

МОДИФИЦИРОВАННЫЙ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ Al_2O_3

Л. Сметанина

lyuba.smetanina@mail.ru

Научный руководитель: Воронова Г.А., доцент кафедры НМНТ ТПУ,

Введение

Оксид алюминия – амфотерный оксид [1, с. 6], имеющий множество аллотропных модификаций [2, с. 6].

Высокотемпературный α – Al_2O_3 химически инертен, негигроскопичен. Порошки корунда используются для создания абразивов, высокопрочной и огнеупорной керамики [3, с. 6].

Существует также ряд низкотемпературных модификаций оксида алюминия. Наиболее широкое применение нашла γ -модификация, в литературе называемая активным оксидом алюминия. Порошки γ – Al_2O_3 нашли применение как катализаторы [4, с. 6] и адсорбенты.

Сейчас существует много методик получения Al_2O_3 в наноструктурном состоянии: вакуумное распыление, лазерное испарение, золь-гель метод.

Актуальность

В золь-гель синтезе традиционно используются алкоксиды металлов, однако они достаточно дорогостоящие.

В данной работе представлен метод, в котором в качестве реактивов используется нитрат алюминия и яблочная кислота. Использование данных значительно уменьшает стоимость процесса получения оксида алюминия.

Цель исследования

Целью данной работы является получение оксида алюминия модифицированным золь-гель методом.

Блок – эксперимент

I. Синтез Al_2O_3

Реактивы: $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ – х. ч. порошок; $C_4H_6O_5$ – пищевой порошок.

Схема эксперимента:

1. 10 г $Al(NO_3)_3$ размешиваем в 50мл воды.
2. Добавляем 3 г яблочной кислоты.
3. Нагреваем до 80 °С в течении 3 часов.
4. Помещаем в термостат при 60 °С на сутки.
5. Нагреваем при 80 °С до образования геля.
6. Сушим в термошкафу при 60 °С в течении 2 суток.
7. Спектаем высушенные волокна при 600 °С, 700 °С, 800 °С, 900 °С со скоростью нагрева 5 °С/мин.

II. Исследование адсорбционной способности образцов

1. Подготовим 3 раствора эозина с различной концентрацией: 4 мг/л, 8 мг/л, 12 мг/л.
2. С помощью электрических весов отмерим 12 мг образца.
3. Замеряем коэффициент пропускания света $T_{исх}$ без порошка.
4. В 12 мл раствора добавим 12 мг порошка из расчета 1 мг на 1 мл.
5. Проводим измерения коэффициентов T_1 , T_2 , T_3 и T_4 через 1 час, 2 часа, 3 часа и сутки соответственно с помощью спектрофотометра (Pd Spectrophotometer, Япония) при длине волны 490 нм.
6. Подсчитываем концентрации эозина в растворе C_1 , C_2 , C_3 и C_4 через 1 час, 2 часа, 3 часа и сутки соответственно по формуле – следствию из закона Бугера–Ламберта–Бера:

$$C = C_{исх} \cdot \frac{D}{D_{исх}},$$

где D – оптическая плотность, рассчитываемая по формуле:

$$D = -\log T.$$

Обсуждение результатов

Фазовый состав, полученных образцов, а также ОКР были получены с помощью рентгенофазового анализа. Из результатов РФА следует, что порошки, прокаленные при 600 и 700 °С, представ-

ляют собой аморфный Al_2O_3 , порошки же, подвергнутые термообработке при 800 и 900 °С представляют собой $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Эксперимент по адсорбции эозина проводился в два этапа, в первом случае при помещении порошка в раствор производилось ручное перемешивание. Во втором случае мы подвергали растворы ультразвуковому воздействию.

Для первого случая (рис. 1) видно, что количество адсорбированного эозина незначительно во всех случаях. При концентрации эозина 4 мг/л и 8 мг/л большую адсорбционную способность показал образец, отожжённый при 800 °С. При концентрации эозина 12 мг/л большую адсорбционную способность показал образец, отожжённый при 700 °С.

Для второго случая (рис. 2) видно, что количество адсорбированного эозина выше, чем в эксперименте без применения ультразвука. При концентрации эозина 4мг/л, 8мг/л, 12мг/л большую адсорбционную способность показал образец, отожжённый при 900 °С.

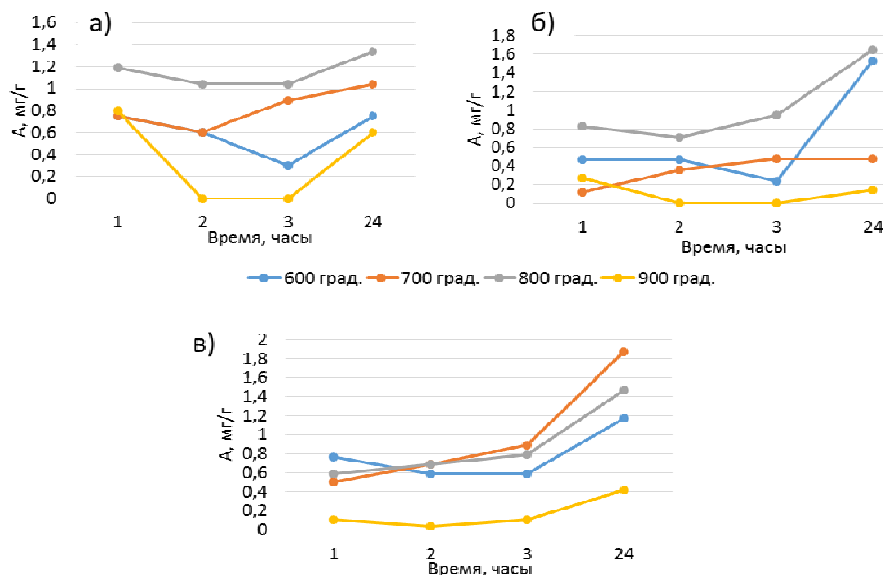


Рисунок 1. Зависимость величины адсорбции эозина от времени при: а - концентрации эозина 4 мг/л; б – при концентрации эозина 8 мг/л; в – при концентрации эозина 12 мг/л (без применения ультразвука)

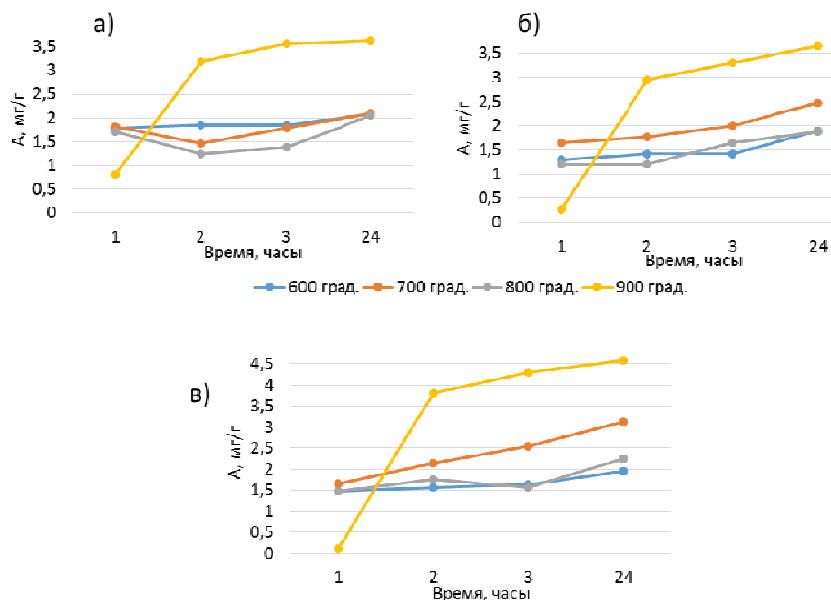


Рисунок 2. Зависимость величины адсорбции эозина от времени при: а - концентрации эозина 4 мг/л; б – при концентрации эозина 8 мг/л; в – при концентрации эозина 12 мг/л (с применением ультразвука)

Заключение

В результате проделанной работы нами были получены образцы аморфного и активного оксида алюминия, а также гамма фаза, с небольшим содержанием корунда.

Способность порошков к адсорбции эозина позволяет сделать вывод о том, что поверхность частиц порошка заряжена положительно.

Модифицированный золь-гель метод получения оксида алюминия требует большего количества времени, чем традиционный метод, но является менее дорогостоящим.

Список литературы

1. Рабинович В.А. Краткий химический справочник / В.А. Рабинович. – Ленинград : Химия, 1991. – 432 с.
2. Котов Ю.А. Характеристики нанопорошков оксида алюминия, полученных методом электрического взрыва проволоки / Ю.А. Котов, А.В. Баразеев // Российские Нано Технологии. – 2007. – № 7–8. – Т. 2. – С. 109–115.
3. Хасанов О.Л. Новые методы компактирования сухих нано- и полидисперсных порошков под ультразвуковым воздействием и коллекторным способом. Консолидация керамических наноматериалов методом SPS / О.Л. Хасанов // Томский политехнический университет. – 2010.
4. Debecker D. Genesis of active and inactive species during the preparation of MoO₃/SiO₂–Al₂O₃ metathesis catalysts via wet impregnation / D. Debecker, M. Stoyanova, U. Rodemerck, B. Su, E. Gaigneaux, Leonard // Catalysis today. – 2011. – Vol. 169. – P. 60–68.