

ИССЛЕДОВАНИЕ АДсорбЦИОННЫХ СВОЙСТВ γ – Al_2O_3 , ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ ВАКУУМНОГО РАСПЫЛЕНИЯ

ХРУСТАЛЕВА К.А.

Томский политехнический университет, г. Томск, 635050, пр. Ленина, 30

E-mail: k.khrustaleva@gmail.com

INVESTIGATION OF ADSORPTION PROPERTIES OF γ – Al_2O_3 PRODUCED BY VACUUM SPRAY METHOD

KHRUSTALEVA K.A.

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: k.khrustaleva@gmail.com

Abstract. γ – Al_2O_3 powders obtained by vacuum spray method were studied. The influence of temperature treatment on phase composition, surface morphology and specific surface were studied. Adsorptive properties of these powders were determined. It has been found that the powders obtained by vacuum spray method have significant capacity to adsorb anionic dye eosin.

Введение

Порошки оксида алюминия и систем на его основе нашли применение во многих сферах, таких как производство керамики с добавками нанопорошков, сорбентов и катализаторов [1-3]. Структура и свойства данных порошков обуславливают их необычные свойства: механические, физико-химические, проявляющиеся как индивидуально, так и при взаимодействии с другими веществами.

В настоящее время очень перспективно направление поиска и разработки новых сорбентов с электроположительным зарядом поверхности для сорбции микроорганизмов и вирусов [4]. Активный оксид алюминия (γ – Al_2O_3) является перспективным материалом для использования его в качестве сорбента. Целью данной работы является изучение адсорбционных свойств оксида алюминия, полученного методом вакуумного распыления.

Экспериментальные методики

1. Получение γ – Al_2O_3

Получение активного оксида алюминия проводили методом распылительной сушки с помощью аппарата NanoSprayDryerB-90 (Швейцария) и параллельно химическим осаждением (для сравнения). Получившийся продукт подвергали термообработке 4 ч при температурах 550 °С, 600 °С, 700 °С.

Фазовый состав образцов исследовался с помощью рентгеновского дифрактометра XRD - 7000S Shimadzu (Япония). Исследование морфологии полученных образцов проводилось на растровом микроскопе «NeoScoreJCM-6000», просвечивающем микроскопе «JEM-2100F». Определение удельной поверхности образцов проводилось методом тепловой десорбции газов с помощью прибора «Sorbi®-M». Распределение частиц по размерам изучено методом лазерной дифракции на анализаторе SALD-7101 в дистиллированной воде и изопропиловом спирте.

2. Изучение сорбционных свойств

При изучении адсорбционных свойств оксида алюминия использовался статический метод сорбции из растворов. Адсорбцию проводили при комнатной тем-

пературе. В качестве модельного адсорбата был выбран анионный краситель эозин ($C_{20}H_6O_5Br_4K_2$). Исходную и равновесную концентрации адсорбатов определяли фотометрически с использованием спектрофотометра (Pd Spectrophotometer, Япония) при длине волны 490 нм, соответствующей максимуму поглощения [5].

Обсуждение результатов

В работе была получена серия образцов в виде порошков, данные о фазовом составе которых приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Параметры и характеристики полученных образцов

№ образца	Метод получения	Т отжига, °С	Размер ОКР, нм	Фазовый состав
1	Распылительная сушка	550	9,48	$\gamma - Al_2O_3$
2	Химическое осаждение	550	9,49	
3	Распылительная сушка	600	9,49	
4	Химическое осаждение	600	9,49	
5	Распылительная сушка	700	9,19	
6	Химическое осаждение	700	9,46	

Из данных таблицы 1 очевидно, что все образцы представляют собой $\gamma - Al_2O_3$, а размер ОКР примерно равен для порошков, полученных разными методами.

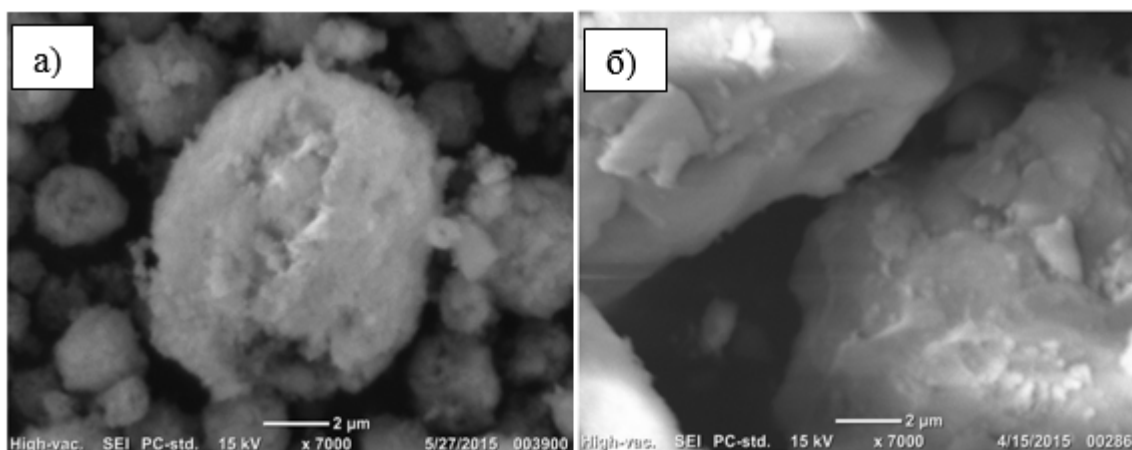


Рисунок 1 – СЭМ - изображения частиц порошка: а - полученного методом вакуумного распыления (термообработка при 550 °С); б - полученного методом химического осаждения (термообработка при 550 °С)

На рисунке 1, а изображены частицы порошка, полученного на распылительной сушке. Частицы имеют форму близкую к сферической и рыхлую поверхность, частицы агломерированы, размер агломератов находится в интервале 0,5 – 3 мкм. Частицы, полученные методом химического осаждения (рис.1, б) характеризуются неправильной геометрической формой и выглядят более плотными по сравнению с частицами, полученными вакуумным распылением, частицы значительно агломерированы, размер агломератов выше по сравнению с частицами, полученными на распылительной сушке.

В таблице 2 приведено значение удельной поверхности полученных образцов.

Таблица 2 - Величина удельной поверхности образцов

Вакуумная распылительная сушка			Химическое осаждение		
№	T, °C	S, м ² /г	№	T, °C	S, м ² /г
1	550	216	2	550	204
3	600	177	4	600	200
5	700	161	6	700	158

Образцы, полученные как распылительной сушкой, так и химическим осаждением характеризуются значительной удельной поверхностью. С ростом температуры прокаливания величина удельной поверхности убывает вследствие кристаллизации порошков.

На рисунке 2 приведено распределения частиц по размерам для порошка, полученного на распылительной сушке (рис.2, а) и химическим осаждением (рис.2, б). Распределения носят мономодальный характер. Из данного распределения был определен средний диаметр частиц порошка, а также модальный диаметр (диаметр преобладающей фракции), данные приведены в таблице 3.

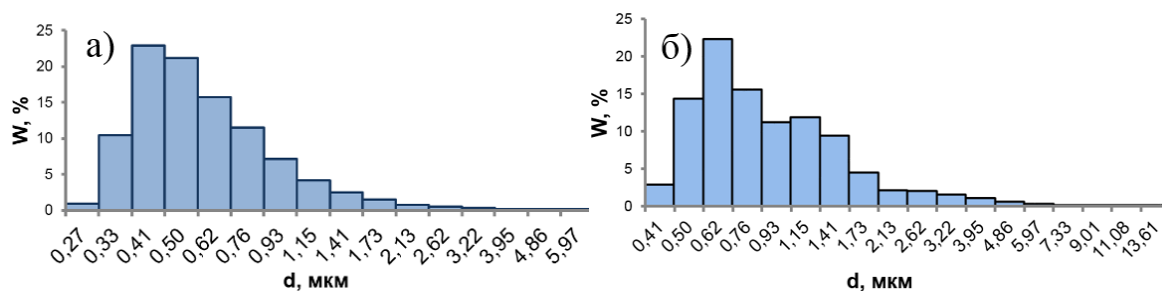


Рисунок 2 - Гистограммы распределения частиц по размерам: а – образец, полученный на распылительной сушке (термообработка при 600 °C); б – образец, полученный методом химического осаждения (термообработка при 600 °C)

Таблица 3 – Результаты гранулометрического анализа

Распылительная сушка		Химическое осаждение	
d _{ср} , мкм	3,96	d _{ср} , мкм	2,60
d _{мод} , мкм	0,63	d _{мод} , мкм	0,41

Метод лазерной дифракции определяет размер агломератов, модальный размер частиц может быть преувеличен. Даже использование ультразвуковой обработки не позволяет добиться полной деагломерации частиц.

Все синтезированные образцы оксида алюминия адсорбируют краситель эозин из водного раствора.

Из рисунка 3, а видно, что образцы, полученные на распылительной сушке и прокаленные при температуре 550 и 700 °C, адсорбируют большее количество эозина (C₀=4мг/л), чем аналогичные образцы, полученные химическим осаждением. Наибольшую величину адсорбции показывает образец, полученный на распылительной сушке с термообработкой 700°C.

При C₀ = 8 мг/л образцы, полученные на распылительной сушке и прокаленные при температуре 550 и 600 °C, адсорбируют большее количество эозина, чем аналогичные образцы, полученные химическим осаждением (рис.3, б). Наибольшую

величину адсорбции показывает образец, полученный химическим осаждением с термообработкой 700°C.

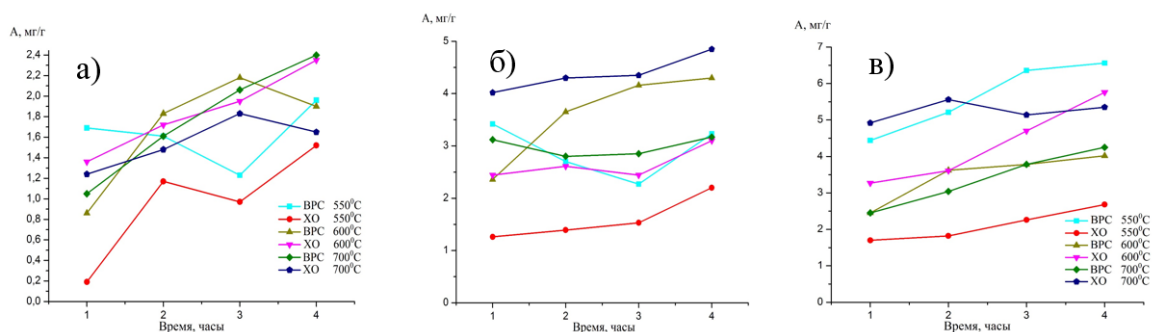


Рисунок 3 – зависимость величины адсорбции озона от времени: а – C_0 озона 4 мг/л; б – C_0 озона 8 мг/л; в – C_0 озона 12 мг/л

Образцы, полученные химическим осаждением имеют большое значение адсорбции при $C_0 = 12$ мг/л. Однако, образец, полученный распылительной сушкой и прошедший термообработку при 550 °С показывает наибольшее значение адсорбции из всех исследованных образцов.

Образец, полученный распылительной сушкой и прошедший термообработку при 550 °С характеризуется наибольшим значением адсорбции из всех исследованных образцов. Этот образец (№ 1) имеет и самое большое значение величины удельной поверхности – 216 м²/г.

Выводы

1. Методом вакуумного распыления получены образцы порошков $\gamma - Al_2O_3$ с удельной поверхностью от 161 до 216 м²/г.
2. С увеличением температуры прокалики от 550-700 °С происходит укрупнение частиц порошка, и как следствие, уменьшение удельной поверхности образцов.
3. Образцы обладают значительной способностью к адсорбции анионного красителя озона, что говорит о положительном заряде поверхности частиц порошка.
4. Образец № 1 характеризуется наибольшим значением адсорбции.

Список литературы

1. Способ получения активного оксида алюминия: патент Рос. Федерации № 2259232; опубл. 27.08.2005, Бюл №3.
2. Способ получения пористого оксида алюминия: патент США №3664970 B01J 23/50, B01J 23/66; опубл. 05.23.1972.
3. Способ получения активного оксида алюминия: патент Рос. Федерации № 2473468; заявл. 31.05.2011; опубл. 27.01.2013, Бюл №3.
4. The adsorption of microorganisms on fibrous sorbent with pseudoboehmite particles. Lozhkomoev A.S., Glazkova E.A., O, Svarovskaya N. // Modern problem of science and education, №2, 2013
5. Галанов А.И. Юрмазова Т.А. Исследование механизма адсорбции противоопухолевых лекарств на железокарбидных наночастицах // Известия Томского политехнического. - 2010. - №3. - С. 29-33.