

Дифференциально-сканирующей калориметрией с помощью прибора DSC 404 F3 Regasus фирмы Netzch (Германия) изучены фазовые переходы, наблюдаемые в глазурной шихте оптимального состава. При 494,2°C наблюдается эндотермический эффект, связанный с удалением структурной воды из глинистых минералов. При 572,6°C также наблюдается эндотермический эффект, обусловленный выделением конституционной воды и частичной перестройкой структуры каолинита. Разложение мела вызвало эндотермический эффект при 741,2°C. Частичная кристаллизация покрытия с формированием анортита связана с экзоэффектом при температуре 937,2°C. Эндотермический эффект при 1666,6 °C обусловлен процессом правления глазурной шихты.

В результате исследований синтезированы глазурные нефриттованные ресурсосберегающие покрытия для санитарных керамических изделий, которые по сравнению с производственным составом имеют на 3–5 % более высокие показатели белизны, на 2–6 % – выше значения блеска. Улучшена растекаемость покрытий, исключены из состава экологически опасные вещества – углекислый барий и цинковые белила.

Апробация лабораторных составов в промышленных условиях подтвердило высокое качество синтезированных покрытий.

## ПОРИСТЫЕ КЕРАМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Шиманская А.Н. к.т.н., ассистент, Грук Д.А.

*Белорусский государственный технологический университет (БГТУ), г. Минск*

Целью настоящей работы являлось разработка составов керамических масс для получения материалов медицинского назначения, обладающих требуемым комплексом физико-химических свойств и эксплуатационных характеристик.

На основании проведенного обзора литературы на первом этапе исследований в качестве сырьевых материалов исследований выбраны следующие: диоксид циркония  $ZrO_2$  марка ЦрО 1-й сорт (ГОСТ 21907–76), гидрофосфат аммония  $(NH_4)_2HPO_4$  (чда, ГОСТ 3772–74) и мука доломитовая класса 4 марки А группы 1 ((ГОСТ 14050–93, ОАО «Доломит», Республика Беларусь). Их содержание варьировало в пределах, %:  $ZrO_2$  – 60–80,  $(NH_4)_2HPO_4$  – 10–30 и мука доломитовая – 10–30.

Образцы биокерамических материалов изготавливались по технологии полусухого прессования. Предварительно подготовленные и взвешенные согласно рецепта компоненты подвергались совместному сухому помолу в планетарной шаровой мельнице PM 100 Retsch (Ritsch, Германия) в течение 20 мин до остатка на контрольном сите № 0063 в количестве не более 1–2 %. Пресс-порошок готовился путем перемешивания полученной смеси сырьевых компонентов со связующим. Образцы формовались методом полусухого прессования в виде цилиндров диаметром 12 мм на лабораторном прессе при давлении 8–12 МПа. Сушка полуфабриката проводилась в сушильном шкафу при температуре  $100 \pm 5$  °C. Обжиг образцов производился в электрической лабораторной печи SNOL 1,6,2,5.1/13,5-Y1 при температурах  $(1250–1350) \pm 10$  °C с выдержкой при максимальной температуре – 1 ч. Скорость подъема температуры составляла 250 °C/ч.

Для определения кажущейся плотности, открытой пористости и во-допоглощения использовали метод насыщения и гидростатического взвешивания (ГОСТ 2409–2014); исследование механической прочности при сжатии проводилось в соответствии с ГОСТ 40711–94. Для изучения фазового состава материалов применялся рентгеновский дифрактометр D8 Advance фирмы Bruker (Германия), а микроструктуры полученных образцов – сканирующий электронный микроскоп JSM–5610 LV с системой химического анализа EDX JED–2201 JEOL (Япония).

Синтезированные образцы серии 1 характеризуются равномерной окраской белого цвета, пористой, хорошо спеченной текстурой, значения их физико-химических свойств приведены в таблице.

Таблица – Физико-химические свойства полученных материалов

Показатель	Значения физико-химических свойств образцов при термообработке, °С					
	серии 1			серии 2		
	1250	1300	1350	1250	1300	1350
Водопоглощение, %:	12,50–30,37	7,81–49,72	7,10–55,48	6,54–43,99	2,08–39,11	1,39–36,94
Открытая пористость, %	36,49–56,11	26,55–67,51	24,73–70,23	23,08–63,68	8,41–59,52	5,68–59,01
Кажущаяся плотность, кг/м <sup>3</sup>	1843–2975	3394–1355	1263–3476	1445–3520	1519–4031	1595–4071
Механическая прочность при сжатии, МПа	3,54–33,21	7,79–34,78	6,93–39,03	1,35–31,82	1,22–76,44	2,34–58,25

Проведенные исследования показали, что при увеличении содержания доломитовой муки и гидрофосфата аммония в керамических массах серии 1 отмечается закономерное повышение значений открытой пористости и водопоглощения, а также снижение кажущейся плотности и механической прочности при сжатии полученных образцов биокерамики. Поскольку имплантаты, как показал анализ литературы, должны обладать одновременно высокой прочностью и пористостью, на основании проведенных исследований в качестве оптимального выбран состав, который включает  $ZrO_2$  – 65 %,  $(NH_4)_2HPO_4$  – 20 % и муку доломитовую – 15 % и в температурном интервале обжига 1250–1350 °С обладает следующим комплексом физико-химических свойств: водопоглощение – 12,50–16,28 %; открытая пористость – 24,73–44,30 %; кажущаяся плотность – 2716–3477 кг/м<sup>3</sup>; механическая прочность при сжатии – 29,18–39,03 МПа.

На втором этапе исследования диоксид циркония частично заменен на оксид алюминия (чда, ТУ 6–09–426–75) в составе сырьевой композиции оптимального состава серии 1, поскольку в последнее время многими исследователями отмечается перспективность получения биокерамических материалов из смеси  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$ . Кроме того, вместо доломитовой муки применялись химические реактивы  $CaCO_3$  (хч, ГОСТ 4530–76) и  $MgCO_3$  (чда, ГОСТ 6419–78), так как они содержат меньшее количество примесей.

Результаты определения физико-химических свойств полученных изделий (таблица) свидетельствуют о том, что в заданном температурном интервале обжига образцов серии 2 добавки оксида алюминия оказывают негативное влияние на физико-химические свойства, в частности, вызывают снижение механической прочности при сжатии, кажущейся плотности, повышение водопоглощения изделий и открытой пористости. По нашему мнению, это объясняется недостаточно высокими температурами обжига для спекания  $Al_2O_3$ .

Рентгенофазовый анализ позволил установить присутствие двух кристаллических фаз: бадделеита ( $ZrO_2$ ), фосфата кальция и магния  $((Ca_{2,589}Mg_{0,411})(PO_4)_2)$  в материалах серии 1, а также бадделеита, корунда ( $Al_2O_3$ ) и фосфата кальция и магния в биокерамике серии 2. Результаты исследования с использованием сканирующей электронной микроскопии показали, что поверхность материала состоит, преимущественно, из кристаллов диоксида циркония, микронзондовый анализ подтвердил присутствие  $((Ca_{2,589}Mg_{0,411})(PO_4)_2)$ . Выявлено, что использование в качестве порообразующей добавки доломитовой муки, в отличие от гидрофосфата аммония, приводит к образованию мелких пор размером до 10 мкм, что затрудняет прорастание костной ткани в имплантат.

На основании проведенных исследований в качестве оптимального выбран состав, содержащий компоненты в следующем соотношении, %: карбонат кальция – 9,5; карбонат магния – 5,5; диоксид циркония – 65; гидрофосфат аммония – 20. Полученные образцы в температурном интервале термообработки 1250–1350 °С обладают следующими физико-химическими свойствами: водопоглощение – 1,39–16,26 %; открытая пористость – 5,68–23,08 %; кажущаяся плотность – 3520–4071 кг/м<sup>3</sup>; механическая прочность при сжатии – 31,82–76,44 МПа. Фазовый состав представлен диоксидом циркония (ZrO<sub>2</sub>) с кристаллической решеткой кубической формы размером 5–10 мкм и фосфатом кальция и магния ((Ca<sub>2,589</sub>Mg<sub>0,411</sub>)(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>).

Наличие развитой пористой структуры материала оптимального состава с размером пор 50–100 мкм, а также кристаллов фосфата кальция и магния, мольное соотношения элементов Ca : P, в котором составляет 1,3, свидетельствует о возможности прорастания костной ткани в имплантат и биоактивности керамики.

## МЕТАЛЛИЗИРОВАННЫЕ ГЛАЗУРИ ДЛЯ КЕРАМОГРАНИТА

Лозко С.В., Левицкий И.А. д.т.н., профессор

*Белорусский государственный технологический университет (БГТУ), г. Минск*

Металлизированные глазури, применяемые в производстве керамогранита в Республике Беларусь, поставляются в виде порошков из Италии и используются в керамическом производстве сравнительно недавно. Они обладают высокими декоративно-эстетическими свойствами, и одновременно обеспечивают нейтрализацию облучения от электрических приборов и линий электропередач. Это обусловлено возникновением в покрытиях вихревых токов (токов Фуко), которые наводят в глазури вторичное поле. В связи с тем, что амплитуда данного поля приблизительно равна амплитуде экранируемого, а фазы полей противоположны, в результате сложения происходит их затухание в глазурном покрытии. Такие покрытия также отражают тепловое излучение, поддерживая в помещении комфортную температуру. На кафедре технологии стекла и керамики БГТУ в течение ряда лет ведутся исследования по синтезу металлизированных глазурей различных составов с обеспечением широкой цветовой гаммы и разнообразной фактурой (матовые, полуматовые, блестящие) [1, 2]. Целью исследования является синтез полуфриттованных металлизированных глазурей красно-коричневого цвета, установление особенностей формирования структуры и фазового состава во взаимосвязи с физико-химическими свойствами покрытий. Это обеспечивается совместным введением в состав глазурной композиции двух оксидов переменной валентности – оксида меди (II) и оксида железа (III).

Для получения металлизированных глазурей использовалась следующая сырьевая композиция, которая включала, %<sup>1</sup>: алюмоборосиликатную фритту прозрачной глазури 2/154, используемую ОАО «Керамин» (г. Минск, Республика Беларусь) в количестве 20–35; оксид меди (II) – 5–20 и полевой шпат ПШС-0,30-21 – 17,5–30,0. Шаг варьирования переменных компонентов составил 2 %. Постоянными составляющими композиции явились глинозем марки NO-105; доломитовая мука класса 4; огнеупорная глина Веско-Гранитик; кварцевый песок марки ВС-030-В и оксид железа (III), суммарное количество которых составляло 40 %. Постоянные компоненты вводились примерно в одинаковом количестве.

Глазурные суспензии готовились совместным мокрым помолом глазурной шихты в шаровой мельнице (Speedy, Италия) до остатка на сите № 0056 в количестве 1,2–1,5 %. Приготовленная суспензия с влажностью 45–48 % методом полива наносилась на покрытый ангобом полуфабрикат керамогранита. Сушка образцов осуществлялась в сушильном шкафу при температуре 100±5 °С до влажности не более 1 %. Заглазурированные опытными составами глазурей образцы подвергались обжигу в