

В результате получили волокна различной структуры, представленные на рис.1. Исследование структуры проводилось на инвертируемом микроскопе Olympus GX-71.

Следует отметить: чем больше концентрация раствора и меньше температура отжига, тем более хрупкими получились волокна. Оптимальными условиями приготовления прочных вискероов являются: концентрация пропитывающего раствора 300 г/дм<sup>3</sup> (по сумме оксидов циркония и иттрия) и температура отжига 1700°C.

Таким образом, метод пропитки нетканого вискозного материала растворами нитратов циркония и иттрия позволяет получать керамические волокна высокой прочности.

1. Михеев С.В. Керамические и композиционные материалы в авиационной технике. М.: Альтекс, 2002.

## ОСОБЕННОСТИ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ВЫСОКОЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

Касильюнас А.В.<sup>1</sup>, Медведевских М.Ю.<sup>1</sup>, Сергеева А.С.<sup>1</sup>,  
Чувилина Е.Л.<sup>2</sup>, Арзманова А.Б.<sup>2</sup>

<sup>1)</sup> УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»,  
Россия, г. Екатеринбург

<sup>2)</sup> ООО «ЛАНХИТ», Россия, г. Москва  
E-mail: [kasilyunasav@uniim.ru](mailto:kasilyunasav@uniim.ru)

## FEATURES OF THE SELECTION OF HIGH-PURITY MATERIALS

Kasilyunas A.V.<sup>1</sup>, Medvedevskikh M.Yu.<sup>1</sup>, Sergeeva A.S.<sup>1</sup>,  
Chuvilina E.L.<sup>2</sup>, Arzmanova A.B.<sup>2</sup>

<sup>1)</sup> UNIIM – branch of FGUP "VNIIM im. D. I. Mendeleev», Russia, Yekaterinburg

<sup>2)</sup> LLC "LANHIT", Russia, Moscow

The results of the development of a method for measuring the water content in high-purity lead bromide are obtained. The measurements were carried out using methods of thermogravimetric analysis with mass spectrometric detection, coulometric Karl Fischer titration with a oven.

В последние несколько лет во всем мире ведутся интенсивные исследования по синтезу нанокристаллов перовскита типа CsPbX<sub>3</sub> для фотолюминесценции. Эти соединения считаются перспективными для массового производства солнечных батарей, покрывающих не только крыши, но и стены зданий. В качестве исходных веществ используют галогениды свинца, к которым предъявляют достаточно высокие требования не только по чистоте, но и по содержанию воды. ООО

«ЛАНХИТ» производит хлорид, бромид и иодид свинца чистотой от 99,995 % до 99,999 % в виде безводного порошка (с содержанием воды не более 500 ppm) и ультра сухих кристаллов и гранул (не более 100 ppm). Остаточное содержание  $H_2O$ ,  $OH^-$  и  $O_2$ - рассчитывается по весу нелетучего остатка (в данном случае  $PbO$ ) после отгонки летучего галогенида, что может являться значительным. Других надежных методик определения остаточной воды в безводных и ультра сухих веществах не имеется. Настоящая работа посвящена разработке методики измерений содержания воды в бромиде свинца.

Измерения массовой доли воды были выполнены на Государственном первичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017, хранителем которого является ФГУП «УНИИМ»: эталонной установке на основе кулонометрического титрования по методу Карла Фишера с печью (установка сКФ), эталонной установке на основе термогравиметрического анализа с масс-спектрометрическим детектированием (установка TGA/МС) [1].

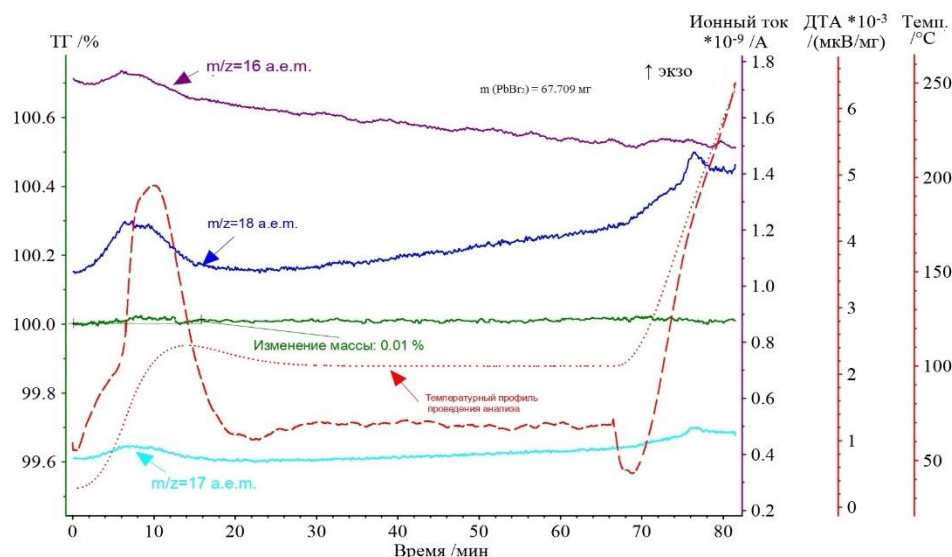


Рис. 1. – Термограмма бромида свинца

Измерения на установке TGA/МС проводили с целью проверки извлекаемой из материала при нагревании парогазовой смеси (для правильного выбора температуры сушки необходимо отсутствие отличных от воды летучих компонентов). Термограмма представлена на рисунке. Классический метод Фишера неприменим, поскольку бромид свинца достаточно трудно перевести в раствор, пригодный для проведения окислительно-восстановительной реакции, характерной для данного метода.

После экспериментального подтверждения отсутствия выхода отличных от воды летучих компонентов при нагреве была использована печь на установке сКФ с последующим кулонометрическим титрованием методом Фишера парогазовой смеси, выделяемой из бромида свинца. Массовая доля воды в бромиде свинца в

форме гранул составила  $(0,00373 \pm 0,00045)$  %, в форме порошка -  $(0,0114 \pm 0,0031)$  %.

Полученные результаты коррелируются с определением воды в  $PbBr_2$  по нелетучему остатку, однако их следует считать более точными. Применение разработанного подхода позволило проводить анализ содержания воды, что является критичным показателем качества высокочистых материалов, осуществлять идентификацию выделяющихся при нагревании соединений, устанавливать параметры высушивания при дальнейшей работе с материалом.

Работа будет продолжена в направлении расширения спектра анализируемых соединений.

1. Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П., Сергеева А.С., Шохина О.С. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 6. С. 63-69

## THE MAGNESIA CASTABLES DEVELOPMENT FOR LINING THE STEEL LADLE A SLAG BELT

Khafizova A.R.<sup>1</sup>, Zemlyanoi K.G.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>) Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Ekaterinburg, Russia  
E-mail: [khafizova.alina@urfu.ru](mailto:khafizova.alina@urfu.ru)

This article is devoted to the magnesia concrete developing possibility study based on hydraulic binders for the ferrous metallurgy steel ladles lining. The study objectives were to investigate the magnesia castables obtaining experience based on MgO and high-alumina cement.

Taking into account the latest achievements in the field of refractory products production, the researchers set themselves the task of developing highly magnesian self-flowing concrete [1-3]. The periclase concrete development and implementation can reduce the time, labor and material costs for repairs and increase the steel ladle slag belt durability, which will reduce the steelmaking cost [4].

The starting materials used for the magnesia concrete development were: fused periclase produced by Magnesite Group, high alumina cement, rheological additives.

The study proved the possibility of using periclase raw materials as a filler for the low-cement magnesia concrete production on hydraulic binders. To obtain the necessary information about the studied refractory concrete, the mixture consistency, open porosity, apparent density and mechanical strength were determined. Periclase hydration control was carried out according to the results of quantitative x-ray phase analysis. During the study of the obtaining magnesia castables possibility, the initial periclase powders hydration was checked to exclude the possibility of their hydration, and, as a consequence, the  $Mg(OH)_2$  phase formation in the structure of the material.