

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ТОПОХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Погибко В.М., Раков В.Ф., Приседский В.В., Сидак И.Л.

(НИИ «Реактивэлектрон», ДонНТУ, г.Донецк, Украина)

Тел/Факс: 0660391863; E-mail: reaktivelektron@mail.ru

Abstract: *In recent investigations it was shown that the level of electrophysical properties of nanostructured ceramics is significantly higher than that of the samples obtained by the conventional ceramic method. Since nanostructured ceramics was obtained by the nanopowder sintering, the development of methods for their synthesis is a topical task. In this work we considered a conception of creation of the scientific technological complex as an element of the computer-aided system of research and flexible chemical technological system composed of small-tonnage chemical units intended for developing and producing special functional materials.*

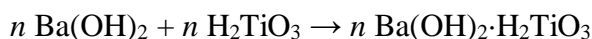
Keywords: *topochemical synthesis, scanning conductometry, scientific-technological complex, computer-aided system of research, flexible technological system.*

В работе рассматривается концепция создания научно-технологического комплекса в составе автоматизированной системы для проведения научных исследований (АСНИ) и гибкоперенастраиваемой химико-технологической системы (ГХТС), состоящей из малотоннажных химических установок, предназначенных для разработки и изготовления специальных функциональных материалов.

В исследованиях последних лет показано, что уровень пьезосвойств наноструктурной керамики существенно выше, чем у образцов, полученных традиционным керамическим методом. Так, например, наноструктурная керамика состава $Pb(Zr_{0,52}Ti_{0,48})O_3 + 0,007 MnO_2$ по пьезосвойствам превосходит известную «сегнетожесткую» промышленную керамику ЦТСС-3 значительно более сложного состава и может успешно ее заменить [1]. Поскольку наноструктурную керамику получают спеканием нанодисперсных порошков при температуре порядка 800°C, то разработка методов синтеза последних является актуальной задачей.

Благодаря амфотерным свойствам гидроксидов *d*-элементов со степенью окисления III – V: Ti, Zr, V, Nb и др., они могут взаимодействовать с водными растворами щелочей. Особенностью подобного рода процессов является локализация реакционной зоны на активных участках поверхности раздела фаз исходного твердого реагента и твердого продукта реакции.

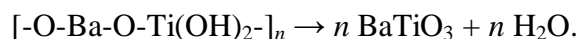
Предполагаемый механизм топохимического синтеза известного сегнетоэлектрика семейства перовскита – титаната бария $BaTiO_3$ заключается в хемосорбции гидроксида бария из сильнощелочного раствора наночастицами гидроксида титана:



с последующей поликонденсацией и образованием кислородных, ольных и оксольных мостиков:



Целевой продукт – титанат бария получают термическим разложением полученного гидроксидного прекурсора при относительно низких температурах ~ 200°C, что значительно меньше, чем при керамическом методе синтеза:



Нами разработана концепция создания научно-технологического комплекса в

составе автоматизированной системы для проведения научных исследований (АСНИ) и гибкопереналаживаемой химико-технологической системы (ГХТС), состоящей из малотоннажных химических установок, предназначенных для разработки и изготовления специальных функциональных материалов топохимическим методом.

На конференции «СППР-2009» в докладе авторов «СППР для исследования процессов фильтрации в химических технологиях» обсуждались возможности автоматизированных систем научных исследований (далее – АСНИ) в химии [2].

В окончательном варианте принята концепция создания автоматизированной системы научных исследований для получения наноструктурных функциональных материалов (АСНИ-НФМ). АСНИ-НФМ специализирована для исследования особенностей топохимических реакций при синтезе наноструктурных прекурсоров функциональных материалов.

В аппаратном отделении имеется экспериментальная установка, смонтированная внутри специального шкафа на двух стойках с унифицированными деталями крепления аппаратуры: три стеклянных реактора и их мешалки с электроприводами, три термостата, трубопроводы для подачи из термостатов хладагентов в рубашки реакторов, трубопроводы для подачи в реакторы азота. Измерительная система содержит датчики температуры, электроды измерения pH и pX , ВЕБ-камеру для измерения высоты h воронки, образованной в перемешиваемом растворе и характеризующей гидродинамическую обстановку, герконовые датчики числа оборотов мешалок.

Исследовательское отделение содержит следующие блоки и приборы: иономер И-160МП с интерфейсом RS-232, подключенным к персональному компьютеру; установку кондуктометрических измерений; блок управления АСНИ-НФМ. В блоке управления установлены блок регулирования работы трех термостатов, два блока измерения и регулирования скорости вращения мешалок. Блок регулирования работы термостатов содержит микропроцессорный 8-канальный регулятор МТР-44, клеммно-блочные соединители КБЗ-30Р-11-0,75 и КБЗ-24-17-0,75, а также преобразователь интерфейсов БПИ-52 (производитель аппаратуры ООО «МИКРОЛ», г. Ивано-Франковск).

Созданная автоматизированная система АСНИ-НФМ позволяет обрабатывать и оптимизировать технологические процессы и решать вопросы внедрения лабораторных методов в промышленное производство, т.е. решать вопросы масштабирования аппаратных и технологических средств для гибкопереналаживаемой автоматизированной системы малотоннажных химических установок, предназначенной для получения наноструктурных функциональных материалов (ГПАС НФМ).

Создание АСНИ-НФМ на основе микропроцессорной техники украинского производства при использовании одностипных средств автоматизации как для АСНИ-НФМ, так и для ГПАС НФМ снижает время внедрения химико-технологических процессов, повышает общую надежность функционирования научно-технологического комплекса в составе АСНИ и ГПАС.

Соблюдается главный принцип создания технических и программных средств АСНИ-НФМ - модульное построение с обеспечением сопряжения отдельных модулей в систему без специальных дополнительных разработок (стандартизация интерфейсов, создание унифицированных магистралей для подключения цифровых приборов в систему). Расширение системы обеспечивается возможностью подключения в сеть до 32 микропроцессорных регуляторов и устройств различных производителей. Исходя из перечисленных функций АСНИ и тенденции современного их развития соблюдены три определяющих принципа построения системы — иерархичность/модульность структуры, типизация решений и расширяемость [3].

Кроме технического обеспечения программно-аппаратный комплекс АСНИ-НФМ имеет в своем составе компоненты программного и информационного обеспечения [4].

Программное обеспечение работы иономера И-160МП – программа «Иономер», версия 1.1, 2006г. Информация о рН, рХ, температуре раствора в реакторе и временных интервалах передается в компьютер в виде таблицы, откуда она экспортируется в текстовый формат, преобразовывается в табличную форму и передается в EXCEL или другую математическую программу. Для установки кондуктометрических измерений разработана специальная программа, обеспечивающая преобразование измеренных величин в унифицированные сигналы для их последующей компьютерной обработки.

АСНИ-НФМ в основе содержит модули химической кинетики и модуль осаждения-кристаллизации, (рис. 1), фото аппаратной части (рис.2.)

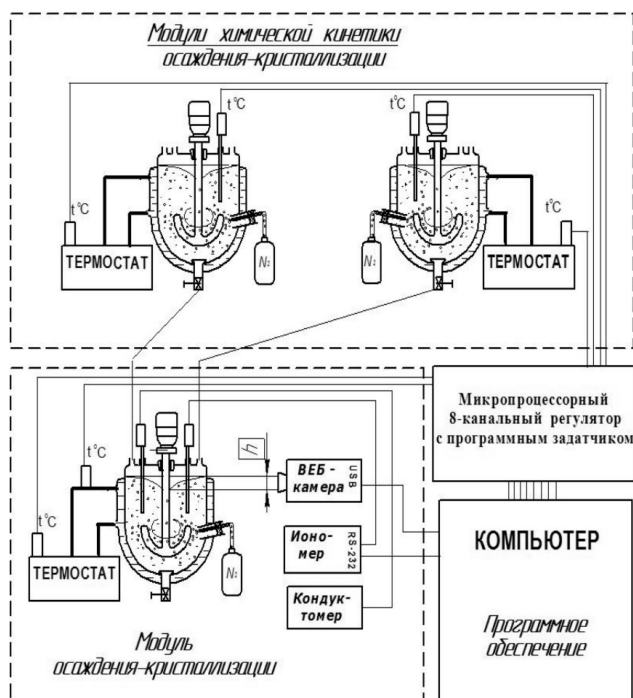


Рис. 1. Схема АСНИ-НФМ



Рис. 2. АСНИ-НФМ
Аппаратная часть

Такое представление в значительной степени определяет АСНИ как один из важных компонентов системы поддержки принятия решений при проектировании химических производств в гибкопереналаживаемых автоматизированных системах малотоннажных химических установок.

Кинетику топохимического синтеза $BaTiO_3$ изучали на автоматизированной установке сканирующей кондуктометрии, позволяющей измерять проводимость растворов в диапазоне частот от 20 Гц до 200 кГц, созданной в научно-исследовательском институте «Реактивэлектрон».

Полученные экспериментальные данные позволяют считать, что дальнейшие исследования кинетики синтеза титанатов, цирконатов, ванадитов, ниобатов и пр., щелочных и щелочноземельных элементов топохимическим методом при контроле процесса методом кондуктометрии является эффективным и актуальным.

Место АСНИ в структуре проектирования химических производств отображено на рис. 3, АСНИ-НФМ – на рис. 4.



Рис. 3. АСНИ в структуре проектирования химических производств [3]

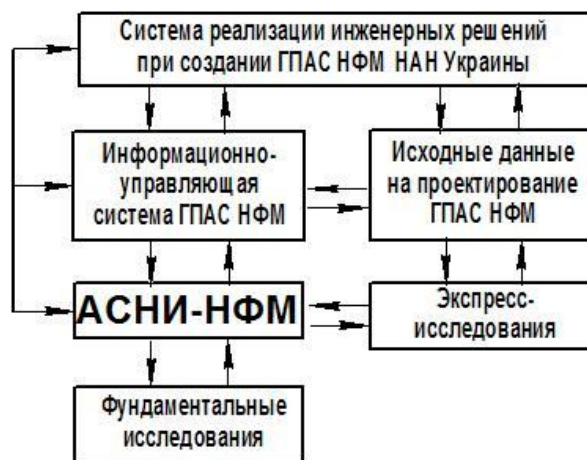


Рис. 4. АСНИ-НФМ при создании ГПАС НФМ

Выводы:

Разработана концепция создания научно-технологического комплекса в составе автоматизированной системы для проведения научных исследований (АСНИ) и гибкоперенастраиваемой химико-технологической системы (ГХТС). Создана малотоннажная автоматизированная установка производства функциональных материалов методом топохимического синтеза.

Список литературы: 1. Prisedsky V.V., Pogibko V.M. Properties of PZT piezoceramics consolidate from nanopowder. (Nanostructure in condensed environments. NAS Belarus. Institute of heat- and mass exchange by the name. A.V. Lykov, Minsk, 2013), p. 203 2. Раков В.Ф., Погибко В.М., Сидак И.Л., Дергачев А.М. // СППР для исследования процессов фильтрации в химических технологиях. Системы поддержки принятия решений. Теория и практика. «СППР 2009». V дистанционная научно-практическая конференция, сб. науч. трудов, Киев, июнь 2009, с. 224-227. 3. Кафаров В.В., Ветохин В.П. Основы автоматизированного проектирования химических производств. М.: Наука, 1987. 4. Общеотраслевые руководящие методические материалы по созданию автоматизированных систем научных исследований и комплексных испытаний образцов новой техники. ГКНТ СОЮЗА ССР. 1980. 5. В.М. Погибко, В.В. Приседский, И.Л. Сидак, В.Ф. Раков Топохимический синтез нанокристаллического титаната бария // В книге: Фундаментальные и прикладные проблемы науки (Материалы VIII Международного симпозиума). – М.: РАН, 2013. – С.103-107. 6. В.В. Приседский, В.М. Погибко Микроструктура и свойства пьезокерамики ЦТС консолидированной из нанопорошка //Ученые записки Таврического национального университета им. В.И. Вернадского. Серия «Биология, химия». – 2013.– Т.26(65), №3. – С.301-312. 7. V.V. Prisedsky, V.M. Vinogradov Fragmentation of diffusion zone in high-temperature oxidation of copper // J. Solid State Chem. – 2004. – V.177, No.11. – P.4258-4268.