

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ

СӘТБАЕВ УНИВЕРСИТЕТІ

Ө. А. Байқоңыров атындағы тау-кен металлургия институты

«Материалтану, нанотехнология және инженерлік физика» кафедрасы

Жанаева Гүлназ Бекболатқызы

«Al-SiO₂-C жүйесіндегі ӨЖС композиттерінің құрылымы»

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС

5B072300 – «Техникалық физика» мамандығы

Алматы 2022

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ
Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті
Ө.А. Байқоңыров атындағы тау-кен металлургия институты
Материалтану, нанотехнологиялар және инженерлік физика кафедрасы

ҚОРҒАУҒА ЖІБЕРІЛДІ

«МНЖИФ» кафедра

менгерушісі т.ғ.к.

 У.К. Какимов

«06» 06 2022 ж.

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС

Тақырыбы: «Al-SiO₂-C жүйесіндегі ӨЖС композиттерінің құрылымы»

5B072300 – «Техникалық физика» мамандығы

Орындаған



Жанаева Г.Б.

Пікір беруші:

Қиынғылыми қызметкер, ф-м.ғ.к.

Құдайбергенов К.К.



Ғылыми жетекшісі:

PhD доктор

 Алипбаев А.Н.

«31» мамыр 2022 ж.

Алматы 2022

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ
Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті
Ө.А. Байқоңыров атындағы тау-кен металлургия институты
Материалтану, нанотехнологиялар және инженерлік физика кафедрасы

5B072300 – «Техникалық физика» мамандығы

ҚОРҒАУҒА

ЖІБЕРІЛДІ

«МНЖИФ» кафедра

менгерушісі т.ғ.к.

 У.К. Какимов

«06» 06 2022 ж.

**Дипломдық жұмыс орындауға
ТАПСЫРМА**

Білім алушы: Жанаева Гүлназ

Тақырыбы: «Al-SiO₂-C жүйесіндегі ӨЖС композиттерінің құрылымы»

Университет ректорының «24» желтоқсан 2022 ж. №489-П/Ө бұйырығымен бекітілген

Аяқталған жұмысты тапсыру мерзімі «27» мамыр 2022 ж.

Дипломдық жұмыстың бастапқы берілістері:

1) ӨЖС туралы мәлімет, 2) Алюминосиликатты алу жолдары, 3) ӨЖС әдісі.

Дипломдық жұмыста қарастырылған мәселелер:

а) Алюминосиликатты алу жолдары, қасиеттері, қолдану аясы;

б) ӨЖС әдісі;

в) Алюминосиликатты вакуумдық реакторда жану арқылы ӨЖС әдісімен синтездеу және талдау.

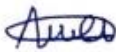
Ұсынылатын негізгі әдебиеттер: 1 Мержанов А.Г., Озерковская Н.И., Шкадинский К.Г. Тепловой взрыв как технологический прием высокотемпературного синтеза в неорганических системах. Успехи химии. 2003. – Т. 72, № 4 – С. 323- 345.

2 Сычев А.Е., Мержанов А.Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез наноматериалов. Успехи химии. Том 73, № 2, РАН, 2004 г. С. 157-158.

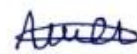
Дипломдық жұмысты дайындау
КЕСТЕСІ

Бөлімдер атауы, қарастырылатын мәселер тізімі	Ғылыми жетекші мен кеңесшілерге көрсету мерзімдер	Ескертулер
Әдеби шолу	23.01.2022 - 28.02.2022	
Тәжірибелік бөлім	02.03.2022 – 07.03.2022	
Дипломдық жұмысты алдын – ала қорғау	23.05.2022	

Дипломдық жұмыс (жоба) бөлімдерінің кеңесшілері мен норма бақылаушының аяқталған жұмысқа (жобаға) қойған **қолтаңбалары**
(жұмысқа қарасты тараулардың нұсқаумен)

Бөлім атауы	Кеңесшілер, (ғылыми дәрежесі, атағы)	Қол қойылған күні	Қолы
Әдеби шолу	А.Н. Алипбаев , PhD докторы	3.06.22	
Тәжірибелік жұмыстар	Ж. Коркембай , Жану проблемалар институтының кіші ғылыми қызметкері	3.06.22	
Нормоконтролер	А.Б. Телешева , PhD докторы	3.06.2022	

Ғылыми жетекші



Алипбаев А.Н.

Тапсырманы орындауға алған білім алушы



Жанаева Г.Б.

Күні «3» 06 2022 ж

РЕФЕРАТ

Дипломдық жұмыс: 45 – беттен, 27 - суреттен, 4 – кестеден, 28 қолданылған әдебиет көзінен тұрады.

Түйінді сөздер: кремний оксиді, өздігінен таралатын жоғары температуралық синтез (ӨЖС), рентгенофазалық анализ (РФА), СЭМ, Раман спектрлері.

Дипломдық жұмыс тақырыбы: «Al-SiO₂-C жүйесіндегі ӨЖС композиттерінің құрылымы»

Зерттеу нысаны: кремний оксидінің негізінде Al+SiO₂+C, Al+SiO₂ жүйесін жоғары қысымда инертті ортада (аргон) ӨЖС әдісімен композиттер алу.

Жұмыстың мақсаты: Өздігінен таралатын жоғары температуралық синтез әдісін қолданып құрамында жоғары температуралы және керамикалық және композициялық отқатөзімді материал алу.

Зерттеу әдістері: Сканерлеуші электронды микроскоп көмегімен Al-SiO₂-C жүйесіндегі композиттің морфологиясын зерттеу және Раман спектрлері мен рентгенофазалық анализ арқылы үлгіні зерттеу.

АҢДАТПА

Қазіргі уақытта жоғары экономикалық және техниканың сатысын құру үшін жеңіл және отқа төзімді композиттік материалдар сұранысқа ие. Қазіргі заманғы материалдар машина жұмысын, жоғары температурада, қысымда, жылдамдықтағы аппаратура механизмін және қоршаған ортаның агрессивті шартын қамтамасыз ету қажет. Осы талаптарға жауап беретін, оттексіз баяу балқитын қосылыстар маңызды орын алады, және де өзінің қол жетімді бағасымен қызығушылық тудырады.

Дипломдық жұмыста $\text{Al-SiO}_2\text{-C}$ жүйесіндегі композиттерінің құрылымы және алу әдістері қарастырылды. Бұл жұмыста $\text{Al-SiO}_2\text{-C}$ жүйесіндегі композиттерді алу үшін өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез (ӨЖС) арқылы синтезделді. Алынған үлгінің құрылымын СЭМ, РФА және РСА көмегімен зерттелінді.

АННОТАЦИЯ

В настоящее время востребованы легкие и огнеупорные композитные материалы для создания высокой экономической и технической стадии. Современные материалы требуют обеспечения работы машины, механизма аппаратуры при высоких температурах, давлениях, скоростях и агрессивных условиях окружающей среды. Бескислородные тугоплавкие соединения, отвечающие этим требованиям, занимают важное место и представляют интерес своей доступной ценой.

В дипломной работе рассмотрены структура и методы получения композитов в системе $\text{Al-SiO}_2\text{-C}$. В этой работе для получения композитов в системе $\text{Al-SiO}_2\text{-C}$ синтезированы с помощью самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Структуру полученного образца изучали с помощью СЭМ, РФА и РСА.

ABSTRACT

Currently, lightweight and refractory composite materials are in demand to create a high economic and technical stage. Modern materials require the operation of the machine, the mechanism of the equipment at high temperatures, pressures, speeds and aggressive environmental conditions. Oxygen-free refractory compounds that meet these requirements occupy an important place and are of interest for their affordable price.

In the thesis, the structure and methods of obtaining composites in the Al-SiO₂-C system are considered. In this work, to obtain composites in the Al-SiO₂-C system, they were synthesized using self-propagating high-temperature synthesis (SHS). The structure of the obtained sample was studied with the help of SEM, RF and RSA.

МАЗМҰНЫ

	КІРІСПЕ	12
1	ӘДЕБИ ШОЛУ	14
1.1	Алюминосиликаттар	14
1.2	Алюминий қосылыстарының және олардың негізіндегі материалдардың қолданылу аймақтары	16
1.3	Алу әдістері	17
1.3.1	Өздігінен таралатын жоғарытемпературалық синтез (ӨЖС)	17
1.3.2	Алюмотермия синтез әдісі	18
1.4	Өздігінен таралатын жоғары температуралық синтездің термодинамикасы	20
1.5	Al-SiO ₂ -C жүйесіндегі өздігінен таралатын жоғары температуралық ситез әдісіне қоспалардың әсері	21
2	ТӘЖІРИБЕЛІК БӨЛІМ	22
2.1	Үлгіні дайындау	22
2.2	Жоғары қысымды құрылғыда ӨЖС процесінің жүргізу жағдайлары	25
2.3	Зерттеу әдісі	28
2.3.1	Раман спектрометрі	28
2.3.2	Электронды сканирлеуші микроскоп	29
2.3.3	Rigaku MiniFlex 600 рентгендік дифрактометрдегі сипаттама (рентгендік фазалық талдау)	31
3	НӘТИЖЕЛЕР ЖӘНЕ ОЛАРДЫ ТАЛҚЫЛАУ	32
3.1	Өздігінен таралатын жоғары температуралық синтез әдісіне талдау жасау	33
3.2	СЭМ бойынша Al-SiO ₂ -C жүйелерін морфологиясын зерттеу	35
3.3	Үлгінің рентгендік құрылымдық талдауы	42
	ҚОРЫТЫНДЫ	43
	ҚОЛДАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР	45

КІРІСПЕ

Химиялық тұрақты силицидтер отқатөзімді материалдарға деген сұраныс оларды жоғары температурада жұмыс істейтін құрылғыларды қолдануға байланысты күннен-күнге өсіп келеді. Қазіргі заманғы материалдар машина жұмысын, жоғары температурада, қысымда, жылдамдықтағы аппаратура механизмін және қоршаған ортаның агрессивті шартын қамтамасыз ету қажет. Осы талаптарға жауап беретін оттексіз баяубалқитын қосылыстар ішінде борид және боридқұрамды материалдар маңызды орын алады. Олар жоғары температурада жұмыс істегенде эрозиялық және коррозиялық тұрақты, салыстырмалы түрде жоғары электр және жылу өткізгіштік көрсетеді, түсті металдармен әрекеттеспейді, суық және қызған күйде механикалық әсерге берік. Осы қасиеттеріне қарай металлургияда да кеңінен қолданылады. Боридтер құрамды композициялық материалдар алуында негізгі мәселе материалға қосымша беріктілік пен отқатөзімділік қасиеті. Сондықтан оның орнын басатын заттар іздестіру негізгі мәселе болып табылады.

Алюмосиликаттар [1] - бұл минералдардың үлкен топтарының бірі, ол өз кезегінде силикаттар класына кіреді. Қарапайым сөзбен айтқанда, силикаттарда кремний мен алюминий оксидтері бар. Бұл топтың табиғи түрлері - жер қыртысында орналасқан минералдар. Алайда, оларды гидротермиялық синтез арқылы химиялық жолмен алуға болады, қысыммен қыздырылған сулы ерітінділер ортасында болатын табиғи геохимиялық процестерге еліктейді.

Цеолиттердің құрылымдық ерекшеліктері олардың алюиносиликаттық қасиеттерін кристалды құрылымын бұзбай әртүрлі әдістермен өзгертуге мүмкіндік береді, ал модификацияланған құрылымдар ықтимал қолдану аясын кеңейтеді. Алюиносиликаттардың силикаттардан айырмашылығы-оларда кремний мен алюминий тетраэдрлік үйлестіруге ие, ал алюиносиликаттағы кремнийдің бір бөлігі алюминий атомдарымен немесе қоспалық атомдармен алмастырылады: Na, K, Ca. Кремний және алюминий - оттегі тетраэдрлері, өз кезегінде, ортақ оттегі атомымен (Si-O-Si(Al)) өзара байланысты және бұл байланыс жалпақ торларды, тізбектерді, таспаларды, сақиналарды, үш өлшемді рамаларды құрайды. Табиғи және жасанды алюиносиликаттардың атомдық құрылымының бұл ерекшеліктері оларды медицинада, тамақ және химия өнеркәсібінде, ауыл шаруашылығында, молекулалық елек, катализатор ретінде, суды тазарту, ұсақ тазарту және газды бөлу процестерінде, газдар мен сұйықтықтарды хроматографиялық талдауда қолданады [2].

Композиттер - конструкциялардың ең аз массасын, максималды беріктігін, қаттылығын, сенімділігін және ауыр жүктеме жағдайларында, оның ішінде жоғары температура мен агрессивті ортада жұмыс істеу кезінде ұзақ мерзімділігін қамтамасыз ету сияқты қатаң, жиі бір-біріне қайшы келетін материалдарды қанағаттандыратын материалдардың негізгі класы болып табылады.

Композиттік материалдар (КМ) немесе композиттер жеке бастапқы құрамдас бөліктерде кездеспейтін қасиеттері бар бір-біріне ұқсамайтын екі, үш немесе одан да көп материалдар жиынтығынан тұрады [3].

Композиттің құрылымында толтырғыш (арматуралық материал) және байланыстырушы (матрица) әдетте бөлінеді. Арматуралайтын материал берілген беріктік пен қаттылықты қамтамасыз етуге арналған, ал байланыстырғыш – материалдың монолиттілігі мен технологиялылығы, жүктемелерді арматураға беру, оны сыртқы жүктемелерден қорғау және т. б.

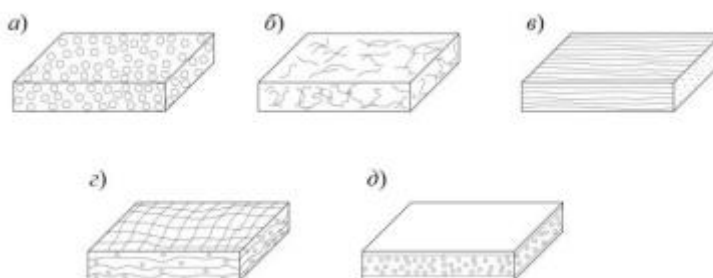
Композициялық материалдарды толтырғыштың түріне қарай үш түрге бөлуге болады:

1) талшықты КМ, онда талшықтар үздіксіз матрицаның ішіне бөлінеді (1 сурет, б, в, г);

2) әртүрлі материалдардан жасалған қабаттар бір-бірімен тікелей байланысқан немесе байланыстырушы материалмен сіңдірілген қабатты КМ (1 сурет, д);

3) бөлшектер үздіксіз матрица ішінде бөлінген КМ бөлшектерімен нығайтылған (1 сурет, а).

1 суретте осы композиттердің үш түрін көре аламыз.



1 Сурет - Композиттердің үш түрі көрсетілген [3].

Құрылымы (симметрия қасиеттері) бойынша КМ изотропты немесе анизотропты болуы мүмкін, мысалы, талшықтардың бағытына байланысты. Матрица әдетте изотропты. Егер талшықтар немесе бөлшектер матрицада ретсіз орналасса, онда композициялық материалдың беріктігі мен серпімді қасиеттері материалдың жеткілікті көлемінде изотропты болады.

Толтырғыш талшықтардан жасалған маталарда жіптер бір-біріне дұрыс бұрыштарда орналасады, ал жіптер бағытындағы КМ қасиеттері басқа бағыттардағы қасиеттерден ерекшеленеді. Мұндай арматура ортотропты немесе тікбұрышты деп аталатын композиттерге сәйкес келеді. Егер жіптердің бірдей саны көлденең бағытта салынса, онда осы бағыттардағы материалдың қасиеттері бірдей және мұндай материал тепе-теңдік деп аталады. Бір бағытта орналасқан жіптердің саны басқасына қарағанда үлкен болған жағдайда, материалдың талшықтар саны көп бағыттағы қасиеттері басқа бағыттағы қасиеттерге қарағанда жоғары болады және мұндай материал тепе-тең емес деп аталады.

Изотропия жазықтығы бар КМ көлденең изотропты деп аталады. Бұл бір бағытты арматураланған материал-бұл шайырмен желімделген металл парақтардан тұратын кең таралған гетинакс немесе металл пластик сияқты қатты макроскопиялық біртекті моноотропты (көлденең) дене. Ұсақ дисперсті толтыру қасиеттердің толық симметриясына әкеледі, ал мұндай толтырғышпен КМ изотропты деп санауға болады [4].

Осылайша, құрылымдарды өндіруде жеке қабаттар мен талшықтарды бағыттау мүмкіндігі қажет болған жағдайда серпімді және беріктік қасиеттерін әртүрлі бағытта өзгертуге, толтырғыш материалының беріктігін толығымен пайдалануға мүмкіндік береді.

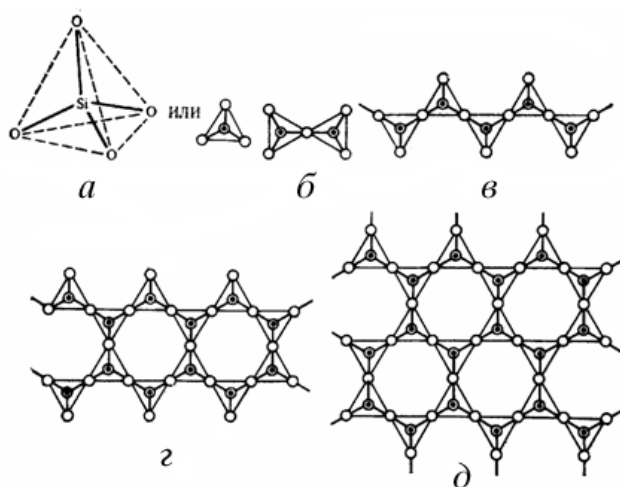
Композицияны жасау үшін әртүрлі арматуралық толтырғыштар мен матрицалар қолданылады: гетинакс және текстолит(термосет желімімен желімделген қағаздан немесе матадан жасалған қабатты пластмассалар), шыны және графитопласт (эпоксидті желімдерге малынған шыны немесе графиттен жасалған мата немесе оралған талшық), фанера және т. б. жоғары беріктігі бар қорытпалардың жұқа талшығы құйылған материалдар бар алюминий массасы. Болат-көне композициялық материалдардың бірі. Онда жоғары көміртекті болаттың жұқа қабаттары (кейде жіптер) жұмсақ төмен көміртекті темірмен "желімделген" [5].

1 ӘДЕБИ ШОЛУ

1 Алюмосиликаттар

Алюмосиликаттар-күрделі аниондар құрамында алюминий мен кремний атомдары бар табиғи және синтетикалық силикаттар.

Бұл қосылыстардың негізгі «құрылыс кірпіші» – төрт оттегі атомымен қоршалған кремний немесе алюминий атомы-кремний(алюмо)оттегі тетраэдрі $\text{SiO}_4(\text{AlO}_4)$. Алюмосиликаттардың әртүрлілігі осы тетраэдрлерді біріктірудің әртүрлі тәсілдерімен түсіндіріледі, олар әдетте Si-O-Si және Si-O-Al байланыстарын қалыптастыру үшін шыңдармен біріктіріледі, оны 2 суретте көрсетілген.

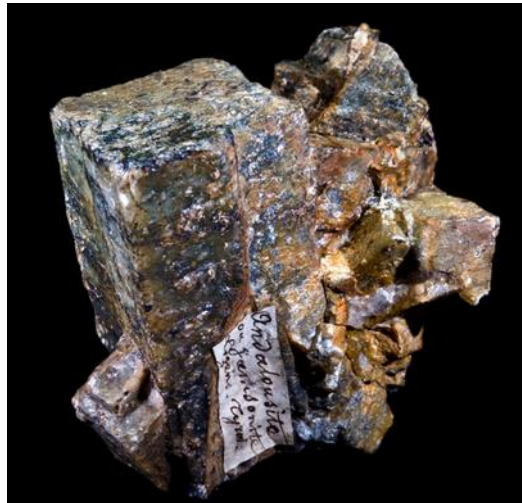


2 Сурет - Кремний (Алюминий) Силикат тетраэдрлерінің қосылу әдістері: а) жеке тетраэдр, б) ортақ шыңы бар екі тетраэдр, в) қарапайым тізбектің фрагменті, г) «таспа» фрагменті, д) «парақ» фрагменті [6].

«Алюмосиликаттар» терминін минералогияға Владимир Иванович Вернадский енгізді, ол алғаш рет минералдардың құрылуындағы алюминийдің рөлін дұрыс бағалады. Табиғи алюмосиликаттарға рамалық құрылымға ие өрістік шпаттары жатады (мысалы, ортоклаз $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, альбит $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, анортит $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$).

Алюмосиликат минералдары алюминий, кремний, оттегі және контркативондардан тұрады. Олар каолин мен басқа саз минералдарының негізгі компоненті.

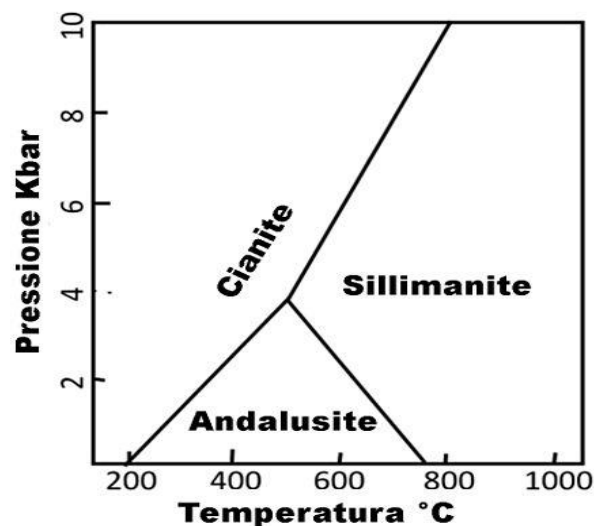
3 суретте андалузит, кианит және силлиманит минералдары көрсетілген.



3 Сурет - Андалузит. Андалузит - Al_2SiO_5 химиялық формуласы бар алюмосиликатты минерал [6]

Андалузит, кианит және силлиманит - Al_2SiO_5 құрамына ие табиғи алюмосиликатты минералдар. Осы үш полиморфтың үш нүктесі $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ температурада және $0,4\text{ ГПа}$ қысымда орналасқан. Бұл үш минерал әдетте метаморфты жыныстарда индекс минералдары ретінде қолданылады. Бұл минералдардың әрқайсысы әртүрлі температура мен қысым жағдайларында кездеседі, сондықтан олар бір жыныста сирек кездеседі. Осыған байланысты үш минерал олар табылған жыныстың қысымы мен температурасын анықтайтын пайдалы құрал болып табылады [6].

4 суретте алюмосиликат минералының фазалық диаграммасын көре аламыз.



4 Сурет - Алюмосиликат минералының фазалық диаграммасы [6]

1.2 Алюминий қосылыстарының және олардың негізіндегі материалдардың қолданылу аймақтары

Алюмосиликаттар өзінің дамыған бетінің және жоғары тұрақтылығының арқасында газдардың катализаторлары мен кептіргіштері ретінде, композициялық материалдарды алу кезінде, аналитиктерді бөлу және шоғырландыру сатысында химиялық талдауда, қоршаған орта объектілерін әртүрлі сипаттағы токсиканттардан тазарту кезінде қолданады. Осы минералдың қасиеттері көбінесе оның текстуралық сипаттамаларына байланысты. Алюминосиликаттар құрылымының ерекшелігі олардағы кеуектердің реттелген жүйесінің, және оның ішінде молекулалық мөлшерінің болуымен байланысты [7].

Суды әртүрлі ластанудан тазартудың сорбциялық әдістері қол жетімділікке, тиімділікке, арзан бағаға байланысты су дайындау тәжірибесінде жетекші орындардың бірін алады. Түйіршікті жүктемелер арқылы суды сүзу өнеркәсіптік және жеке су тазарту жүйелерінде қолданылатын ең көп таралған сорбциялық әдіс болып табылады [8].

Қазіргі уақытта жоғары дисперсиялы және беті дамыған табиғи алюиносиликаттар негізінде экологиялық қауіпсіз сорбенттер сұранысқа ие, бұл оларға үлкен адсорбциялық сыйымдылық береді. Қабатты табиғи алюиносиликаттар улы емес, молекулалық өлшемдердің (наноөлшемдердің) біртекті кеуектері бар кристалды құрылымға ие, иондық алмасуға қабілетті, протон мен апротон қышқылдығына ие. Алюмосиликаттар пластмассалар мен резеңке толтырғыштар, қалыпты парафинді көмірсутектерді шығару және тазартудың жоғары тиімді жүйелері, әртүрлі газдар мен сұйықтықтардың қоспаларын бөлу ретінде кеңінен қолданылады [9].

Алюминий матрицалық композиттері (АМК) автомобиль, аэроғарыш және әскери қолдану сияқты көптеген салаларда әлеуетті материалдар ретінде кеңінен қолданылады. Сонымен қатар, олардың механикалық және жылулық қасиеттері, соның ішінде ерекше беріктік, төмен термиялық кеңею және тозуға төзімділік, АМК-ті инженерлік қолданбалар үшін тамаша үміткерлер етеді. Жоғары балқу температурасы, жоғары беріктік, тозуға төзімділік және төмен жылу кеңею сияқты ерекше механикалық және жылулық қасиеттеріне байланысты керамикалық арматуралар, мысалы, SiC , Al_2O_3 , TiC , және т.б.

Қышқылдық құрамды кәдімгі табиғи алюмосиликаттар (каолинит, нефелин, перлит) құрылыс индустриясында ресурстарды үнемдеу мәселелерін шешуде, сондай-ақ ерекше қасиеттері бар жаңа буынның байланыстырғыштарын жасаудың заманауи шарттарында қолданылады. Алюмосиликатты минералдар құрамында рентгендік аморфты компонент бар, ол табиғи жағдайда алюмосиликатты неоплазмалар кешенін түзе отырып, сілтілі ерітінділерде белсенді әрекеттеседі, құрамы мен қасиеттері дайын өнімнің қасиеттерінде көрінеді. Мысалы, қышқылды табиғи алюмосиликаттар негізіндегі алюмосиликатты клинкерсіз байланыстырғыштарда жүйенің геополимерленуі

және сулы сілтілі алюмосиликаттардың сусыз қосылыстарға кезеңді фазалық түрленуі нәтижесінде сол материалда қышқылға төзімділік, сілтілерге төзімділік және ыстыққа төзімділік қасиетін береді [10].

1.3 Алу әдісі

1.3.1 Өздігінен таралатын жоғары температуралық синтез (ӨЖС)

Өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез (ӨЖС) - жану процестерінің бір түрі болып табылады, сондықтан жылулық сипатқа ие.

Егер қарапайым тұжырымдарды қолдансақ, онда осылайша жазуга болады:

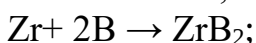
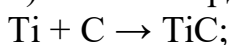
$$\begin{aligned}\text{Жану} &= \text{Жылу бөліну} + \text{Жылуберілім}, \\ \text{ӨЖС} &= \text{Жану} + \text{Құрылымның қалыптасуы}.\end{aligned}$$

Өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез әдісі қазіргі материалтану ғылымындағы перспективалы ғылыми технологиялық бағыттардың бірі болып табылады. Бұл бағыт 1967 жылы А.Г. Мержанов, И.П. Боровинской және В.М. Шкиро еңбектерімен басталды. ӨЖС әдісі әртүрлі қосылыстар мен материалдарды тікелей синтездеу үшін экзотермиялық реакцияларды қолдануға негізделген.

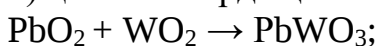
ӨЖС процесін мүмкін ету үшін жылу бөлінуімен бір-бірімен әрекеттесуге қабілетті бастапқы компоненттердің ұнтақтары бөлме температурасында араластырылады. Содан кейін экзотермиялық реакцияны бастау үшін қоспаны қыздыру керек. Қоспаны екі жолмен қыздыруға болады. Біріншісі реакция ортасының барлық нүктелерінде температура бірдей болатындай етіп бүкіл қоспаны біркелкі қыздырудан тұрады. Содан кейін теориялық тұрғыдан реакция бір мезгілде басталып, ортаның барлық нүктелерінде синхронды түрде жүруі керек. Бұл режим жаппай жану немесе термиялық жарылыс режимі деп аталады. Басқа тәсіл реакция ортасының аз ғана бөлігін қыздыруды және реакцияны осы шағын бөлікте бастауды қамтиды. Реакция басталған кезде бөлінген жылу көрші аймақтарды қыздырады, сонымен қатар оларда реакцияны бастайды; осылайша, реакция өздігінен жүреді және жылу толқыны түрінде бүкіл ортада таралады. Мұндай режим реакция толқыны немесе жану толқыны деп аталады. Іс жүзінде екі режим де қолданылады, дегенмен ӨЖС технологияларының көпшілігі жергілікті бастауға және жану толқыны режиміне негізделген [11].

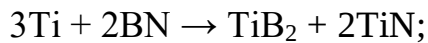
Химиялық реакция түріне қарай ӨЖС процестерінің үш класын бөлуге болады:

1) элементтерден тікелей синтез:

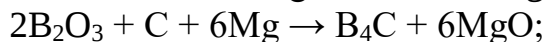
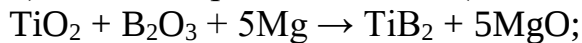


2) қосылыстардың тікелей синтезі және алмасу реакциялары:





3) металлотермиялық ӨЖС (тотықсыздану сатысы бар реакциялар):



ӨЖС - бұл іс жүзінде құнды конденсацияланған өнімдердің түзілуіне әкелетін кез келген химиялық табиғаттың жану процесі. ӨЖС режимінде реакцияға қабілетті орта өте әртүрлі болуы мүмкін: қатты, сұйық, газ тәрізді, аралас.

ӨЖС процестері мен өнімдерінің барлық алуан түрінен келесі негізгі сыныптарды ажыратуға болады:

1. Карбидтер: TiC , ZrC , HfC , VC , NbC , TaC , SiC , WC , және т.б.
2. Боридтер: TiB_2 , TiB , ZrB_2 , ZrB_{12} , HfB_2 , VB_2 , VB , NbB , NbB_2 , TaB , TaB_2 , CrB_2 , CrB , MoB , MoB_2 , WB_2 және т.б.
3. Нитридтер: BN , TiN , ZrN , HfN , VN , NbN , TaN , және т.б.
4. Силицидтер: TiSi , TiSi_2 , ZrSi_2 , ZrSi , WSi және т.б.
5. Халькогенидтер: TiSe_2 , NbSe_2 , TaSe_2 , MoSe_2 , WS_2 , WSe_2 , т.б.
6. Қатты ерітінділер: TiC-WC , TiC-TiN , NbC-NbN , TaC-TaN , және т.б.
7. Интерметаллдар: NiAl , TiAl , TiNi , TiCo , CoAl , және т.б.
8. Оксидтер: алюминаттар (YAlO_3 , MgAl_2O_4), ниобаттар (LiNbO_3 , NaNbO_3 , BaNb_2O_6 , гранаттар ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, $\text{Ce}_2\text{Ga}_5\text{O}_{12}$), ферриттер (CoFe_2O_4 , BaFe_2O_4 , $\text{Li}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$), титанаттар (BaTiO_3 , PbTiO_3 , т.б.), молибдаттар (BiMoO_6 , PbMoO_4 және т.б.), асқын өткізгіш оксидті керамика ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, $\text{LaBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, т.б.).
9. Мыналарға негізделген жүйелердегі керамика: BN , TiC-TiB_2 , $\text{TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$, AlN-BN , AlN-TiB_2 , $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN-SiC}$, SiAlOxNy , т.б.
10. Керметтер: TiC-Ni-Mo , TiB-Ti және т.б. [12]

1.3.2 Алюмотермия синтез әдісі

Алюминий өнеркәсіпте кең қолданысқа ие элемент. Ол күмістей ақ, жұмсақ металл. Сығылғыш, созылғыш, жайылғыш қасиеттері алтыннан ғана төменірек, электрөткізгіштігі жоғары болып келеді. Алюминий өте жеңіл әрі жұмсақ болғандықтан оның түрлі құймалары қолданылады [13].

Алюминотермия (грек тілінен аударғанда *therme*- жылу деген мағынаны береді)- оксидтерін металдық емес алюминиймен тотықсыздандыру арқылы металдар мен бейметалдар алу тәсілі. Алюмотермия әдісін 1859 ж. орыс ғалымы Н.Н.Бекетов ашқан болатын [14].

5 суретте алюмотермиялық бөлінулер көрсетілген.



5 Сурет - Алюмотермиялық бөлінулер [14]

Алюмотермия әдісін аз көміртекті қиын тотықсызданатын металдардың(титан,ниобий,цирконий,бор,хром және басқалары) балқымаларын және термиткорунд алу үшін қолданылады.

Оксид жүйелерінің алюмотермиялық жануы ӨЖС процесіне жатады. Алюминийдің тотығуы шартты түрде екі механизмде : төмен температуралы және жоғары температуралы механизмдерде жүреді. Осыдан металл оксидтерінің қоспасында оның жануының феноменологиясы конденсирленген және газ жүйелерінің жануына ұқсас болады [16]. Әрбір механизмнің процестің макрокинетикалық сипаттамасына әсері жану жағдайымен, отын мен тотықтырғыш концентрациясы, температура мен қысым, қоспалардың болуымен анықталады. Алюминийдің оттеппен газфазалы жануында адсорбирленген ұнтақ көлемінде ӨЖС толқынының пайда болуымен, жоғарыда аталған механизмдер арасында өзара әрекеттесу жүреді. Алюминийдің жану мәселесінің өзектілігі теориялық және практикалық жағынан анықталады. Шартты түрде газфазалы компоненттің реакцияға қатысуы әсерінен пешсіз жағдайда тотықсыздандырғыштың жоғалуы байқалады.

1.4 Өздігінен таралатын жоғары температуралық синтездің термодинамикасы

Оқшау адиабаталық жүйеде жану бастапқы температурадағы T_0 бастапқы қоспаның энтальпиясы жану температурасындағы $T_{ад}$ соңғы өнімдердің энтальпиясына тең болуымен сипатталады. Бұл жағдай өнімдердің құрамы мен жану температурасын термодинамикалық есептеуге мүмкіндік береді [17]:

$$\sum_{i=1}^n [H(T_{ад}) - H(T_0)]_i = Q \quad (1.1)$$

Егер ӨЖС процесінде тек бір ғана өнім түзілсе, онда жану температурасы ғана есептеледі. $T_{ад}$ есептеу өрнегі мынадай:

$$\int_{T_0}^{T_{ад}} C(T) dT = Q - \sum_{i=1}^n \mu_{\Phi} H_{\Phi} \quad (1.2)$$

мұндағы C – өнімнің жылу сыйымдылығы;

Q – өнімнің түзілу жылуы (T_0 температурада) ;

T_{Φ} және H_{Φ} – сәйкесінше өнімдегі фазалық ауысу температурасы мен жылуы;

$\mu_{\Phi} - T_{ад} = T_{\Phi}$ болғанда өнімдегі температурасы жоғары фазаның үлесі;

$T_{ад} < T_{\Phi}$ болғанда $\mu_i = 0$, $T_{ад} > T_{\Phi}$ болғанда $\mu_{\Phi} = 1$;

n – фазалық ауысулар саны.

$C(T)$ және Q мәндері анықтамалық мәліметтерден табылады. Процестің орташа жылу сыйымдылығы мен жылулық эффектiсін пайдаланса:

$$\bar{C} = \frac{1}{T_{ад} - T_0} \int_{T_0}^{T_{ад}} C(T) dT; \quad Q_{пр} = Q - \sum_{i=1}^n \mu_{\Phi} H_{\Phi} \quad (1.3)$$

теңдеуі шығады. Бұл теңдеудегі $\int_{T_0}^{T_{ад}} C(T) dT$ орнына $Q_{пр}$ қойып,

аламыз:

$$T_{ад} = T_0 + Q_{пр}/C \quad (1.4)$$

$T_{ад} = T_{\Phi}$ болғанда

$$\mu_{\Phi} = [Q - \bar{C}(T_{\Phi} - T_0)] / H_{\Phi} \quad (1.5)$$

Бұл қарапайым өрнектер жану температурасына бастапқы температураның, реагенттер қатынасының, шихтаны өніммен сұйылтудың әсерінен болатын көптеген тәжірибелік мәліметтерді, әсіресе T_r (T_0) қисықтарында сатылардың болуын түсіндіреді.

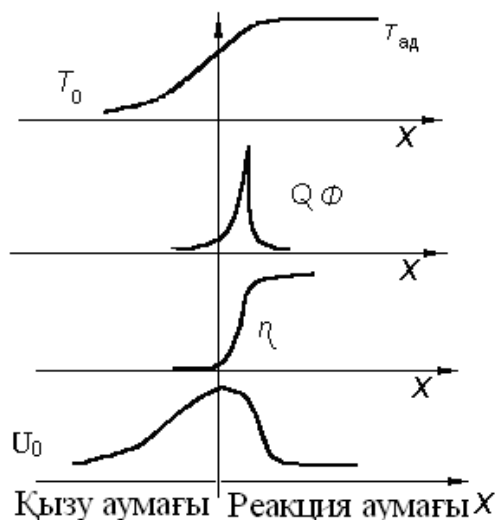
Бұл жуықтау элементтермен өтетін ӨЖС процестерінің температурасын бағалауда кең қолданылады. Жалпы жуықтау жанудың көпкомпонентті өнімдерінде химиялық және фазалық тепе-теңдіктерді қарастырады, бұл тек температура ғана емес, өнімдер құрамын да ескеруге мүмкіндік береді.

Есептеулер негізінде $T_{ад} > 3000$ К болатын жоғары температуралық ӨЖС процестері анықталды. Есептелген мәндер жиі тәжірибелік мәндерден 200-400 К-ге жоғары, бұл тәжірибелерде адиабаталық температураның қамтамасыз етілмеуіне байланысты. Мысалы, $Ti + Al$, $Fe + Ti$ жүйелері үшін $T_{ад} < T_{балқу}$, бұл $T_0 = 298$ К температурада ӨЖС ықтималдығы аз екендігін білдіреді. ӨЖС процесін жүзеге асыру үшін бастапқы температураны жоғарылату керек. $Ni + Al$, $Co + Al$ жүйелерінде кәдімгі жағдайларда $T_{ад} > T_{балқу}$.

Жазық толқынның стационарлы адиабаталық таралуы теңдеулер жүйесімен сипатталады:

$$\begin{aligned} \lambda \frac{d^2 T}{dX^2} - C_p U \frac{dT}{dX} + Q_p \Phi(T, \eta) &= 0 \\ -U \frac{d\eta}{dx} + \Phi(T, \eta) &= 0 \end{aligned} \quad (1.6)$$

6 суретте осы шарттары $x = -\infty$ $T = T_0$; $\eta=0$ $x = +\infty$ $T = T_{ад}$ $p = \eta p$ теңдеулердің шешімі толқынның типтік құрылымын көре аламыз.



6 сурет - ӨЖС жану толқынының типтік құрылымы [17]

6 сурет бойынша жылу бөліну жылдамдығы $T_{ад}$ жақын температураларда максимал мәніне жетеді, температуралық профиль концентрациялық профильден кеңдеу, бастапқы заттарға қарағанда толқында толық энтальпия жоғары және қызудың соңында максимал мәнге жетеді.

1.5 $Al-SiO_2-C$ жүйесіндегі өздігінен таралатын жоғары температуралық ситез әдісіне қоспалардың әсері

Өнеркәсіпте муллит, корунд және кремний карбид негізіндегі отқа төзімді материалдар кеңінен қолданылады. Оларды дәстүрлі керамикалық технология бойынша өндіру жоғары температура мен ұзақ өңдеу уақытын қажет ететіндіктен, ӨЖС технологиясын перспективті балама әдіс ретінде қарастыруға

болады. Қаптамаларды, ерітінділерді және басқа да отқа төзімді бұйымдарды өндіруде кремний оксиді (SiO_2) бар ӨЖС жүйелеріне басымдық беріледі, өйткені соңғысы көптеген табиғи материалдар мен құрылыс өнеркәсібі қалдықтарының негізгі құрамдас бөлігі болып табылады. Стехиометриялық қатынасқа, компоненттердің бөлшектерінің өлшеміне және технологиялық процестің шарттарына байланысты $\text{Al-SiO}_2\text{-C}$ қоспаларының жануы мулит, корунд және кремний карбидінің түзілуіне әкеледі. Соңғысы композиттердің жоғары температурадағы эрозияға/коррозияға төзімділігін арттыратыны белгілі. Жоғарыда аталған материалдардан ӨЖС өндірісі шикізаттың ассортиментін кеңейтіп, энергия шығынын азайтады деп күтілуде.

Жоғарыда аталған материалдардан ӨЖС өндірісі шикізаттың ассортиментін кеңейтіп, энергия шығынын азайтады деп күтілуде [18].

2 ТӘЖІРИБЕЛІК БӨЛІМ

2.1 Үлгіні дайындау

Үлгімізді дайындау үшін қолданылған материалдар : алюминий ұнтағы, кремний оксиді ұнтағы мен көмертек ұнтағы. Біз үлгімізді 100 г шамасында электронды таразылар ВЛЭ-134 арқылы өлшеніп, фарфор ыдысында мұқият араластырылды. Содан соң үлгіні 25 г бірдей шамада 4 бөлікке бөлініп, золдің белгілі 40 % үлгінің үстіне жеке - жеке 0,5 мл құйылып, үлгі қайтадан араластырылады.

Үлгіміз ылғандандырылып болғаннан кейін 7 суретте көрсетілгендей цилиндр тәрізді болаттан жасалынған құралға салынады.[19]



7 Сурет - Преске арналған цилиндр тәрізді құралы

Содан соң үлгіміз диаметрі 20 мм, биіктігі 25 мм болатындай қылып, зертханалық жоғары қысымды преспен 5 - 7 МПа қысымдарында жасалынды.

8 суретте зертханалық жоғары қысымды пресі көрсетілген.



8 Сурет - Зертханалық жоғары қысымды пресі

2.2 Жоғары қысымды құрылғыда ӨЖС процесінің жүргізу жағдайлары

Жоғарғы қысымда ӨЖС процесін өткізетін камера құрылғысы өте қарапайым. Тәжірибені бастамас бұрын жұмысты жүргізуге қажетті құрылғылардың дайындығын тексерістен өткіземіз.

Біріншіден, техникалық қауіпсіздік ережесін ескере отырып қажетті жабдықтардың қалыпты жұмыс істеп тұрғанын тексереміз, яғни мультиметр, вольтметр, монометрдің көрсететін көрсеткіштері дұрыс істеп тұруы және тұрақты қысымда ӨЖС процесін өткізетін камераның үстіңгі және төменгі қақпақтарының саңылаусыздығы тексеріледі. Осындай жағдайлардың тәжірибе талаптарына сай болғанына көз жеткен соң ғана тәжірибе жұмысы басталады. Төмендегі схемада көрсетілгендей жұмыстың істеу тәртібі бойынша тұрақты қысымда ӨЖС өткізетін камераға (5) алдын ала дайындалған үлгіні (3) салып, процесстің жүру бағытындағы температураны қадағалау мақсатында Cr – Al терможұбын (4) үлгіге енгізіп, инертті ортада үлгінің тұтануына көмектесетін тұтандырғыш (термид) және оның үстіне электр сымына жалғанған спиралды (2) қыздырғыш орналастырамыз. Бұл вакуумдық ортадағы үлгінің жануына әкеледі.[20]

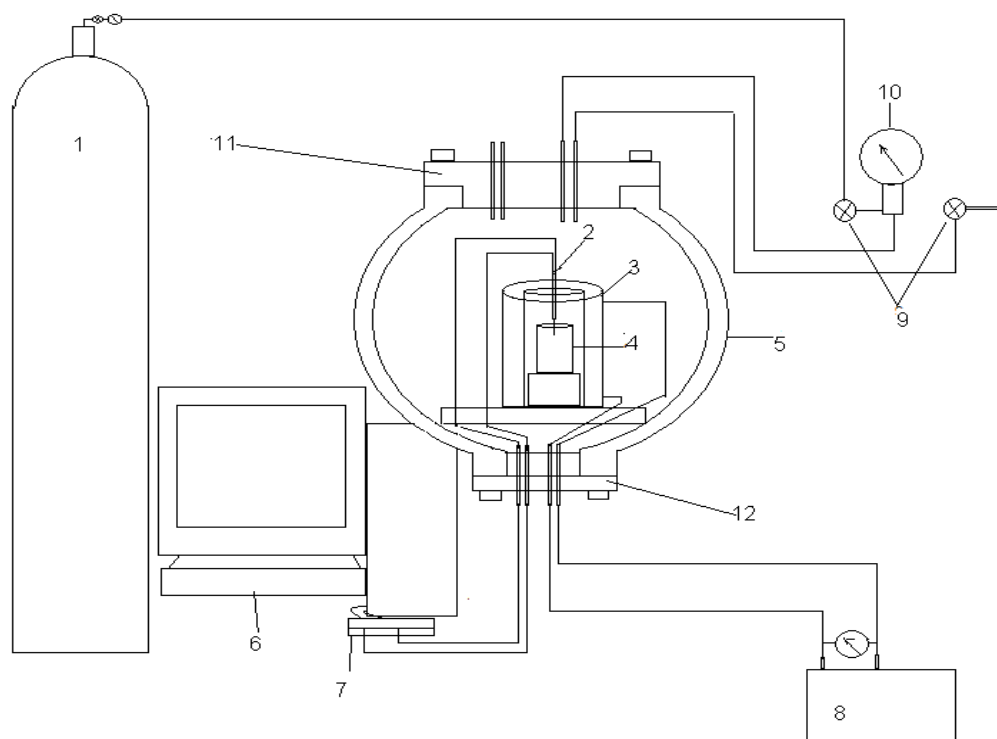
9 суретте жоғары қысымды реактор көрсетілген.



9 Сурет - Жоғары қысымдағы реактор

Осы құрылғылар түгелдей орналастырып болғаннан кейін, құрылғының үстіңгі қақпағын ешқандай саңылаусыз мықтылап жабамыз. Үстіңгі қақпақта газды енгізетін және шығаратын түтіктерді (9) жалғаймыз. Инертті газ аргонды (1) камераға толтырып, ауаны вакуум көмегімен ығыстырып шығарамыз. Орта түгелдей аргонды газға толған шамада ауа ығыстыруды тоқтатып ортаны қажетті қысымға жеткіземіз. Бұл жағдайды арнайы орналасқан манометрмен (10) қадағалап отырамыз. Қысым тұрақталғаннан кейін трансформаторды (8) ток көзіне жалғап, тоқты біртіндеп арттырып, шамамен вольтметр (7) көрсеткішін 10 – 15 В деңгейіне дейін көтеріміз. Содан кейін терможұпқа (4) жалғанған мультиметр (6) құрылғысының көрсеткішінің өзгеруін бақылау бойынша процестің жүруін қадағалап отырамыз.[21]

10 суретте тұрақты қысымда ӨЖС процесін өткізетін камераның схемасы көрсетілген.



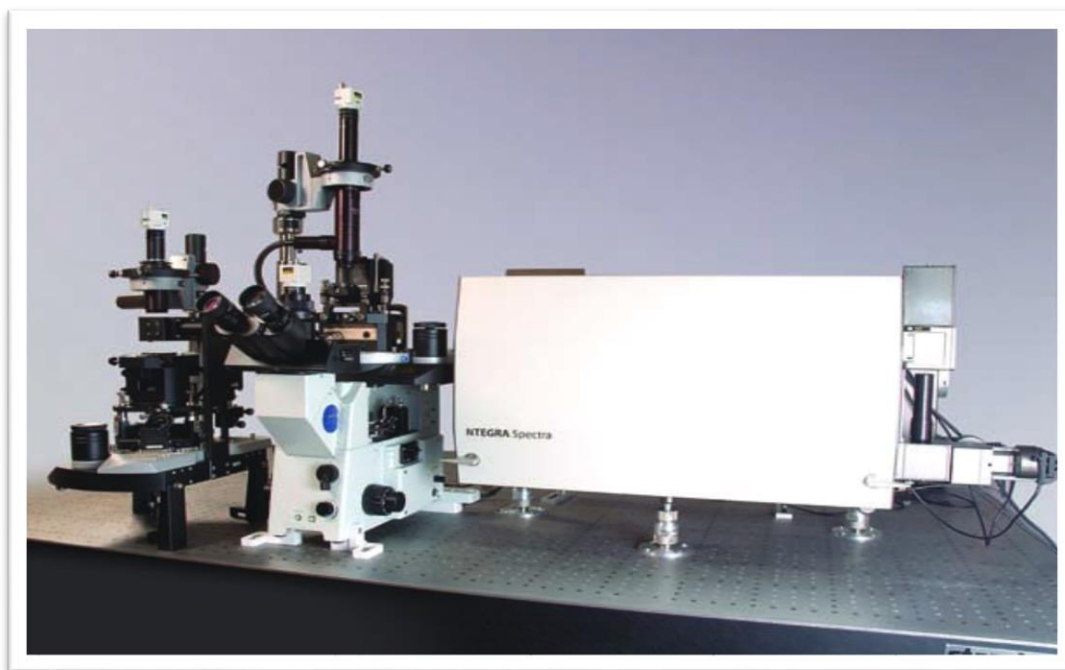
10 Сурет - Жоғары қысымдағы реактордың сызба нұсқасы

1– азот газі; 2 – термopapa; 3 – қыздыру пеші; 4 – үлгі; 5 – бүйірі; 6 – компьютер; 7 – мәлімет тіркегіш LTR-U-1; 8 – трансформатор; 9 – тиектер; 10 – манометр; 11 – үстіңгі қақпақ; және 12 – астыңғы қақпақ

2.3 Зерттеу әдісі

2.3.1 Раман спектрометрі

Оптикалық және АҚМ әдістің бір қондырғыда үйлесуі үлгінің оптикалық қасиетінің және химиялық құрамы туралы мәлімдемені оның топографиясында көрінуін, электрлік, магниттік және басқада қасиеттерінің комплексті эксперименттерін жасауды қамтамасыз етеді.

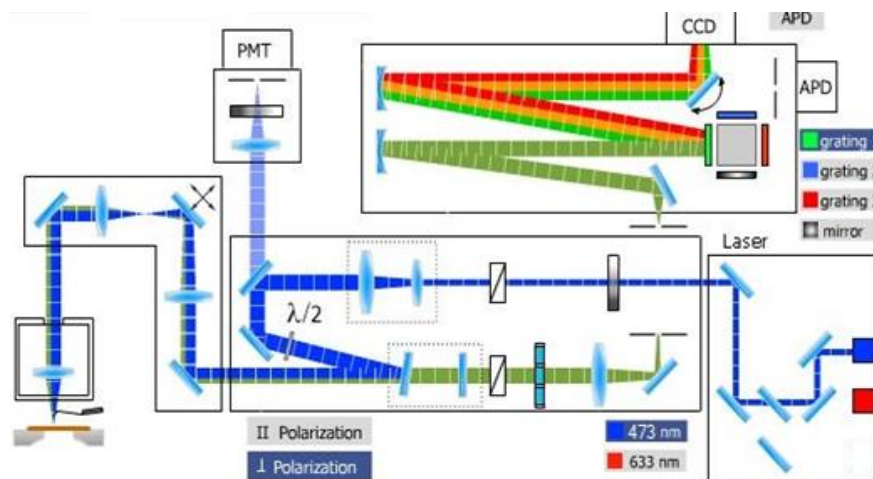


11 Сурет - Раман спектрометрі[22]

«Ntegra Spectra» АҚМ әдісін қолдану арқылы (сканирлеуші жақын өрісті оптикалық микроскоп (СЖӨОМ) және КШ-спектроскопиясы) дифракция шегінен тыс оптикалық қасиетін сипаттауға мүмкіндік береді.

Өлшеу әдістері:

- Механикалық, электрлік және магниттік қасиеттерін түрлі динамикалық және статикалық режимдерде өлшеу үшін АҚМ әдістері:
 - Конфокальды КШ-спектроскопиясы
 - сканирлеуші жақын өрісті оптикалық микроскоп (СЖӨОМ)
 - кең өрісті микроскопия және конфокальды лазерлі микроскопия (лазера 473 нм);



12 Сурет - Лазердің жүру жолдары[22]

«Ntegra Spectra» сипаттамалары:

АКМ модулі:

- XY осьтері бойынша сканирлеу диапазоны 120 мкм;
- Z осі бойынша сканирлеу диапазоны 9 мкм;
- Суреттің нүктелерінің максималды саны 1024x1024;
- Шу деңгейі XY < 0,7 нм;
- Шу деңгейі, Z < 0,5 нм;

Конфокальді оптикалық микроскопия/КШ-спектроскопия:

- Осьтер бойынша рұқсат етілім XY < 400 нм;
- Z осі бойынша < 500 нм;
- Лазерлік сәулелену көзі 473 нм;
- Тіркеу жүйесі ПЗС камера AndoriDusDV401-BV

Сканирлеуші жақынөрісті микроскопия:

- Шағылуды тіркеу режимі;
- Рұқсат ету, XY < 100 нм;
- Шығын апертура < 100 нм;
- Острия жабыны Va-Al

Үлгіге қойылатын талаптар:

- Үлгінің максималды өлшемі 20x20x10 мм³;
- Үлгінің масималды салмағы 100 г;

«Ntegra Spectra» қолдану мысалдары:

- Графен, көміректі нанотүтікше жіне тағы басқа көміртекті материалдар
- Шалаөткізгіштер
- Наноүтікшелер, наносымдар, кванттық нүктелер және тағы басқа наноматериалдар
- Полимерлер

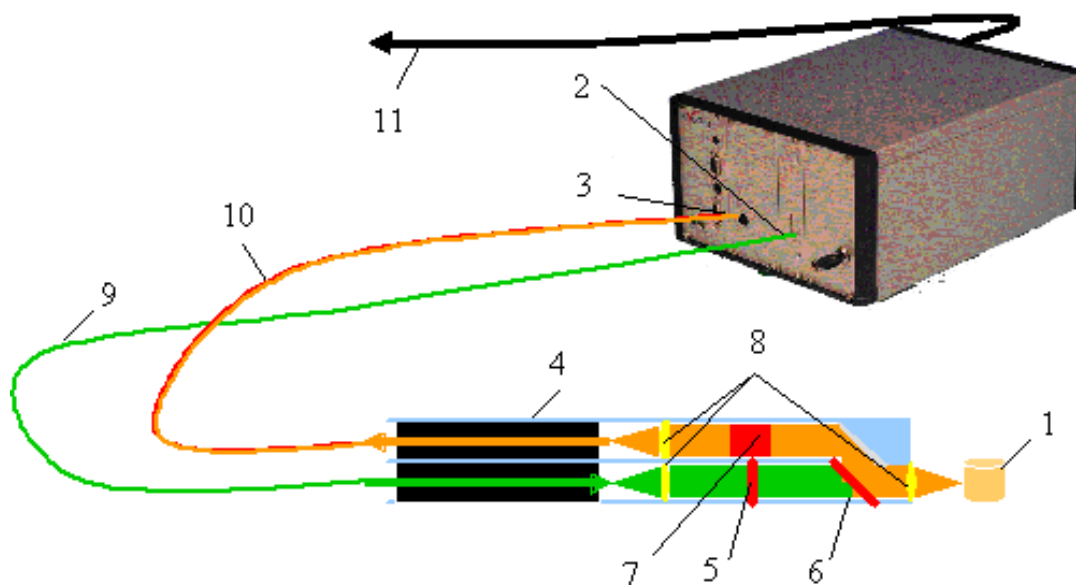
- Оптикалық құрылғылардың сипаттамаларын анықтау: шалаөткізгіш лазерлер, оптогалшықтар, плазмоника қондырғылары

- Химиялық реакцияларды қорытындылау[].

Раман спектрометрі мен қорек көзіне қосудың блок-схемасы

Эксперименталдық құрылғының сипаттамасы.

1- зерттелетін үлгі; 2- оптогалшықты спектрометр AvaSpec-2048FT-2-TEC; 3- оптикалық қоздырудың лазерлік көзі; 4- кеңсызықты фильтрға ие; 5- Рамандық сынама; 6-дихройлық айна; 7-жіңішке сызықты түн-филтрі; коллимациондық линзаларды сәйкестендіретін жүйе; 8,9,10-оптогалшықты кабель; 11-персоналды компьютермен USB байланыс кабелі.



13 Сурет - Комбинациялы жарық шашырауының спектрларын өлшеуге арналған тәжірибелік қондырғының сызбанұсқасы [22]

Комбинациялы шашырау спектрлерін өлшеген кездегі басты тәжірибелік қиындық - ол рәлелік серпімді интенсивтілігімен салыстырғанда комбинациялық спутниктердің төмен интенсивтіліктері (құрылымдық спектр сызықтары).

Бұл құрылғыда зерттелетін үлгінің (1) комбинациялық шашырау спектрі оптикалық сәулеленген лазерлік көздің жіңішке сызығымен (2) қоздырылған және 2048-ми суытылатын элементтік матрицалық фотодетектрмен жоғары-сезгіш талшықты оптикалық AvaSpec-2048FT-2-TEC (3)спектрометрімен тіркеледі. Құрылғы үлгімен қоздырылған және шашыраған жарық шоғырымен белсендіруге қамтамасыз етілетін арнайы зондпен (4) жабдықтандырылған. Қалыңжолды фильтр (5) және дихройлық айна (6) үлгіге (1) паразиттік сәуленің түсуін жояды. Жіңішке сызықты түн-филтрі (7)- оптикалық экран рөлін ойнайды. спектрометрдің тіркелетін жолына қоздырылған сәуленің түсуін болдырмайды. Коллимациондық линзалар жүйесі (8) оптикалық шоғырларды қоздырылатын және тіркелетін сәулелердің талданып жатқан үлгімен (1) және

қоздырылған және тіркелетін сәулелерді эффективті тасымалдайтын оптогалшықты кабельдердің кіретін опертураны белсенді қылады.

2.3.2 Электронды сканирлеуші микроскоп

Сканирлеуші электронды микроскоп (СЭМ, ағылшын тілінде *Scanning Electron Microscope, SEM*) – электронды микроскоп класына жатады, үлгі бетінің бейнесі жоғарғы кеңістіктік талапқа сай (0,4 нм-ге дейін) алынады, және де құрамы, құрылымы және кейбір басқа беттік қабаттардың қасиеті жөнінде мәлімет береді. Жұмыс істеу принципі электрондық шоқтың үлгімен әсерлесуіне негізделген.

Заманауи СЭМ кең диапазонда шамамен 3-10 краттан 1000000 кратқа дейін (яғни, басқарылатын күштік линзаны эквивалентті еселеу) жұмыс істеуге мүмкіндік береді, ол оптикалық микроскоптардың үлкейту шегін шамамен 500 есе арттырады[23].

Қазіргі таңда растрлы электронды микроскоп барлық ғылым мен өндіріс салаларында, биологиядан материал туралы ғылымға дейін кеңінен қолданылуда. СЭМ-ның әртүрлі түрлері мен конструкцияларын шығаратын түрлі типтегі детекторларға негізделген көптеген фирмалар бар.[24]

Оптикалық микроскоптың қабілеті (жіңішке детальдарды айыру қабілеті) көрінетін жарық фотондарының толқын ұзындығымен шектеледі. Ең қуатты оптикалық микроскоптар өлшемі 0,1-0,2 мкм детальдарды көруге мүмкіндік береді. Егер де біз одан да жіңішке детальдарды көргіміз келсе, зерттелетін үлгіге жарық беретін толқын ұзындығын қысқартуымыз керек. Бұл үшін фотондарды емес, мысалға электрондарды қолдансақ болады, яғни толқын ұзындығы әлдеқайда аз. Электронды микроскоптар – осы идеяның жүзеге асуының нәтижесі.

Заманауи растрлы электронды микроскоп *Magellan XHR SEM* мінездемесі:

- Оңтайлы жұмыс істеу қашықтығы
 - 0,8 нм 15 кВ
 - 0,8 нм 2 кВ
 - 0,9 нм 1 кВ
 - 1,5 нм 200 В
- Жинақтаушы нүктедегі жұмыс істеуі
 - 0,8 нм 15 кВ
 - 0,9 нм 5 кВ
 - 1,2 нм 1 кВ

Сканирлеуші электронды микроскоп, 1950 жылдары жасалынған үш электронды микроскоптың біреуі болып табылады. Электронды микроскоптар оптикалық микроскоп секілді негізгі қағидаларды қолданады, бірақ фотондардың емес энергетикалық электрондар шоғырын фокустайды, объекті үлкендету үшін. СЭМ келесі компоненттерден тұрады: электрондық көз, термоионды көз, электромагниттік және электростатикалық линзалар,

вакуумдық камера, үлгі үшін камера және үлгі үшін стол, компьютер, детекторлар (бір немесе бірнеше), екіншілік электронды детектор (SED), кері шашырау детекторы, дифракциялық кері шашырау детекторы (EBSD), рентгендік детектор (EDS). Сонымен қатар, СЭМ тұрақты қоректену көзін, салқындату жүйесін, дірілден бос кеңістікті қажет етеді, және магниттік және электрлік өрістерден оқшауланған аймақта орналасу керек.



14 Сурет - СЭМ құрылғысы [24]

СЭМ-мен қара-ақ, үшөлшемді бейнелер алынады. Бейнені үлкейту 10 нанометрге дейін, бірақ ол аса қуатты емес, сәулелендіруші ТЕМ микроспымен салыстырғанды.

Оптикалық микроскоппен салыстырғанда аса үлкен көлемдік рұқсат етіліммен және лездік тереңдігімен, сонымен қоса үлгінің беткі қабатын электронды ағынмен сәулелендіргенде генерирленетін рентгендік сәулелену спектрін тіркеу негізінде жасалған химиялық сараптама жүргізу мүмкіндігімен сипатталады. Растрлық электронды микроскоптың жұмыс істеу принципі: электронды пушкамен шығарылатын электрондар 2-40 кЭв энергияға дейін үдетіледі. Бұл бетті электрондармен сәулелендіргенде қажетті мәліметтерді тасымалдайтын сәулеленудің үш түрі қоздырылады: рентгендік сәулелер, екіншілік электрондар және шағылған (кері шашыраған) электрондар. Сканерлеуші электрондық микроскоптың кеңістіктік рұқсат етілімі электрондық ағынның көлденең өлшеміне байланысты, ал ол өз кезегінде ағынды фокустайтын электронды – оптикалық жүйеге тәуелді.

2.3.3 Rigaku MiniFlex 600 рентгендік дифрактометрдегі сипаттама (рентгендік фазалық талдау)

РФА физикалық құбылысқа – дифракцияға негізделген. Бұл жағдайда дифракция деп белгілі бір түсу бұрыштары мен толқын ұзындығында периодты шашыратқыш тормен толқындардың күшті шашырауы құбылысы түсініледі. Мұндай құбылыстың ең қарапайым жағдайы жарық дифракциялық тор арқылы шашыраған кезде пайда болады. Осыған ұқсас құбылыс рентгендік фазалық талдауда қолданылатын рентген сәулелерінің шашырауында байқалады, бұл кезде фазаның кристалдық торы шашыратқыш қызметін атқарады. Бұл жағдайда Вульф-Брэгг шарттары орындалғанда қарқынды шашырау шыңдары байқалады:

$$n \lambda = 2d \cdot \sin \theta, \quad (2.1)$$

мұндағы d – көрші кристаллографиялық жазықтықтар арасындағы қашықтық, Å;

θ – дифракция байқалатын бұрыш, градус;

n – дифракция тәртібі;

λ – кристалға түсетін монохроматикалық рентген сәулелерінің толқын ұзындығы, Å.

Ұнтақтың (немесе майда кристалды материалдың) монохроматикалық рентген сәулелерімен әрекеттесуі жағдайында, әрбір жазықтық типі үшін әрқашан «шағылыстыратын» күйге түскен кристалдардың белгілі бір саны болады. Бұл жағдайда θ бұрышында әртүрлі қарқындылықпен сипатталатын берілген жазықтықтар типі үшін дифракциялық максимум байқалатын болады. Максимумның бұрыштық орны d мәнімен, ал соңғысы кристалдық тордың геометриясымен анықталады. [25]

Әрбір фазаның өзіндік кристалдық торы бар және тек (2.1) формула бойынша анықталатын d_{hkl} жазықаралық қашықтықтардың өзіндік жиынтығымен сипатталады, бұл жағдайда рентгендік дифракциялық суретте бір заттың шыңдары болады. Егер зерттелетін объект бірнеше фазадан тұрса, онда әрбір фазаның өзіндік дифракциялық заңдылығы болады. Бұл жағдайда рентгендік дифракция үлгісі үлгінің барлық фазаларының шыңдарын қамтиды. Әрбір фазаның шағылысу қарқындылығы оның зерттелетін қоспадағы мөлшеріне және кристалдану дәрежесіне байланысты болады.

Барлық үлгілер бойынша рентгендік фазалық талдау келесі түсіру параметрлерінде жүргізілді :

Құрылғының атауы : Rigaku MiniFlex 600;

Өндіруші мемлекет : Япония;

Түтіктің кернеуі мен тогы : 40кВ, 15мА;

Анод түтікшелері : Cu ($K_{\alpha}=1.5418$ Å);

Түтікті салқындату жылдамдығы : 4л/мин

Сканерлеу бұрышы : 3-90 град;

Фильтр : K_{β} филтр (Ni);

Детектор : Кремний жоғары жылдамдықты стрип-детектор D/teX Ultra

Түсіру әдісі : үздіксіз, θ -2 θ ;

Түсіру жылдамдығы : 10 град/мин;

Қадам бұрышы : 0.02 град;

Үлгі ұстаушы : ASC-6;

Бастапқы сәулелік жарықтар : 1,25 град и 5мм

Екінші реттік сәулелік жарықтар: 6мм и 6мм

Бұл әдісті қолдану Halder-Wagner арқылы кристаллиттердің орташа өлшемдері анықталды : $(\beta^*_{hkl} / d^*_{hkl})^2 = 1/D$. $\beta^*_{hkl} / d^*_{hkl}^2 + (\epsilon/2)^2$ және Вульф-Брэгг формуласы арқылы кристалдық құрылым анықталды.[26,27]

3 АЛЫНҒАН НӘТИЖЕЛЕР ЖӘНЕ ОЛАРДЫ ТАЛДАУ

3.1 Өздігінен таралатын жоғары температуралық синтез әдісіне талдау жасау

Силицидқұрамды композитті материалдарды ӨЖС әдісімен алу барысындағы синтез жүргізіліп жатқан жағдайды сипаттауда температуралық өзгеріс маңызды болып табылады. Реакцияның жылу бөлуінің үлгі құрамындағы компоненттердің массалық үлесіне тәуелділігі, сонымен қатар азотты ортадағы қысым тудыратын әсерлердің шамасы, осы тіркелген температуралық көрсеткіштер арқылы тусіндірледі. Сондықтан ӨЖС процесі өту жағдайын анықтайтын негізгі параметірлердің бірі болып температуралық өзгеріс болып саналады. Реакция орын алып жатқан ортада температура өзгеруін қадағаладық.

Барлық дайындалған үлгілерге жүргізілген зерттеу жұмысындағы ӨЖС процесі ақырласқаннан кейін тіргеліп естелікке алынған температураларға талдау жасалынды. Бұнда синтез өту кезіндегі температура өзгерісі әрбір үлгі бойынша компьютерлік жүйеде уақыт температура тәуелділігі бойынша суретте келтірілгендей график береді.[28]

ӨЖС синтездің екі түрі кездеседі: жанбай жану және толқынды жану. Кейбір заттардың жергілікті көлеміндегі экзотермиялық реакцияларының қозу салдарынан толқынды жануы туындайды. Жылу бөлінеді, жылу өту қабілітіне қарай ол көршілес қабатқа толқынды жылу өткізіп реакция жүргізеді. Қабаты жану кезінде химиялық реакция заттың барлық көлемінде бір мезгілде жүрмейді, тек қана жану толқының жіңішке қабатында ғана жүреді. Толқынды жану режимінде ӨЖС интерметалдық қосылысы келесі әдіспен алынды. Өртүрлі ұнтақты металлдардан престелген цилиндр тәрізді үлгілер дайындалды. Содан соң үлгінің жоғарғы қабатында химиялық реакцияны қыздырады және ол үлгі бойында жану толқыны түрінде таралады. Жану толқынның өзінің артынан суыған өнім аламыз.

Ал келесі жаппай жану, ол үлгіні химиялық реакция басталатын температураға дейін біртекті қыздыру арқылы жүргізіледі. Бұл синтез түрінің негізгі ерекше қабілеттілігі, ол реакция иницирлеу аймағы жоғарғы қабатта емес, бүкіл реакцияға қатысатын заттарды қыздыру арқылы жүргізіледі.

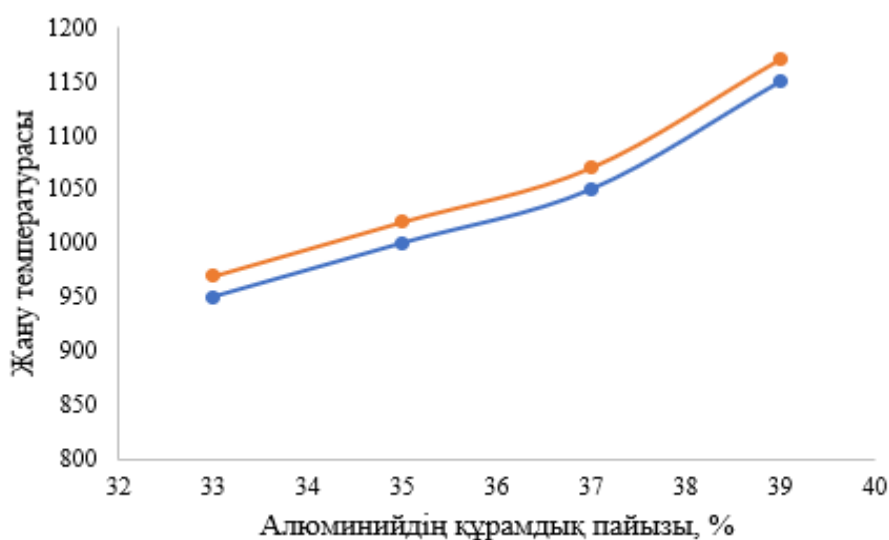
Бұл жұмыста өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез (ӨЖС) негізінде өтетін үдерістің жоғарыда айтылғандай екінші қыздыру тәсілін қолдана отырып, нитрид құрамды композиттік материалдарды алуы көзделеді. Жұмыстың бұл сатысы ӨЖС үдеріс өтетін негізі жұмыс бөлігі болып саналады. Сондықтан жұмыстың алдында қажетті құрал жабдықтарды толықтыру және олардың жоғары қысымға жарамдылығын анықтау керек, себебі жалпы үдеріс жоғары қысымды қондырғыда, түрліше қысымда, азот газінің қатысында жүрілетіндіктен газ өткізетін түтіктердің қысымда жарылып кетпеуі басты назарда болады. Жалпы құрастырылып болған құрылғының жұмысқа

дайындығы мен техникалық қауіпсіздігі тексеруден өткеннен кейін ғана жұмысты бастауға рұқсат алынады.

Жұмысқа дайындықпен техникалық қауіпсіздікті орындап болғаннан кейін алдын ала дайындалып, бір тәулік кептіруге қалдырылған үлгілердің әрқайсысының үстіңгі табан бетінен терможұптың ұшын орналастыру үшін тереңдігі 2-3 мм, диаметрі 1-2 мм болатындай етіп кішкентай ойық шығарылып, содан кейін массаларын электронды таразы арқылы өлшенеді. Осы өлшенген үлгіні ӨЖС үдерісін жүргізетін жоғары қысымды камераның ішіндегі цилиндрлі пештің ішіне орнықтырып, Cr - Al терможұбының ұшын үлгінің үстіңгі табан бетіндегі арнайы ойыққа орналастырады, содан кейін пештің аузын жұқа отқа төзімді кірпіш қақпақпен бекітіледі де соңында үдеріс өтетін негізгі құрылғының үстіңгі қақпағы жабылады және вольттармен қысымда газ қашпайтындай етіліп мықтап бекітіледі.

Әрбір үлгінің тіркелген температураларының жоғары қысымды реакторда ӨЖС өткен кездегі максималды мәндерімен қысым арасында график тұрғызатын болсақ төмендегі сурет 15 те гідей график кескінін аламыз, мұнда Al - SiO₂ және Al – SiO₂ - C жүйелердің үлгілеріндегі алюминидің массалық үлесі 25% және 30% болатын құрамдарының максималды температурасына сай келетін мәндер алынды.

15 суретте мұнда Al - SiO₂ және Al – SiO₂ - C жүйелердің температураға тәуелділік графигін аламыз. Бұл графиктен Al құрамы жоғарылаған сайын, жану температурасы да өсуін байқаймыз.



15 Сурет - Al-SiO₂ және Al-SiO₂-C жүйелерінің жану температурасына тәуелділік графигі

3.2 СЭМ бойынша Al-SiO₂-C жүйелерін морфологиясын зерттеу

Al-SiO₂-C жүйесіндегі композитіміз алынғаннан соң, үлгілер физика - техникалық институтқа әрі қарай зерттеу үшін жіберілді.

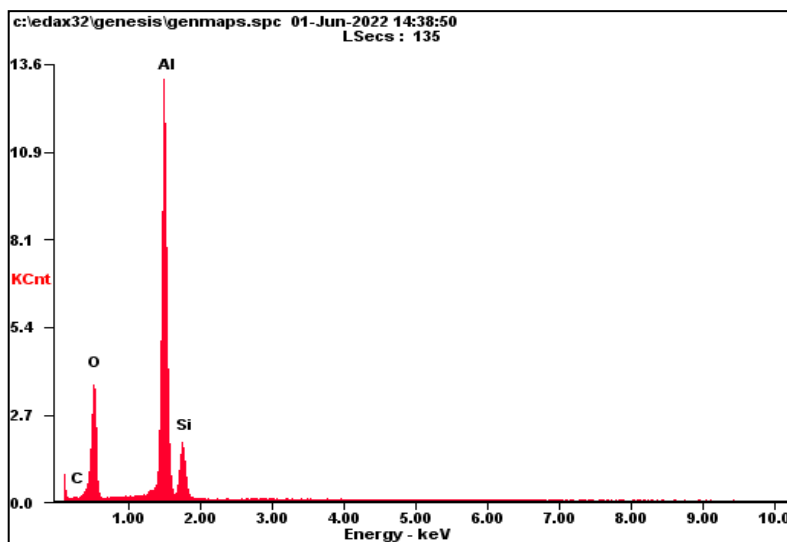
Бұл жағдайда жарық көзі катодтық сәулелік түтікпен шығарылатын электрондар болып табылады. Электрондардың сәулесі зерттелетін объектінің бетіне дақ түрінде назар аударады, соның арқасында үлгіні сканерлейді. Дақтың диаметрі 5 нм-ге жетеді. Электрондардың сәулесі бетімен соқтығысқан кезде эмиссия процесі жүреді. СЭМ-дегі бейнелері электронды сәулелік түтікке енгеннен кейін пайда болады.

Сканерлеуші электронды микроскопта бейнелердің үш түрі алынады : қайталама электрондардың, кері таралған электрондардың, және де рентген сәулесінің әсерінен пайда болады.

СЭМ-ді қолданудың қиындықтарының бірі - вакуум жасау, өйткені электрондардың ауада еркін қозғалу мүмкіндігі жоқ.

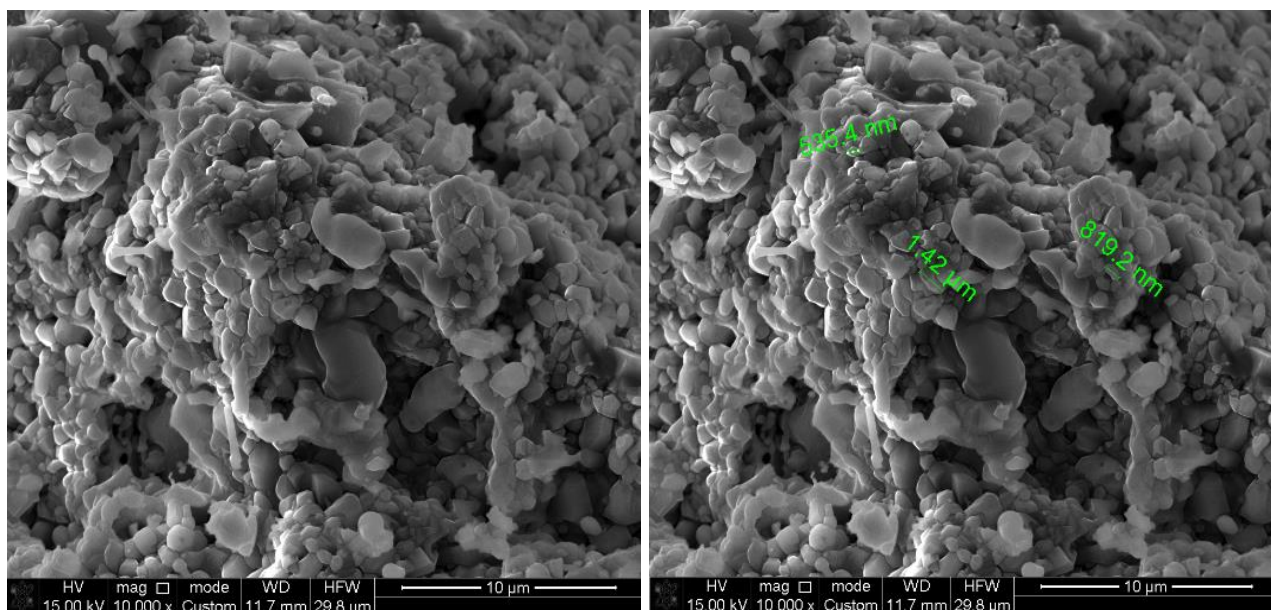
Үлгіміз ЭДС талдаудан өтті, оны 16 суреттен нәтижесін бақылай аламыз.

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	3.40	6.11
<i>OK</i>	31.02	41.83
<i>AlK</i>	54.09	43.25
<i>SiK</i>	11.48	8.82
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

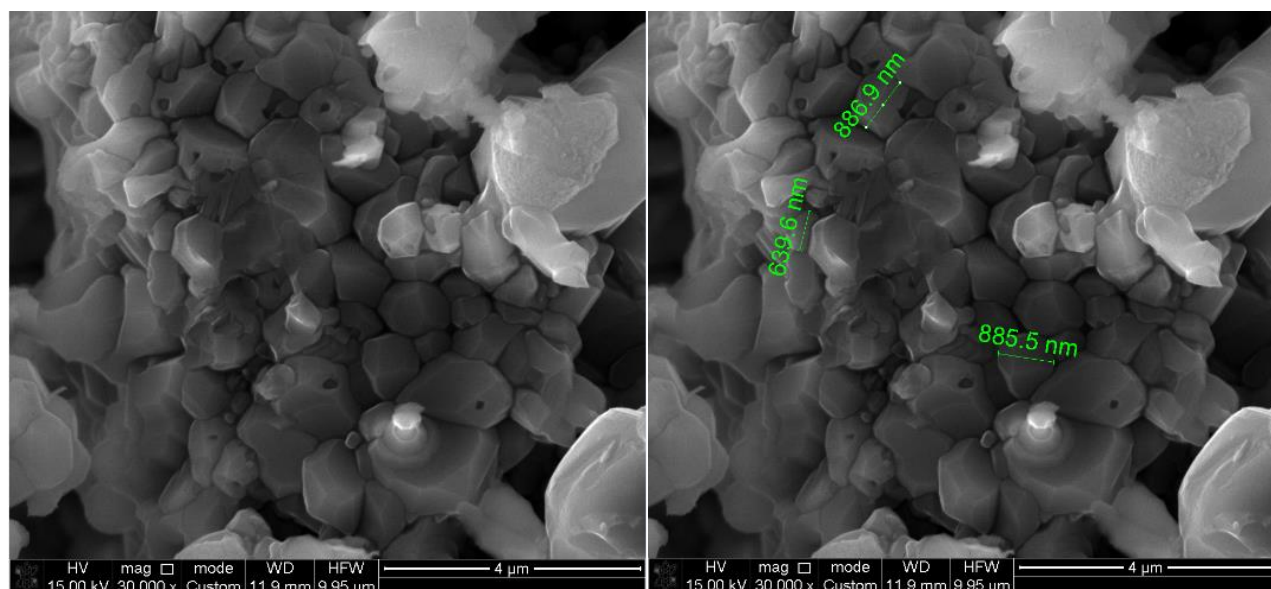


16 Сурет - Al-SiO₂-C жүйесінің энергетикалық дисперсиялық рентгендік спектрлік микроанализінің нәтижелері

18, 19 суреттен Al-SiO₂-C СЭМ бейнесін көрсетілген.



18 Сурет – 1-ші үлгінің СЭМ бейнесі



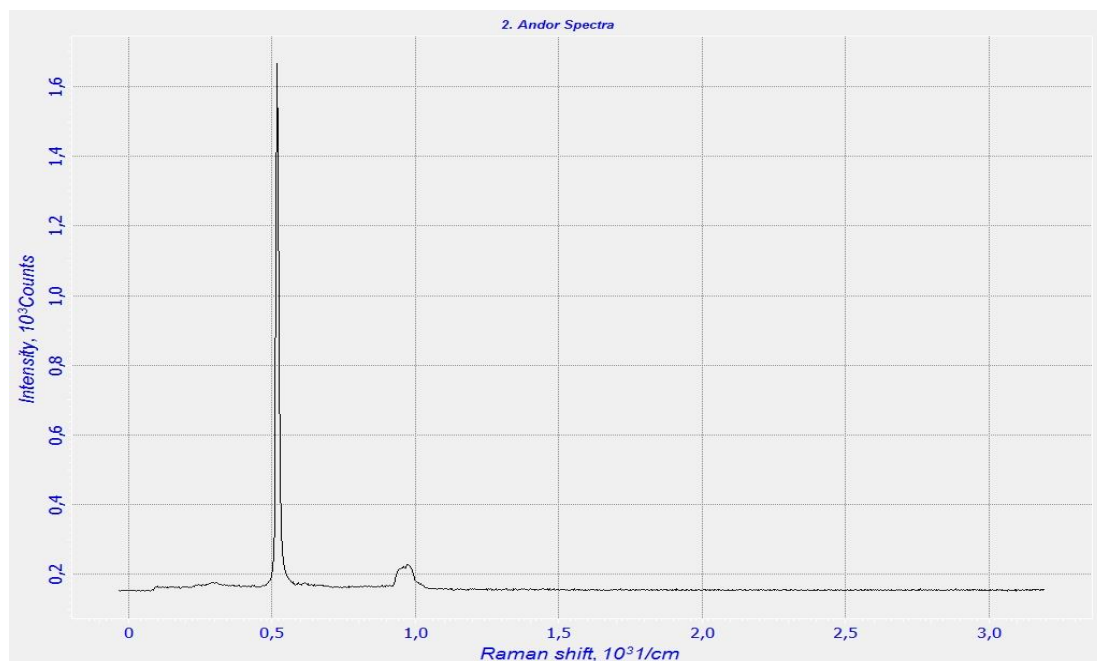
19 Сурет – 2-ші үлгінің СЭМ бейнесі

СЭМ нәтижелерінен біздің үлгіміз түйіршікті құрылымға ие екенін дәлелденді, өскіннің пайда болу теориясы тексерілді және 200 нм өлшемді екенін бақылай аламыз. СЭМ бейнелерінен дәндердің шекарасы анық көрсетілген.

3.3 Үлгінің рентгендік құрылымдық талдауы

Рентгендік құрылымды талдаудың міндеті - материалдың кристалды құрылымын алу.

20 суретте үлгіміздің РФА талдауын көре аламыз.

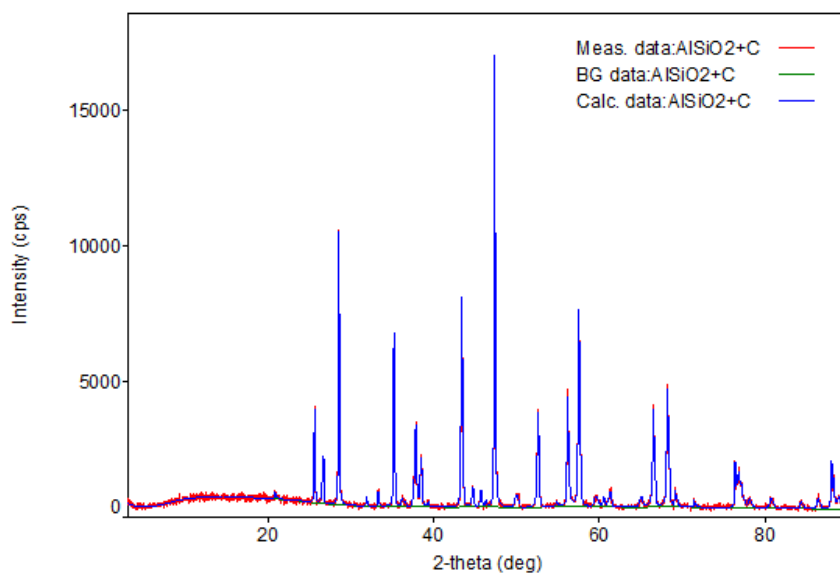


20 Сурет - Al-SiO₂-C жүйесінің РФА анализі

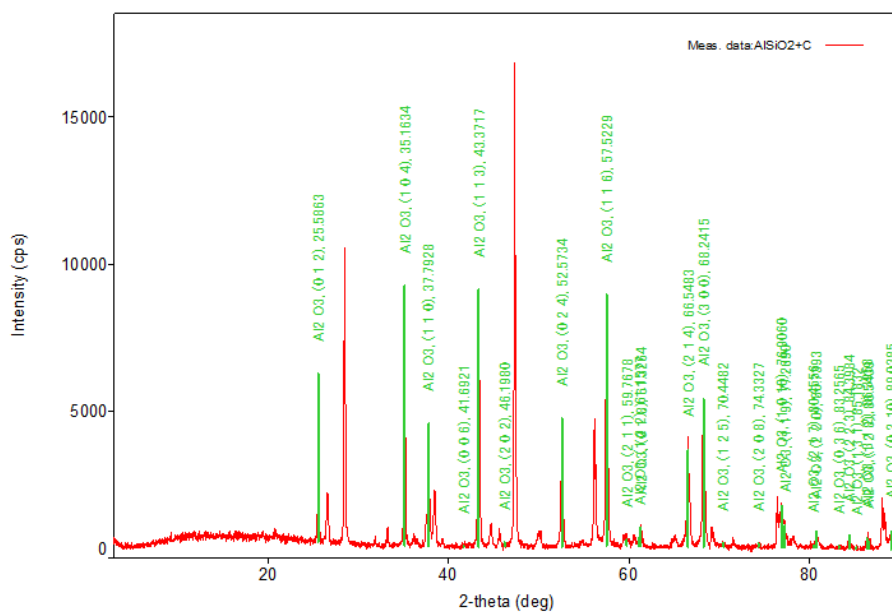
Кесте 1 – Al-SiO₂-C жүйесінің РФА нәтижелері

Массалық үлес, % Бастапқы үлгілердің құрамы		
Al	SiO ₂	C
39	56	6
Үлгілердің синтез алынған РФА нәтижесілердің мәліметтері		
Al	9	
Al ₂ O ₃	69	
SiC	5	
AlSi	16	

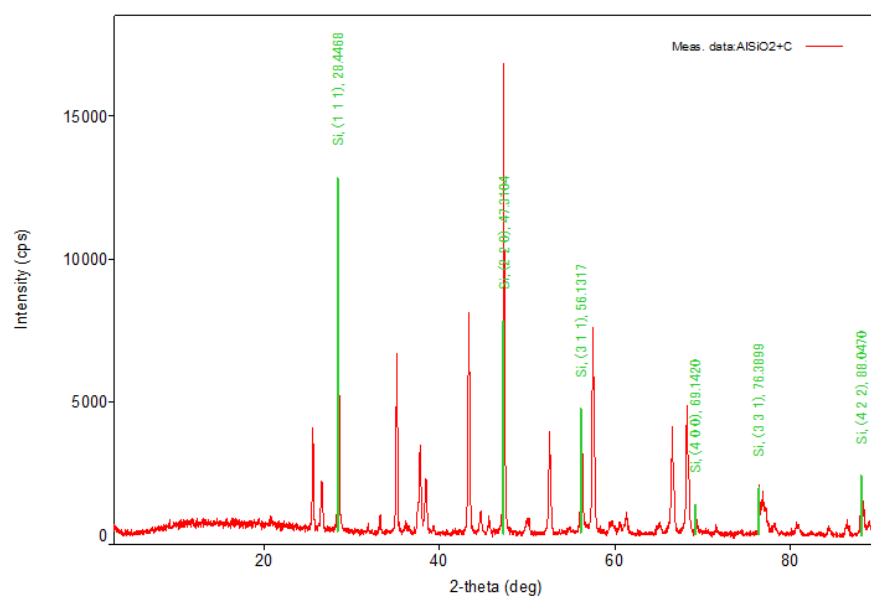
21 суретте Al-SiO₂-C жүйесінің РҚА анализінің нәтижесі көрсетілген.



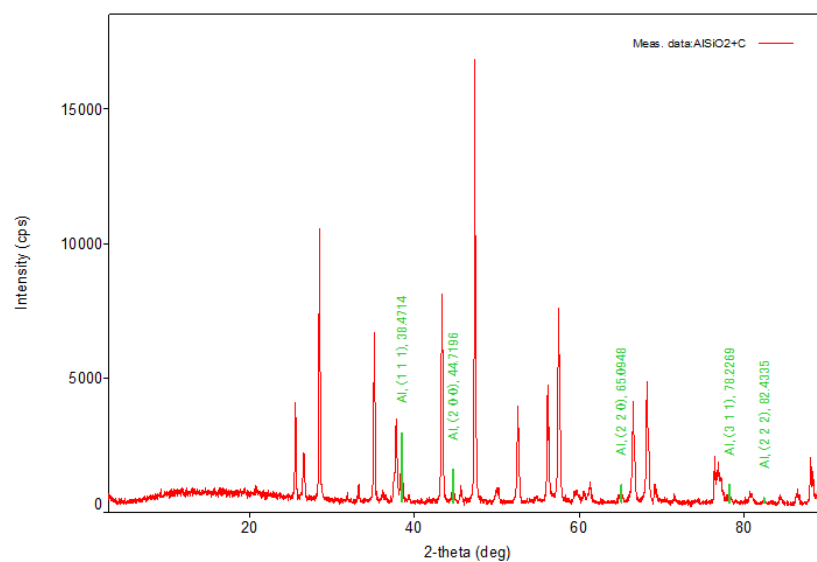
21 Сурет - Al-SiO₂-C жүйесінің РҚА анализі



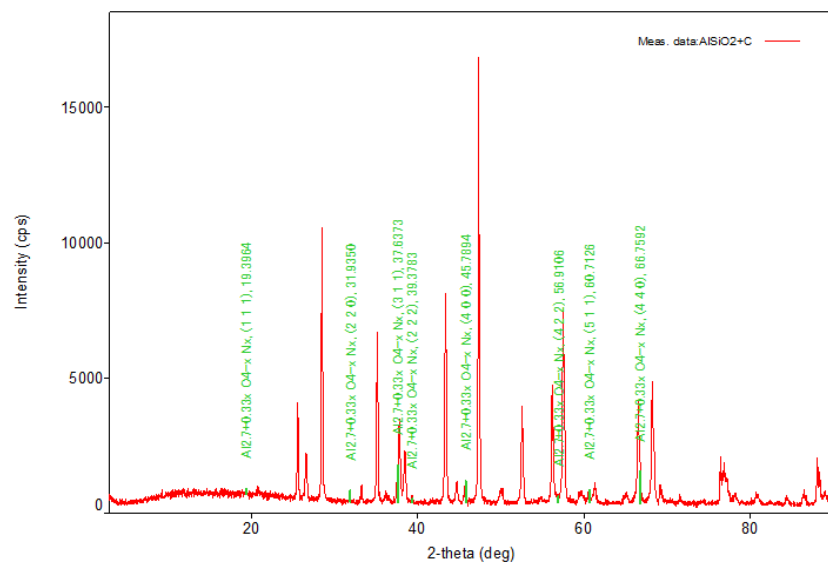
22 Сурет - Al-SiO₂-C жүйесінің РҚА анализі



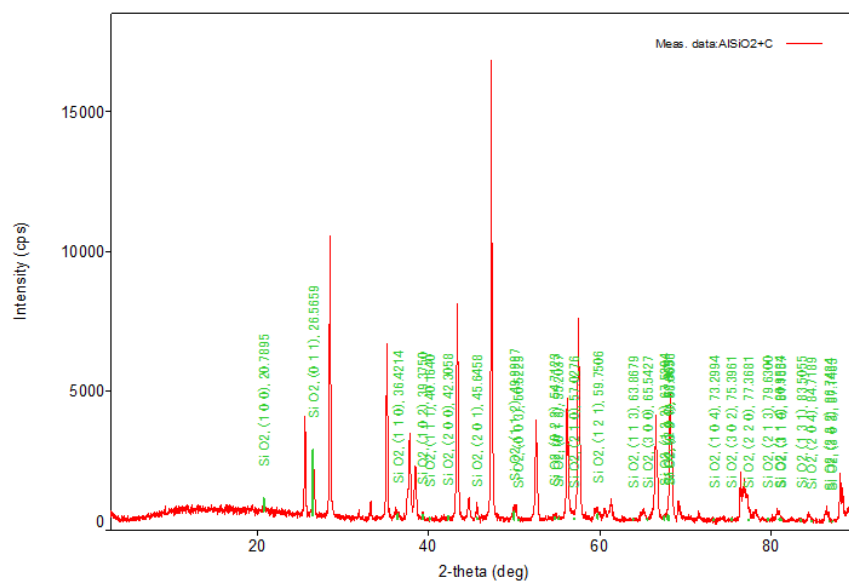
23 Сурет – Кремний фазасы



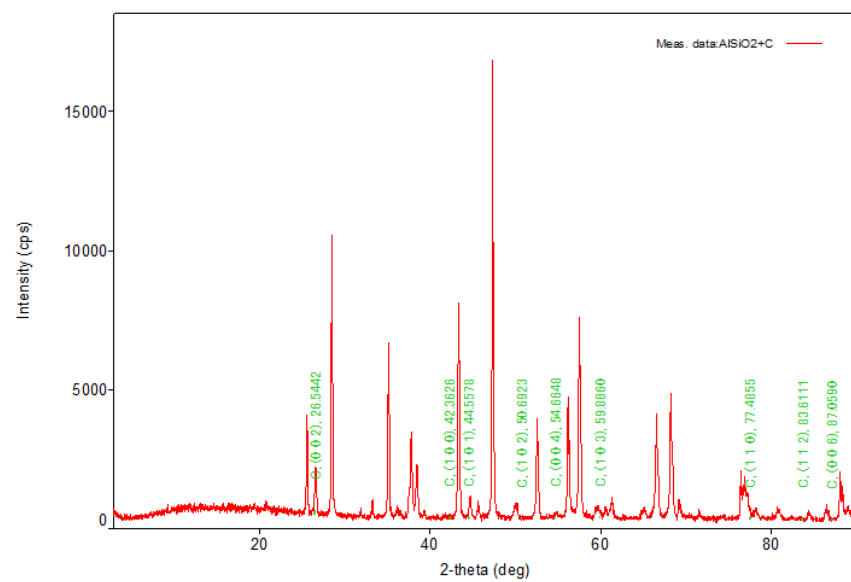
24 Сурет – Алюминий фазасы



25 Сурет - Алюминий оксид нитридінің фазасы



26 Сурет - альфа-SiO₂, Кварц альфа фазасы



27 Сурет – Графит фазасы

	Шыңдар тізімі		
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)
1	20.781(18)	4.271(4)	197(40)
2	23.76(8)	3.741(13)	28(15)
3	25.589(7)	3.4784(10)	2692(150)
4	26.635(11)	3.3441(14)	1230(101)
5	28.503(3)	3.1290(3)	8034(259)
6	31.878(10)	2.8050(9)	296(50)
7	33.290(5)	2.6892(4)	417(59)
8	35.174(4)	2.5493(3)	5021(205)
9	36.11(6)	2.485(4)	157(36)
10	36.52(5)	2.458(3)	110(30)
11	37.59(3)	2.3909(17)	735(78)
12	37.807(7)	2.3777(4)	1882(125)
13	38.460(11)	2.3387(7)	1293(104)
14	39.335(15)	2.2887(9)	135(34)
15	43.364(4)	2.0850(2)	6460(232)
16	44.742(19)	2.0239(8)	517(66)
17	45.692(6)	1.9840(2)	486(64)
18	46.281	1.9601	73.5544
19	47.329(2)	1.91910(9)	16666(373)
20	49.98(4)	1.8235(12)	332(53)
21	52.568(5)	1.73954(15)	2970(157)
22	54.83(5)	1.6729(15)	125(32)
23	56.175(6)	1.63607(16)	3610(173)
24	57.510(4)	1.60122(9)	6384(231)
25	59.52(5)	1.5520(11)	248(45)
26	60.538(18)	1.5282(4)	342(53)
27	61.350(8)	1.50990(17)	401(58)
28	65.105(11)	1.4316(2)	276(48)
29	66.526(5)	1.40442(9)	3251(165)
30	68.225(5)	1.37353(8)	3962(182)
31	69.177(16)	1.3569(3)	576(69)
32	71.47(2)	1.3189(3)	257(46)
33	76.422(6)	1.24531(8)	1584(115)
34	76.894(11)	1.23883(15)	1060(94)
35	77.238(15)	1.2342(2)	416(59)

Кесте 1 – Үлгілердің шыңдар тізімі.

Кесте 3 – Кристаллиттердің мөлшері және кристалдық тордың деформациясы, Уильямсон - Холл Әдісі

Phase name	Crystallite size(A)	Strain(%)
Corundum.	258(51)	0.000000
Silicon. svn	619(61)	0.05(3)
Aluminum.	414(65)	0.12(4)
Aluminum	153(17)	0.000000
alpha-Si O2.	283(24)	0.0(2)
Graphite	373(160)	0.18(15)

Сандық талдау нәтижелері

Кесте 4 – Тор туралы ақпарат

Phase name	a(A)	b(A)	c(A)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(A^3)
Corundum	4.757533	4.757533	12.988461	90.000000	90.000000	120.000000	254.596
Silicon,	5.427006	5.427006	5.427006	90.000000	90.000000	90.000000	159.838
Aluminum	4.050928	4.050928	4.050928	90.000000	90.000000	90.000000	66.4757
Aluminum	7.939880	7.939880	7.939880	90.000000	90.000000	90.000000	500.543
alpha-Si	4.928539	4.928539	5.396320	90.000000	90.000000	120.000000	113.517
Graphite	2.468376	2.468376	6.689101	90.000000	90.000000	120.000000	35.2956

ҚОРЫТЫНДЫ

Al-SiO₂-C жүйесіндегі композиттерді алу үшін ӨЖС әдісі арқылы синтезделді, содан соң үлгімізге жоғары қысымды преске 4 МПа қысым түсіру арқылы дайындалып, инертті ортада 850 - 870 °С жоғары температуралық реакторда жандыру арқылы отқатөзімді материал алынды. РФА анализінен алюминий массалық үлесі артқан сайын, материалымыздың жану температурасы өскенін бақыладық және үлгінің құрамын анықтадық. Электронды сканерлеуші микроскоппен зерттеу барысында үлгі кристалдарымыздың өлшемдері алынды.

Зерттеулер кремний карбиді мен алюминий тотығы негізінде отқа төзімді керамикалық материалдар алу үшін ӨЖС процесін қолданудың жоғары тиімділігін көрсетті.

ПАЙДАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

- 1 Батаев А.А., Батаев В.А. Композиционные материалы // Строение, получение, применение. – Новосибирск, 2002, – С. 9-12.
- 2 БРЫТКОВ Е.В. МЕХАНИКА КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ // Балт. гос. техн. ун-т. – СПб., 2021, – С. 66.
- 3 Сычев А.Е., Мержанов А.Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез наноматериалов. Успехи химии. Том 73, № 2, РАН, 2004 г, – С. 157-158.
- 4 Гаспарян А.Г., Штейнберг А.С. Макрокинетика взаимодействия и тепловой взрыв в смесях порошков Ni и Al // Физика горения и взрыва. – 2008. – №3. – С. 67-74.
- 5 Oskotskaya E.R., Gribov E.N. // XX Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry. V. 4: Abstracts. Ekaterinburg: Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 2016, – С. 366.
- 6 Рабо Дж. Химия цеолитов и катализ на цеолитах. Т. 1. М.: Мир, 1980, – С. 506.
- 7 Ruren Xu, Wenqin Pang, Jihong Yu and etc. Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials: Synthesis and Structure. Singapore: John Wiley & Sons (Asia), 2007, – С. 679.
- 8 Чижев Р. В., Кожухова Н. И., Строкова В. В., Жерновский И. В. Алумосиликатные бесклинкерные вяжущие и области их использования // Вестник БГТУ им. В. Г. Шухова, 2016, № 4. С. 6–10.
- 9 Мержанов А.Г., Озерковская Н.И., Шкадинский К.Г. Тепловой взрыв как технологический прием высокотемпературного синтеза в неорганических системах. Успехи химии, 2003, – Т. 72, № 4, – С. 323- 345.
- 10 Лухнева О.Л., Чикин А.Ю. // Водоочистка. Водоподготовка. Водоснабжение, 2010, № 10 (34), – С. 16.
- 11 Marlo M., Milman V. Density-functional study of bulk and surface properties of titanium nitride using different exchange-correlation functionals // Physical Review B. – 2000. – Т. 62. – № 4, – С. 289.
- 12 Т.Ф. Кунецова, С.И. Еременко. Синтез мезопористого алумосиликатов с различным соотношением $Al_2O_3: SiO_2$ осаждением гидроксидов на супрамолекулярном темпелате. Новосибирск: Из-во СО РАН – С. 69-73. (2014)
- 13 Chun-Ying P. et al. Elastic and thermodynamic properties of vanadium nitride under pressure and the effect of metallic bonding on its hardness // Chinese physics B. – 2013, – Т. 23, – № 2, – С. 26.
- 14 Подболотов К.Б., Дятлова Е.М. Процессы фазо-и структурообразования при СВС в системе $Al-MgCO_3-SiO_2-C$ «Стекло и керамика» 2009, №9, – С. 29-33.
- 15 Misiolek W., German R.M. Reactive sintering and reactive hot isostatic compaction of aluminide matrix composites // Mater sci.eng. – 1991. – Vol.144. –С. 1-10.

16 Киселева Т.Ю., Новакова А.А., Талако Т.Л., Григорьева Т.Ф., Фалкова А.Н. Получение нанокompозита $\text{Fe}_{0,7-x}\text{Cr}_x\text{Al}_{0,3}$ ($x=0-0,2$)/ Al_2O_3 методом СВС механоактивированных смесей $\text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Fe} + \text{Al}$ «Неорганические материалы» 2009, том 45, №7, – С. 892-896.

17 Дубнов Л.В., Бахаревич Н.С., Романов А.И. Промышленные взрывчатые вещества. – М.: Недра, 1988, – С. 420.

18 Deevi S.C. Diffusional reactions in the combustion synthesis of MoSi_2 // Mater.Sci.eng. – 2013. – Vol.15. – С. 241-251.

19 Косолапова Т.Я., Андреева Т.В., Бортницкая Т.С. и др. Неметаллические тугоплавкие соединения. – М.: Metallurgy, – 1985, – С. 224.

20 Borovinskaya I. P., Loryan V. E., Zakorzhevsky V. V. Combustion synthesis of nitrides for development of ceramic materials of new generation // Nitride Ceramics: Combustion Synthesis, Properties, and Applications / A. Gromov, L. Chukhlomina (Eds). — Wiley-VCH Verlag GmbH, 2014.

21 Абдулкаримова Р.Г., Алипбаев А.Н., Мансуров З.А., Казаков Ю.В., Зарко В.Е. Магний диборидін жарылғыш затпен арқылы жарылыстық синтездеу әдісі // Проблемы технологического горения: сб. тр. конф. студентов и молодых ученых, посвященной 85-летию со дня рождения А.Г. Мержанова, – Алматы, 2016, – С. 51-53.

22 Абдулкаримова Р.Г., Алипбаев А.Н., Мансуров З.А., Фоменко С.М., Зарко В.Е. Механикалық активтеудің магний мен бор қоспасын әсері және магний диборидін жылулық жарылыс арқылы синтездеу // Промышленность Казахстана, – 2015, – №6, – С. 60-61.

23 Громов А. А., Хабас Т. А., Ильин А. П. и др. Горение нанопорошков металлов. — Томск: Дельтаплан, (2011)

24 Косолапова Т.Я., Андреева Т.В., Бортницкая Т.С. и др. Неметаллические тугоплавкие соединения. – М.: Metallurgy, – 1985, – С. 224.

25 Гаршин А. П., Гропянов В. М., Зайцев Г. П. Технология силикатных и тугоплавких не металлических материалов // Химическая технология и техническая керамика. — М., (2003)

26 Carr A.J., Korgul P. Investigation of the synthesis of nickel aluminides through gasless combustion // J. Mater Sci. – 200, Vol.2. – С. 159-169.

27 Munir Z.A., Holt J.B. Investigation of the synthesis of nickel aluminides through gasless combustion // J.Mater.sci. – 2009, – Vol.22, – С 157-165.

28 Wang L.L., Murir Z.A. The combustion synthesis of copper aluminides // Metallurg. Trans, – 1998, – Vol.21, – С. 568-577.

ПІКІР

студент Жанаева Гулназ Бекболатқызы

Мамандығы: 5B072300 – техникалық физика

Дипломдық жұмыстың тақырыбы: «Al-SiO₂-C жүйесіндегі ӨЖС композиттерінің құрылымы»

Дипломдық жұмыстың және ескертулердің өзектілігі

Дипломдық жұмыстың нақты құрылымы бар, кіріспеден, үш тараудан және қорытындыдан тұрады. Кіріспеде студент жұмыстың мақсатын айқындайды, жүргізілген зерттеулердің өзектілігі мен оның маңыздылығын ашып көрсетеді. Соңғы жылдардағы мәліметтерге сүйеніп отырып, ӨЖС әдісімен кремний оксиді негізінде композициялық материалдарды алу технологиясын қарастырған.

Екінші тарау тәжірибелік бөлімді қамтиды. Бұл тарау, әдеби шолуда айтылғандай ӨЖС процесінің қалай жүзеге асатыны көрсетілген. Студент алғашқы материалдарды алудан бастап, әр түрлі тәжірибиелік зерттеулер жүргізіп, қазіргі таңдағы қондырғылармен жұмыс жасауды үйренген. ӨЖС әдісімен Al мен SiO₂ және көміртек қоса отырып композициялық материалдар алынған. Жұмыстың соңғы үшінші тарауында жасалған зерттеу нәтижелері толықтай көрсетілген.

Ескерту:

Дипломдық жұмысты бағалау

Менің ойымша, Жанаева Г.Б. «Al-SiO₂-C жүйесіндегі ӨЖС композиттерінің құрылымы» тақырыбындағы дипломдық жұмысы 95% -ға(А) бағалануы мүмкін. Ал Жанаева Г.Б. 5B072300 – техникалық физика мамандығы бойынша "бакалавр" академиялық дәрежесін беру керек деп ойлаймын.

Сатбаев университетінің,
сениор-лектор, PhD докторы



Алипбаев А.Н.

**Университеттің жүйе администраторы мен Академиялық мәселелер департаменті
директорының ұқсастық есебіне талдау хаттамасы**

Жүйе администраторы мен Академиялық мәселелер департаментінің директоры көрсетілген еңбекке қатысты дайындалған Плагиаттың алдын алу және анықтау жүйесінің толық ұқсастық есебімен танысқанын мәлімдейді:

Автор: Жанаева Гүлназ Бекболатқызы

Тақырыбы: Al-SiO₂-C жүйесіндегі ӨЖС композиттерінің құрылымы

Жетекшісі: Аманбол Алипбаев

1-ұқсастық коэффициенті (30): 6.2

2-ұқсастық коэффициенті (5): 2.4

Дәйексөз (35): 0.3

Өріптерді ауыстыру: 17

Аралықтар: 0

Шағын кеңістіктер: 6

Ақ белгілер: 13

Ұқсастық есебін талдай отырып, Жүйе администраторы мен Академиялық мәселелер департаментінің директоры келесі шешімдерді мәлімдейді :

☒ Ғылыми еңбекте табылған ұқсастықтар плагиат болып есептелмейді. Осыған байланысты жұмыс өз бетінше жазылған болып санала отырып, қорғауға жіберіледі.

☐ Осы жұмыстағы ұқсастықтар плагиат болып есептелмейді, бірақ олардың шамадан тыс көптігі еңбектің құндылығына және автордың ғылыми жұмысты өзі жазғанына қатысты күмән тудырады. Осыған байланысты ұқсастықтарды шектеу мақсатында жұмыс қайта өңдеуге жіберілсін.

☐ Еңбекте анықталған ұқсастықтар жосықсыз және плагиаттың белгілері болып саналады немесе мәтіндері қасақана бұрмаланып плагиат белгілері жасырылған. Осыған байланысты жұмыс қорғауға жіберілмейді.

Негіздеме:

Күні 01.06.2022

Кафедра меңгерушісі



РЕЦЕНЗИЯ

48