

КРАТКАЯ АННОТАЦИЯ РАБОТЫ

«Разработка исследовательского стенда для микроволнового синтеза материалов с уникальными свойствами»

Болотов Василий Александрович

Введение

В последние годы специалисты в области катализа и материаловедения проявляют большой интерес к микроволновому (СВЧ) излучению как перспективному способу повышения химической активности и регулирования направления твердофазных превращений различных классов соединений. С помощью СВЧ нагрева проводят дегидратацию, разложение солей и гидроксидов, синтез многокомпонентных соединений и спекание керамики [1].

СВЧ нагрев имеет ряд особенностей и позволяет получать продукты, свойства которых существенно отличаются от характеристик соединений, синтезированных в условиях обычного нагрева, при этом временные и энергетические затраты существенно ниже, чем при использовании традиционных методов. На данный момент в ИК СОРАН метод СВЧ нагрева активно применяется в ряде исследований. Так, например, при СВЧ активации гидроксидов Al^{3+} обнаружена необычная аморфизация ГБ в мягких температурных условиях с последующим переходом промежуточных продуктов в аморфную составляющую и кристаллический бемит. Установлено формирование основных Льюисовских центров ($-Al-O^{\delta-}-Al-$), пространственно отделенных от кислотных ЛЦ ($-Al^{\delta+}-$) и рост удельной поверхности до $S_{БЭТ}=260 \text{ м}^2/\text{г}$. СВЧ активированные продукты, по сравнению с исходным ГБ, обладают аномально высокой реакционной способностью по отношению к водным растворам, содержащим катионы M^{n+} [2].

Применение СВЧ излучения в приготовлении однофазных перовскитов с развитой поверхностью и использование добавок, способствующих формированию продукта уже на стадии СВЧ обработки, позволяет существенно сократить длительность синтеза по сравнению с золь-гель или керамическим синтезом. Кроме того, микроволновый синтез дает продукт, отличающийся от перовскитов, полученных обычным термическим воздействием - по составу поверхности, микроструктуре, реакционной способности [3].

Рассмотрена возможность микроволнового уплотнения оксидных композитов, как одна из стадий приготовления керамических мембран, имеющие состав $Al_2O_3 + (YNT + SiO_2) + La_2O_3$. Исследованы спекание и трансформация исходных оксидных фаз и установлено, что при СВЧ нагреве получаемых мембран до температуры 950°C наблюдается более сильная трансформация и спекание образцов, чем в случае нагрева в муфельной печи [4].

Стоит отметить, что наблюдаемые микроволновые эффекты (увеличение скорости химической реакции и интенсификация процессов массопереноса [5]) в твердофазных химических реакциях играют ключевую роль в синтезе ультрадисперсных систем [1].

Специфика организации СВЧ нагрева заключается в том, что необходимо учитывать прямую зависимость скорости нагрева и конечной температуры образца от его электрофизических свойств и геометрических размеров. Химические превращения могут приводить к существенным изменениям данных свойств, т.о., перед исследователем возникает нетривиальная задача создания контролируемых условий процесса.

Цель работы и основные задачи

Целью данной работы является создание исследовательского стенда для проведения различных стадий приготовления носителей и катализаторов или, говоря шире, для микроволнового синтеза материалов с уникальными свойствами.

СВЧ стенд должен обеспечивать контролируемый процесс нагрева веществ, обладающих различными (в т.ч. низким $\approx 10^{-3}$) коэффициентами поглощения СВЧ излучения. Принимая во внимание существенное изменение свойств материала в ходе твердофазных химических превращений, в СВЧ реакторе необходимо организовать такие условия, при которых достигается высокая скорость (до 1000°C/мин) и однородность нагрева в реакционном объеме до температуры 1200°C. Разработка исследовательского СВЧ стенда, удовлетворяющая вышеуказанным условиям, позволит применять метод СВЧ нагрева для решения широкого спектра задач (приготовление катализаторов, носителей, сорбентов, синтез многокомпонентных оксидов, уплотнение композиционных материалов) для получения материалов с новыми, необычными характеристиками.

Предполагаемые подходы к решению задач (этапы исследований)

Удельная мощность, поглощенная в образце при СВЧ нагреве зависит от коэффициента поглощения и амплитуды электромагнитного поля: $q = \frac{1}{2} \omega \varepsilon_0 \varepsilon'_b \operatorname{tg} \delta |\vec{E}_\omega|^2$. Следовательно, эффективный СВЧ нагрев образцов с малым коэффициентом поглощения необходимо проводить в реакторе, помещенном в объемный резонатор, характеризующийся высокой амплитудой СВЧ поля, при этом электромагнитные волны, отражаясь от стенок резонатора, многократно проходят через образец. Предварительные исследования показали, что целесообразно использовать устройства на основе резонаторов с низким индексом рабочей моды. Такие системы характеризуются высокой напряженностью и известной геометрией поля внутри резонатора, что позволяет помещать образец в область с высокой концентрацией поля. Влияние образца на структуру поля в зависимости от его диэлектрических свойств и геометрических размеров в таких системах слабо выражено, но является критическим на резонансные частоты. Т.о., на первом этапе необходимо выбрать

вид рабочей моды резонатора, разработать перестройку резонансной частоты, которые обеспечивают стабильную работу стенда на высоком уровне (до 1 кВт) подводимой СВЧ мощности при заданной частоте СВЧ генератора (2450 МГц).

Вторым этапом является модернизация СВЧ генератора - необходимо обеспечить эксплуатацию стенда в импульсном режиме, который позволяет регулировать длительность импульса, частоту следования импульсов (скважность) и амплитуду колебаний. Варьирование данных параметров позволит избежать вероятных электрических пробоев в процессе нагрева и образованию плазмы, что приводит неконтролируемому, неоднородному перегреву образца. На заключительном этапе планируется тестирование исследовательского стенда в ряде модельных экспериментов: терморазложение ГБ, синтез перовскитов, уплотнение керамических оксидных композитов.

Имеющийся научный задел; экспериментальное оборудование

Автор принимал непосредственное участие в разработке и создании в ЛКМПСЭ ИК СОРАН СВЧ стенда для проведения высокотемпературных химических реакций [6]. Накопленный опыт успешного использования СВЧ излучения как в вышеупомянутых твердофазных реакциях, так и в гетерогенных каталитических процессах (крекинг тяжелых углеводородов, пиролиз биовозобновляемого сырья, синтез углеродных нанонитей и нанотрубок) позволит выполнить поставленную задачу. Планируется применить технические решения, использованные при создании и в ходе эксплуатации существующего СВЧ стенда. Для выбора оптимальной схемы установки и типа резонатора предлагается использовать технические соотношения, приведенные в [7]. Исследование параметров СВЧ резонатора планируется провести с помощью векторного анализатора АЧХ Agilent CSA N1996A. При модернизации СВЧ генератора будет использован источник питания магнетрона ИПМ - 2, разработанный совместно с ЛБПП ИХКиГ, который обеспечивает работу магнетронного блока в непрерывном и импульсном (длительность импульса не менее 1 мкс., частота не более 100 кГц) режимах и регулируемую среднюю мощность до 1 кВт. Для измерения температуры поверхности образцов планируется использовать: пирометр Raytek и болометрическое фотоприемное устройство, которое позволяет измерять температуру с высоким пространственным и временным разрешением.

Использованная литература

1. Ванецев А.С., Третьяков Ю.Д. // Успехи химии. 2007. Т. 76. № 5. С. 435 – 450.
2. Криворучко О.П., Жужгов А.В., Болотов В.А. и др. // Катализ в промышленности. 2014. № 2. С. 7 – 16.
3. Яковлева И.С., Надеев А.Н., Герасимов Е.Ю. и др. // Кинетика и Катализ, 2013, Т.54. № 1. С. 126-136
4. Чесноков В. В., Болотов В. А., Чичкань А. С. и др. // Химия в интересах устойчивого развития. 2014 (в печати)
5. Vukov, Yu. V., Rybakov, K. I., Semenov, V. E. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2001. V. 34. P. R55–R75.
6. Bolotov V.A., Udalov E.I., Dick P.P., Tanashev Yu.Yu., Parmon V.N., Chernousov Yu.D. SHF stand for performing high-temperature chemical processes // 20th International Crimean Conference "Microwave & Telecommunication Technology". Conference Proceedings. September 13-17, 2010. Sevastopol, Crimean, Ukraine
7. Черноусов Ю.Д., Иванников В.И., Шеболаев И.В., Болотов В.А., Танашев Ю.Ю., Пармон В.Н. // Радиотехника и электроника. 2009. Т. 54. № 2. С. 243-245.