

O'zbekiston

Kompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Узбекский научно-технический и производственный журнал
Композиционные материалы

Разработанный метод экстракционно-фотометрического определения меди с ПАН проверен в модельных растворах, составленных по типу стандартных цинко-свинцовых сплавов, а также на анализе руд и концентратов Алмалыкского горно-металлургического комбината без предварительного отделения сопутствующих элементов. Полученные данные показывают надежность и точность методики определения.

Key words: selective extraction, inert organic solvents, complex formation, organic azo dyes, sensitivity, optical density, molar coefficient of light absorption.

In the studies carried out, much attention was paid to ways to increase the selectivity and sensitivity of photometric determinations, since these analytical characteristics play an important role in the practice of analytical chemistry. We have studied the conditions for the selective extraction of rhodanide complexes of copper ions in the presence of DMF with inert organic solvents and the conditions for complexation with PAN directly in the organic phase. Studies have shown that copper (II) from a strongly acidic medium in the presence of rhodanide ions and DMF is selectively extracted with chloroform. When the phases are shaken for 10-15 seconds, copper (II) is extracted by 99.9 % without change to phase volume ratios of 10:1. The developed method for the extraction-photometric determination of copper with PAN was tested in model solutions composed according to the type of standard zinc-lead alloys, as well as in the analysis of ores and concentrates of the Almalyk Mining and Metallurgical Plant without preliminary separation of accompanying elements. The data obtained show the reliability and accuracy of the determination procedure.

Рахматуллаева Наргиза

Тулкуновна

Муминжонов Шерали Аскар

ўгли

Гиясов Анвар Шарипович

-старший преподаватель, Ташкентского государственного технического университета имени Ислама Каримова Республики Узбекистан

-магистр второго курса Ташкентского государственного технического университета имени Ислама Каримова Республики Узбекистан

-к.х.н., доцент, Ташкентского государственного технического университета имени Ислама Каримова Республики Узбекистан

Турабджанов Садриддин

Махаматдинович

Рахимова Латофат

Собиржоновна

-д.т.н., профессор, Ташкентского государственного технического университета имени Ислама Каримова Республики Узбекистан

-д.т.н., доцент, Ташкентского государственного технического университета имени Ислама Каримова Республики Узбекистан

УДК 621.793.7:669.28

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФАЗОВОГО, ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА И СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ Zr-Nb

К.К. Кадирбекова

Введение. Сплавы циркония и процессы их формирования широко исследуются с применением различных методов. Большой интерес представляют сплавы циркония, легированные ниобием, особенно в авиационной и машиностроительных отраслях, где ключевыми являются такие характеристики покрытий, как: износостойкость, коррозионная стойкость, химическая инертность, прочность и другие. Ниобий повышает прочностные характеристики циркониевых сплавов и стабилизирует их коррозионную стойкость, нейтрализуя действие вредных примесей [1, 2, 3]. Сплавы на основе системы Zr-Nb характеризуются повышенной прочностью, основанной на гетерогенной структуре, состоящей из α - твердого раствора с включениями дисперсных частиц β -Nb, что представляет возможность использования этого соединения в качестве защитного покрытия.

Обсуждение. Покрытия на основе циркония, легированного ниобием в данной работе, были получены магнетронным распылением. Для получения покрытий была использована установка вакуумного напыления типа УВН-75Р-1. Вакуумная камера установки представляет собой водоохлаждаемую цилиндрическую камеру из нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Диаметр камеры 750 мм, длина 550 мм, толщина стенок 6 мм. Внутри камерная оснастка установки модернизирована, т.е. из камеры удалены стандартные контейнеры, электронно-лучевой испаритель и система триодного ионно-плазменного распыления. В установку через переходные фланцы введены: источник ионов с холодным катодом, устройство магнетронного распыления постоянного тока. Кроме того, в камере имеется оснастка для размещения образцов диаметром до 400 мм и система для планетарного движения образцов размером до

100 мм - 6 шт. (рис.1). Покрытия наносились на образцы из высоколегированной стали 12Х18Н10Т. В качестве материала катода использован сплав циркалой-2. В ходе проведения экспериментальных исследований были получены покрытия на основе циркония и ниобия – Zr-Nb, (Zr-Nb)N, (Zr-Nb)O, определен фазовый и химический анализ полученных покрытий.

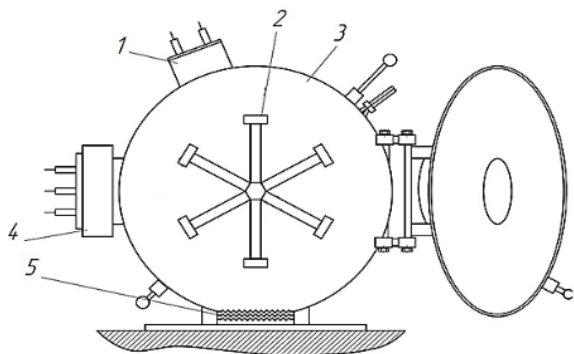


Рис. 1. Схема расположения технологических устройств в модернизированном варианте установки: 1-нагреватель; 2-оснастка; 3-камера; 4-устройство ионно-плазменного распыления; 5-термический испаритель

Фазовый состав покрытий изучался методом рентгеноструктурного анализа с использованием дифрактомера ДРОН-2,0 общего назначения. Фазовый рентгеноструктурный анализ показывает, что при нанесении покрытий на основе Zr-Nb он состоит из фазы – Zr с решеткой ГПУ. Экспериментальное значение периода кристаллической решетки больше табличного ($a_{\text{табл.}} = 0,4235\text{ нм}$, $c_{\text{табл.}} = 0,5147$). Таким образом, можно заключить, что покрытие на образцах в основном состоит из Zr. Характерной особенностью обработки данных рентгеноструктурного анализа является широкое использование констант, определенных ранее экспериментально или вычисленных теоретически. Это значительно ускоряет и облегчает процесс обработки результатов исследования. В случаях, когда можно предполагать, какие вещества присутствуют в исследуемом образце, качественный рентгеноструктурный анализ заключается в сравнении экспериментальных значений межплоскостных расстояний и относительных

интенсивностей линий с эталонными рентгенограммами [2]. При сравнении следует иметь в виду, что данные таблиц в основном относятся только к соединениям стехиометрического состава, а при образовании твердых растворов значения межплоскостных расстояний закономерно изменяются.

Статистические флуктуации фона также оказывают влияние на точность качественного анализа. Специальный анализ ошибок показывает, что за дифракционные максимумы можно с достоверной точностью принимать пики с величиной в три раза превышающей величину средних отклонений для фона.

Исследования фазового состава покрытий проводили в излучении CoK_α с использованием железного селективно-поглощающего фильтра. Рабочий ток – 10 мА; высокое напряжение – 30 кВ; скорость перемещения детектора – 1 град/мин. При измерениях использовались три щели размерами 1×2×1 мм. Масштаб дифрактограммы 1 – 20 мм. Межплоскостные расстояния покрытий на основе циркония-ниобия рассчитывались по центрам тяжести. На дифрактограмме не обнаружены нитриды Zr-Nb, так как толщина покрытия приблизительно 1 мкм, рентгеновские лучи проходят насквозь, и дает отражение (на дифрактограмме) только подложка (12Х18Н10Т). Выполнен расчет фазового состава покрытий на основе Zr-Nb. За истинное значение периода кристаллической решетки принято значение, соответствующее углу $2\Theta = 41,3$ град. Произведен расчет периода кристаллической решетки для различных режимов формирования покрытий, полученные результаты сведены в таблицу 1.

Исследование химического состава покрытий проводилось методом электронной Оже-спектроскопии. Энергия первичных электронов составляла 3 кэВ, плотность тока $5 \cdot 10^{-6}$ А/см², анодное напряжение 200 В, давление в камере $\sim 0,000013$ Па. Качественный анализ элементов в покрытии производился путем сравнения значения энергии вторичных электронов, снятой с Оже-спектра с табличными данными для энергий Оже-электронов для различных элементов [4-7].

**Таблица 1
Межплоскостные расстояния параметров кристаллической решетки покрытия на основе Zr-Nb**

Zr-Nb					
HKL	d_{hkl}	I_{hkl}	фаза	Период решетки	
				(a, нм)	(c, нм)
100	2,77	0,3	Zr	0,3198	0,516
002	2,58	1,0	Zr	0,3231	0,516
101	2,46	0,15	Zr	-	-
102	1,49	0,2	Zr	-	-

За интенсивность Оже-пика принимается интенсивность максимального пика. Значения элементной чувствительности для каждого элемента, присутствующего в спектре, находились по графику в зависимости от атомного номера и возможности соответствующего энергетического перехода (KLL, LMM, MNN-переходы) [7,8]. ОЖЕ - спектроскопия покрытий показала, что в покрытии присутствует цирконий 94,2 %, а также ниобий 1,3 %. В результате расчета химического состава покрытий на основе Zr-Nb определены: интенсивность Оже-пиков, элементная чувствительность и отношение I_x/S_x для каждого элемента, присутствующего в покрытии. Исследование фазового и химического состава покрытий на основе нитридов Zr-Nb проводилось с помощью рентгеноструктурного анализа и метода Оже-спектроскопии. ОЖЕ - спектроскопия покрытий показала, что в покрытии присутствует азот в количестве 2,9 % и цирконий 91,6 %, а также ниобий 1,1 %.

На основании химического анализа можно предположить, что покрытие содержит нитриды Zr-Nb. Исследования фазового и химического состав покрытий на основе оксидов Zr-Nb проводили на образцах из стали

12X18H10T. Расчет дифрактограмм показал, что покрытие состоит из фазы ZrO_2 с моноклинной кристаллической решеткой, период решетки $a=0,463$ нм. Также обнаружены следы Zr. На дифрактограмме не обнаружены оксиды ниобия, присутствуют только следы ниобия.

Химический анализ показал, что оксид Zr-Nb содержит приблизительно 90 % циркония, 1 % ниобия и около 3 % кислорода.

Исследованы микротвердость, коррозионная стойкость и толщина покрытий на основе Zr-Nb, (Zr-Nb)N, (Zr-Nb)O [9].

Заключение. На основе проведенных экспериментальных исследований можно сделать следующие выводы:

- на эксплуатационные свойства композиционных нано структурированных покрытий на основе Zr-Nb, их нитридов и оксидов, полученных ионно-плазменным методом магнетронного напыления, оказывают влияние толщина покрытия, а также ток дуги;
- максимальную коррозионную стойкость имеют покрытия на основе оксида Zr-Nb толщиной 3 мкм.
- из исследованных покрытий наиболее коррозионностойким является оксид Zr-Nb

ЛИТЕРАТУРА:

1. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Российская Академия наук институт физики микроструктур, Нижний Новгород. 2004. 114с.
2. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М. Металлургия, 1970. 368 с.
3. Optical and electronic properties of fullerenes and fullerene-based materials. - ed. by Shinar J., VallyVardeny Z., Kafafi Z., New York: "Marcel Dekker", 2000, 392 p.
4. Сайдахмедов Р.Х., Кадырбекова К.К., Еленский О.О. Исследование нестехиометрического состава и свойств ионно-плазменных покрытий на основе нитридов титана. Известия вузов Руз, №1-2, 2005. Ташкент. С. 29-33.
5. Сайдахмедов Р.Х., Кадырбекова К.К., Еленский О.О. Расчетно-экспериментальные исследования нестехиометрических покрытий на основе нитридов титана и циркония. Доклады Академии наук Республики Узбекистан 2005. №5. С. 24-27.
6. Сайдахмедов Р.Х., Кадырбекова К.К., Еленский О.О. Влияние режимов формирования ионно-плазменного процесса на состав и свойства покрытий. ИзвестиявузовРуз, №1-2, 2005. Ташкент. С. 96-98.
7. Allen T.R., Konings R.J.M., Motta A.T., Corrosion of Zirconium Alloys, Elsevier, 2012, Ch. 5.03, p. 49-68.
8. Сайдахмедов Р.Х., Кадырбекова К.К., Агзамов Р.Б. Исследование свойств покрытий на основе циркония, легированных ниобием. Взаимодействие ионов с поверхностью. ВВП-2005. Труды семнадцатой международной конференции. Москва. 2005. С.402-404.
9. Верещака А.А. Разработка процесса ассистируемого фильтруемого вакуумно-дугового осаждения. Вестник Брянского государственного технического университета. 2014. №3 (43).

Калит сўзлар: вакуум қурилма, фазавий, кимёвий таркиб, қоплама, цирконий-ниобий, нитридлар, оксидлар, коррозия бардошлик, микроқаттиклик, қалинлик, дифрактограмма.

Мақолада цирконий-ниобий асосли қопламаларни фазавий, кимёвий таркиби ва хоссаларини экспериментал тадқиқотларини ўтқазмиш учун фойдаланилган модернизацияланган вакуум қурилмаси

СОДЕРЖАНИЕ

1. Химия и физикохимия композиционных материалов и нанокomпозитов

Р.И. Абдуллаева, В.С. Туляганова, Р.Х. Пирматов, С.С. Негматов, Г.Ф. Валиева, Ш.А. Аззамова. Петрографическое исследование фазового состава опытных образцов электрокерамических композиций.....	3
А.М. Эминов, И.Р. Байжанов, М.Т. Боймуродова, Д.С. Джабберганов, М.У. Насиров. Физико-химические процессы образования алюмосиликатной керамики.....	8
Д.Й. Хакимова, М.Э. Икрамова, Н.С. Абед, С.С. Негматов, А.Н. Бозоров. Исследование физико-химических свойств марганецсодержащих руд.....	12
Н.Б. Кадырова, А.А. Абдурахимов, Р.Ж. Эшметов, Д.С. Сагдуллаева, М.И. Карабаева. Изучение коллоидно-химических свойств полученных моющих средств.....	14
И.Б. Хакимов, З.Р. Обидов, А.Н. Тураев. Окисление сплава Zn22Al, легированного хромом.....	17
Б.К. Шайкулов, Ф.Н. Нуркулов, А.Т. Джалилов. Акрил ва азот саклаган органик мономерлар асосида олинган сополимерларни физик-кимёвий хусусиятларини тадқиқ этиш.....	21
С.Н. Асатов, А. Шодиёв, Т. Халимжонов. Особенности условий восстановления трехокси молибдена водородом.....	24
Д.З. Эшметова, А.Н. Бобокулов, А.У. Эркаев, М.С. Джандуллаева. Изучение некоторых физико-химических свойств системы Et ₂ NH-H ₂ SO ₄ -H ₂ O.....	27
С.Т. Содиков. Геохимические особенности Жамской площади.....	30
О.Х. Расулов, А.А. Маматалиев, Ш.С. Намазов, Ф.А. Ибатов. Модифицированная известково-аммиачная селитра с добавкой сульфата аммония и реологические свойства её расплавов.....	36
Н.Т. Рахматуллаева, Ш.А. Муминжонов, А.Ш. Гиясов, С.М. Турабджанов, Л.С. Рахимва. Избирательное экстракционное извлечение меди (II) и комплексообразование её с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом (ПАН) в органической фазе.....	40
К.К. Кадирбекова. Экспериментальные исследования фазового, химического состава и свойств покрытий на основе Zr-Nb.....	44
Н.У. Пулатова, О.С. Максумова. Таркибида турли функционал гурухлар тутган гетероциклик бирикмалар асосида сополимерлар синтези.....	47
У.А. Сафаев, П.Х. Расулева, З.Т. Карабаева, З.М. Агзамова. Новые возможности извлечения йода из пластовых вод с использованием ионогенных сорбентов.....	50
Х.А. Адинаев, З.Р. Қодирова. PbO-R ₂ O ₃ -SiO ₂ системаси асосида рангли шиша синтези ва физик-кимёвий хоссалари.....	53
С.К. Юсупов, Ф.М. Юсупов, Н. Ёдгаров, Г.А. Байматова, С.У. Халилов. Синтез новых вспенивателей для извлечения драгметаллов из углей.....	56

2. Физико-механика и трибология композиционных материалов

С.С. Негматов, Ш.В. Рахимов, К.М. Иноятгов, Н.О. Умирова, К.С. Негматова, Н.С. Абед, С.К. Имомназаров, Ё.С. Раджабов, М.А. Абдуразаков, Т.У. Улмасов, З.У. Махаммаджанов, Ш.А. Бозорбоев, С.У. Султонов. Влияние природы, вида и содержания органоминеральных наполнителей на адгезионную прочность при формировании покрытий.....	59
К.С. Негматова, Ш.В. Рахимов, Н.С. Абед, Н.О. Умирова, Т.У. Улмасов, К.М. Иноятгов, З.У. Махаммаджанов, Ё.С. Раджабов, М.А. Абдуразаков, С.К. Имомназаров, С.У. Султонов, Ш.А. Бозорбоев. Влияние вида, морфологии твердой поверхности субстрата -металлической подложки на адгезионную прочность полимерных покрытий.....	64
Дж.С. Файзуллаев, К.С. Негматова, Р.Х. Пирматов, С.С. Негматов, М.Э. Икрамова. Влияние ванадия на механические и эксплуатационные свойства свариваемой арматурной стали класса А500С.....	68
С.С. Негматов, Н.С. Абед, С.К. Имомназаров, Ш.А. Аликобилов, Н.О. Умирова, М.Б. Мухитдинов, Ш.В. Рахимов, Т.О. Камолов, Ё.С. Раджабов, Т.У. Улмасов. Исследование влияния содержания различных наполнителей на износостойкость и другие физико-механические свойства композиционных эпоксидных полимерных материалов.....	72
С.С. Негматов, Т.О. Камолов, Ф.М. Наврузов. Исследование релаксационных и резонансных максимумов взаимопроникающих систем (впс) на основе эпоксициановых полимеров и полиуретановых эластомеров.....	77
Н.Х. Бозорова, Ж.Х. Асомов, М.А. Иброхимов, Э.Р. Тураев. Обработка полипропилена различными наполнителями и улучшение его физико-механических свойств.....	80
Г.Э. Эшдавлатова, М.Р. Амонов. Физико-механические и колористические свойства набивных тканей загущенными полимерными композициями.....	83
С.С. Негматов, Н.С. Абед, М.Э. Икрамова, А.Х. Аликулова. Нефт маҳсулотларининг зичлигини аниқловчи воситаларни калибрлашда фойдаланиладиган суоқликларнинг стандарт намуналарини яратиш.....	86

3. Разработка и технология получения композиционных материалов

С.С. Негматов, Д.К.Холмуродова, Д.Ш. Киямова, Н.С. Абед. Кўмир брикетларининг шаклланиш жараёнини ўрганиш.....	89
Х. Ахмедов, Ж.М. Бекпулатов, М.М. Якубов, Ш.Н. Асиров, Ш.Ш. Пардаев. Исследование и разработка флотационной схемы обогащения руд месторождения кокпатас.....	91
Ф.А. Хамдамова, О.С. Максумова. Акриламид ва марганич асосида олинган бирикманинг мономерини кристал ва молекуляр тузулиши.....	94
J.B. Sunnatov, N.K. Qarshiyev, Sh.M. Munosibov, X.R. Xaydaraliyev, M.M. Yakubov. Kobalt- nikelli keklarni qayta ishlashning zamonaviy texnologiyalarini tadqiq qilish.....	96