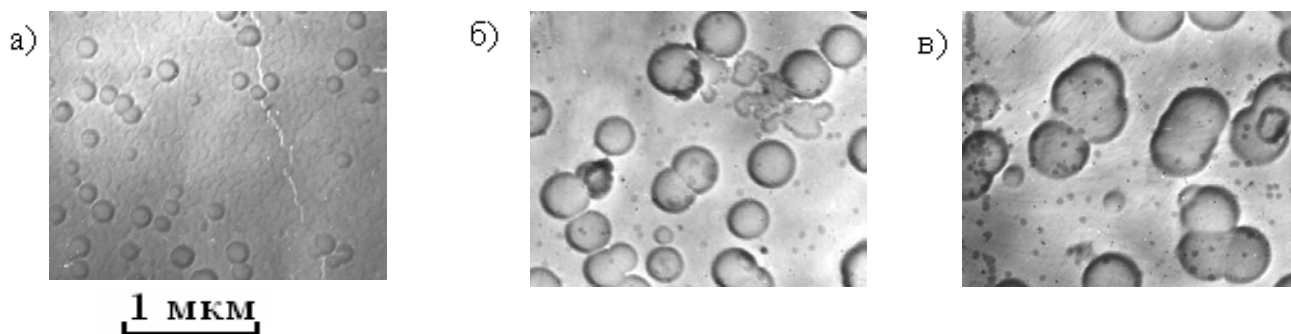


×200

1100 °C

×500

Рисунок 16 – ЭМ-снимки образцов керамических материалов, обожженных при различных температурах



а) – 4 мол. % Al_2O_3 ; б) – 1 мол. % Al_2O_3 ; в) – не содержит Al_2O_3

Рисунок 17 – Влияние Al_2O_3 на микроструктуру стёкол

С увеличением числа размеров ликвационных неоднородностей и их числа в единице объема возникают и усиливаются визуальные признаки фазового разделения – глушение, обусловленное рассеянием света на неоднородностях. Стекла, не содержащие Al_2O_3 , характеризуются крупнокапельной ликвационной структурой, при этом происходит слияние отдельных капель, т.е. формируется промежуточная между капельной и каркасной структура. Таким образом, введение Al_2O_3 подавляет ликвационное разделение.

Список использованных источников

1 Руководство к выполнению учебно-исследовательской работы студентов на выпускающих кафедрах химико-технологического и химического профиля /составители А.С. Федоренчик, А.Я. Борзенкова, Н.Р. Прокопчук. – Минск: БГТУ, 2003. – 14 с.

2 Проекты (работы) курсовые. Требования и порядок подготовки, представление к защите и защита: СТП БГТУ 002-2007. – Взамен СТП БГТУ 05-11-91; введ. 02.05.2007. – Минск: БГТУ, 2007. – 38 с.

3 Бобкова, Н.М. Химическая технология стекла и ситаллов: практикум / Н.М. Бобкова, Л.Ф. Папко. – Минск.: БГТУ, 2005. – 196 с.

4 Дятлова, Е.М. Химическая технология керамики и огнеупоров: лабораторный практикум / Е.М. Дятлова, В.А. Бирюк. – Минск: БГТУ, 2006. – 284 с.

5 Ахназарова, С.Л. Методы оптимизации эксперимента в химической технологии / С.Л. Ахназарова, В.В. Кафаров. – М.: Высшая школа, 1985. – 326 с.

6 Левицкий, И.А. ИК-спектры и кривые ДТА сырьевых и силикатных материалов: учебное пособие / И.А. Левицкий, Н.М. Бобкова, Е.М. Дятлова. – Минск: БГТУ, 1999. – 52 с.

7 Идентификация фазового состава строительных материалов: учебно-метод. пособие / сост. Н.М. Бобкова, И.А. Левицкий, Л.Г. Дащинский. – Минск: БГТУ, 1996. – 74 с.

8 Плюснина, И.И. Инфракрасные спектры силикатов / И.И. Плюснина. – М.: Изд. МГУ, 1976. – 192 с.

Приложение А
(справочное)

Пример выполнения списка использованных источников

- Книга
Один автор Гулоян, Ю.А. Физико-химические основы технологии стекла / Ю.А. Гулоян. – Владимир: Транзит-ИКС, 2008. – 736 с.
- Два-три автора Коцик, И. Окрашивание стекла / И. Коцик, И. Небрженский, И.Фандерлик. – М.: Стройиздат, 1983. – 211 с.
Шульц, М. М. Современные представления о строении стекол и их свойствах / М. М. Шульц, О. В Мазурин. – Л.: Наука, 1988. – 198 с.
- Более 3 авторов Двухфазные стекла: структура, свойства, применение / О.В. Мазурин [и др.]. – Л.: Наука, 1991. – 276 с.
- Коллектив авторов Технология эмали и защитных покрытий / под ред. Л.Л. Брагиной, А.П. Зубехина. – Харьков: НТУ «ХПИ», 2003. – 484 с.
- Статья в журнале Бессмертный, В.С. Количественные критерии оценки вязкости стекол / В. С. Бессмертный, В. П. Крохин //Стекло и керамика. – 2001. – № 11. – С.11–13.
Обработка глины силикатными бактериями / С.Н. Вайнберг [и др.] // Стекло и керамика. – 1980. – № 8. – С. 14–16.
Design of all inorganic molecular based photocatalyst sensitive to visible light / R. Nakamura [et al] // J. Am. Chem. Soc.– 2007.– Vol. 129.– P. 9596–9597.
- Авторское свидетельство Способ получения активированных глинопорошков: а.с. 950699 СССР, МКИ6 С 04 В 33/04 / Э.Л. Отрощенко, А.Я. Калашникова, Н.Н. Кузьмин, Л.В. Гумбина, И.М. Распопин; ВНИИ литейного машиностроен., литейн. технологии и автоматизац. лит. пр-ва. – №3240081/29-33; заявл. 03.04.80; опубл. 22.01.81 // Открытия. Изобретения. – 1981. – № 1. – С. 18.
- Патент Легкоплавкое стекло: пат. 7406 РБ, МПК7 С 03С 3/074, 8/24 / Н.М.Бобкова, С.А. Хотько; заявитель Бел. гос. техн. ун-т. – № а 20020905; заявл. 27.11.2002,. опубл. 30.09.2005 // Афіцыйны бюл. / Нац. цэнтр інтэлект. уласнасці. – 2005. – № 3. – С. 170.
- ГОСТ Материалы строительные. Метод определения водопоглощения, плотности, пористости: ГОСТ 2409–95. – Введ. 12.10.95. – Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1995. – 5 с.
- Автореферат диссертации Манькова, Г.А. Влияние влажностного состояния глин на технологические свойства керамических изделий: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.17.11 / Г.А. Манькова; Рижский политехнич. ин-т им. А.Я.Пельше. – Рига., 1987. – 22 с.

Продолжение ПРИЛОЖЕНИЕ А

- Материалы конференции (от одного до трех авторов) Трусова, Е.Е. Хромофорные комплексы в силикатных стеклах, допированных оксидами церия и титана / Е.Е. Трусова, Н.М. Бобкова, В.С. Гурин //4-ая международная конференция по химии и химическому образованию («Свиридовские чтения 2008»): сб. науч. статей. – Минск: Красико-Принт, 2008. – С.60–66.
- Шибайло, Т.С. Исследование реологических свойств стекол системы $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ / Т.С. Шибайло // 59-я науч.-техн. конф. студентов и магистрантов: сб. науч. работ, Минск, 2008 г: в 2 ч / БГТУ. –Минск, 2008. Ч.2. – С. 238–241.
- Материалы конференций (четыре и более авторов) Изучение накопления полисахаридов в культуральной жидкости *Bacillus mucilaginosus*, применяемой для повышения качества глинистого сырья / Р.М. Маркевич [и др.] // Наука и технология строительных материалов: состояние и перспективы развития: материалы Междунар. науч.-техн. конф., Минск, 25–26 мая 2005 г. / Белорус.гос.технолог.ун-т; редкол.: И.М. Жарский [и др.]. – Минск, 2005. – С. 84–86.
- Электронный ресурс Нанополимерные суперконцентраты [Электронный ресурс]. – Олента. – 2008. – Режим доступа: <http://www.olenta.ru/catalog/mod/polymeric/2008/>. –Дата доступа: 06.04.2008.
- Справочник Минералы: Силикаты со структурой, переходной от цепочечной к слоистой. Слоистые силикаты (каолиновые минералы, серпентины, пирофиллит, тальк, слюды). Справочник / редкол. Ф.В. Чухров [и др.] – М.: Наука, 1992. – Т. 4, Вып. 1. – 485 с.

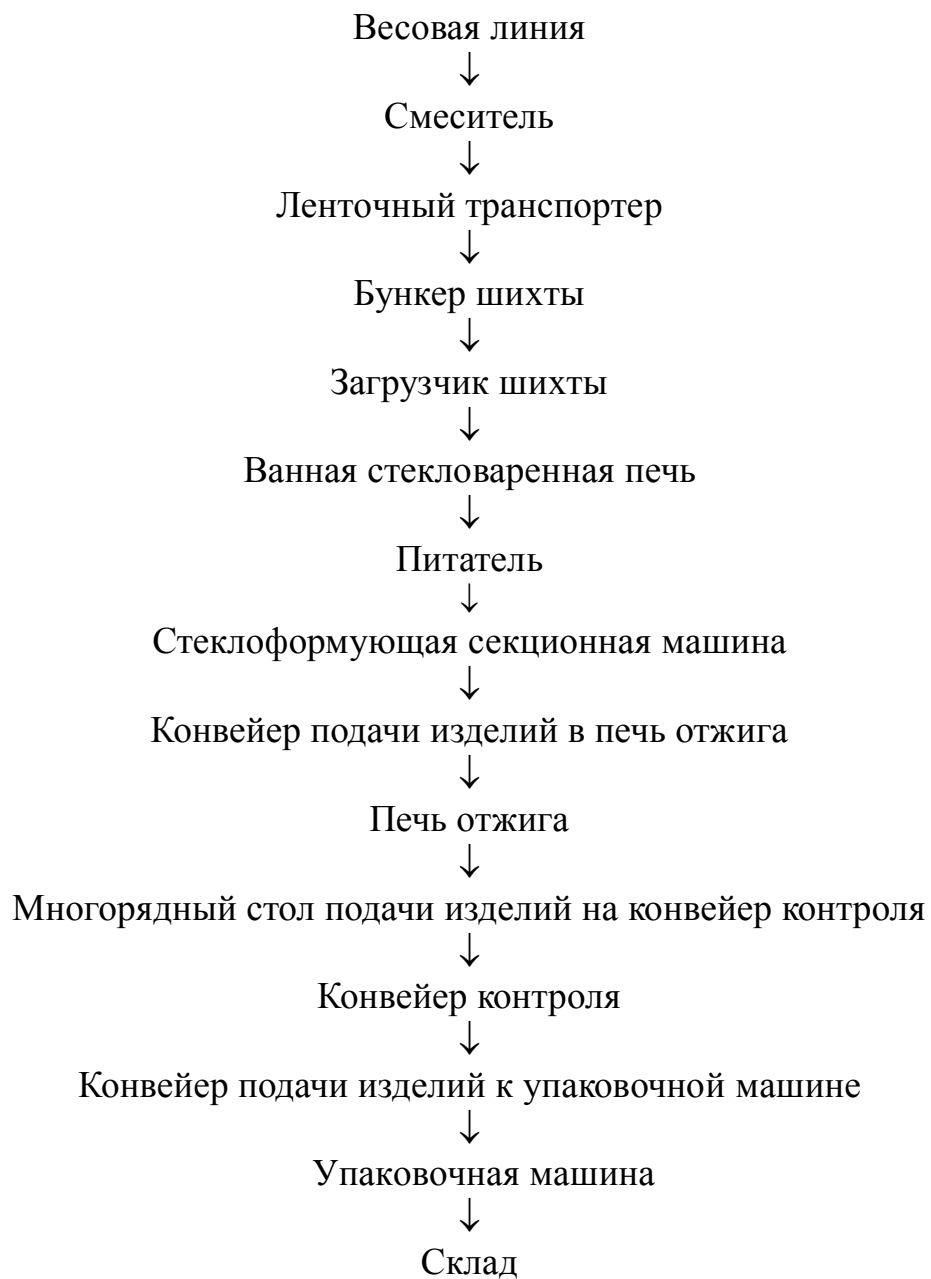
ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Схема обработки основных сырьевых материалов



Продолжение ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Схема производства стеклотары

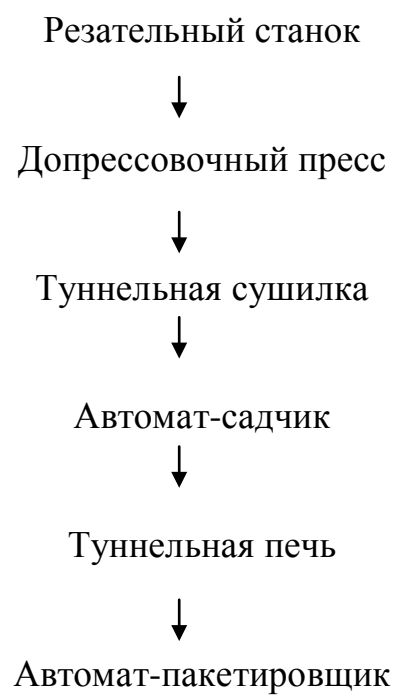


ПРИЛОЖЕНИЕ В

Схема производства шамотных огнеупоров пластическим формованием



Продолжение ПРИЛОЖЕНИЕ В



ПРИЛОЖЕНИЕ Г

Химический состав сырьевых материалов

Наименование сырья и месторождений	Оксиды и их содержание, мас.%									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Прочие	п.п.п.
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Глина месторождений:										
Гайдуковка	56,70	12,28	0,55	4,13	8,59	2,78	0,46	3,05	–	11,46
Лукомль	55,21	14,10	0,99	7,50	5,60	3,10	2,27	2,23	–	9,00
Гершоны	53,73	15,69	0,59	5,60	8,20	4,00	0,56	2,10	–	9,53
Грушаны	51,36	11,49	0,60	4,94	11,94	2,49	0,59	3,05	–	13,54
Городок (верхний слой)	68,28	18,25	0,07	5,26	0,66	0,66	1,04	1,11	–	4,67
Городок (средний слой)	68,64	15,66	0,05	3,89	0,74	0,6	0,97	2,02	–	7,43
Городок (нижний слой)	67,12	16,02	0,06	5,42	1,30	0,70	0,76	0,93	–	7,69
Секеровщина	56,30	16,30	0,75	6,66	4,56	3,08	0,88	3,24	–	8,23
Городное	66,96	16,01	0,51	7,21	0,71	0,40	0,49	0,08	–	7,63
Осетки	50,24	18,02	0,21	7,60	6,16	3,00	1,20	3,72	FeO 1,68	8,17
Кабаки	67,99	13,27	0,70	4,86	4,96	1,05	0,60	2,12	–	4,45
Новорайская марки ДНПК	51,37	32,44	0,05	1,09	1,02	0,76	1,50	2,73	SO ₂ 0,12	8,92
Веселовское месторождение:										
Веско-Прима	53,41	33,36	1,22	0,80	1,26	0,17	0,31	0,45	–	9,02
Веско-Гранитик	56,85	28,78	1,05	1,0	0,45	0,95	0,83	1,88	–	8,21
Веско-Керамик	62,41	23,2	0,98	1,2	1,36	1,49	0,9	1,94	–	6,52
Бентонит огланлыкский	69,90	15,60	0,24	1,14	2,50	2,90	1,88	0,55	–	5,29
Бентонит острожанский	68,97	14,96	0,61	5,22	0,98	1,12	1,36	0,16	FeO 0,3 MnO 0,06	6,26
Каолины:										
просьяновский (мокрого обогащ.)	47,80	36,85	1,2	0,45	0,63	0,3	0,1	0,44	–	12,23
(сухого обогащ.)	47,43	38,35	–	1,01	–	0,40	1,51	1,01	–	10,29
глуховецкий	46,37	37,17	–	0,49	1,23	0,22	0,66	0,34	–	13,52
Ситница (природн.)	48,75	36,77	0,9	0,86	0,25	0,21	0,30	1,84	SO ₂ 0,20	9,92
Ситница (обогащ.)	54,12	29,70	0,89	1,24	0,42	0,47	0,43	0,80	–	10,93
Нефелиновый сиенит кольский	44,37	29,66	0,07	3,03	2,20	0,43	11,94	7,67	–	0,36
Стеклобой (тарный)	71,97	2,86	0,09	0,27	6,65	3,22	14,88	–	–	0,06
Гранитные отсевы микашевичские	65,70	15,08	0,45	5,36	4,20	1,60	3,52	2,77	–	1,32
Ваграночный шлак гранулированный	44,67	10,80	0,20	10,20	27,39	3,52	2,00	1,00	–	0,22
Доломит месторождения «Руба»	3,48	1,59	–	0,30	29,36	23,77	–	–	–	41,50

Продолжение ПРИЛОЖЕНИЕ Б

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Мел волковысский	2,29	0,30	0,29	0,15	53,16	1,60	–	–	–	42,21
Тальк онотский	62,20	0,52	–	1,22	0,11	31,20	–	–	SO ₂ 0,28	4,47
Песок кварцевый Гомельского ГОКа марки ВС-050	96,38	1,47	–	0,05	0,5	–	0,13	0,15	–	1,32
Песок кварцевый Новоселовского ГОКа марки ООВС-015	99,4	0,3	–	0,015	0,1	–	–	–	–	0,2
Трепел «Стальное»	54,97	5,90	0,16	1,73	14,09	0,82	0,12	1,36	–	20,85
Перлит сырой ара- гацкий	73,44	14,74	–	0,16	0,10	0,19	3,63	4,79	SO ₂ 0,19	2,76
Борат кальция	0,15	–	–	–	36,30	0,20	0,10	–	B ₂ O ₃ 41,98	21,27
Материал кварцпо- левошпатовый	63,80	20,75	–	0,31	–	1,35	4,15	8,40	–	1,24
Полевой шпат чупинский	70,39	16,94	0,13	0,25	1,02	0,48	2,9	7,46	–	0,43
Полевой шпат енский	71,73	16,11	–	0,32	1,15	0,55	2,88	6,84	–	0,42
Пегматит елисеевский	74,04	15,35	–	0,51	0,79	0,26	4,30	4,38	–	0,37
Пегматит енский	76,2	13,82	–	0,15	1,89	0,36	2,38	4,85	–	0,35
Волластонитовый концентрат босагин- ский	53,42	0,60	–	0,89	42,24	1,05	0,13	0,13	SO ₂ 0,18	1,36
Магнезит саткинский	0,8	0,3	–	0,8	0,2	47,0	–	–	–	51,29