

## ПОРОШКИ $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ , ПОЛУЧЕННЫЕ ИЗ ЦИТРАТНЫХ СУСПЕНЗИЙ НА УСТАНОВКЕ NANO SPRAY DRYER B-90

И.С. Нечкасов, А.Э. Илела

Научный руководитель – к.х.н., доцент Г.В. Лямина

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, vip.nis@mail.ru

Керамика  $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$  является перспективным материалом из-за сочетания высокой трещиностойкости и твердости [1]. Свойства и условия синтеза такой керамики определяются качеством порошков, используемых в качестве сырья.

В предыдущих исследованиях [2] мы разработали методику получения композиционных порошков  $Al_2O_3-ZrO_2$  с лимонной кислотой методом распылительной сушки. Методика, из-за дороговизны солей иттрия, обрабатывалась без них. В настоящей работе мы предлагаем окончательный вариант синтеза нанопорошков  $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ .

Цель работы – оценить влияние добавления  $Y^{3+}$  на фазовый состав и морфологию композиционного порошка  $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$ , получаемого из цитратной суспензии на установке Nano Spray Dryer B-90.

В работе использовали цитратные суспензии на основе нитратов алюминия и иттрия и оксихлорида циркония:  $[Al^{3+}]:[Zr^{2+}]:[H_3Cit] = 0,5:0,5:0,2$  и  $[Al^{3+}]:[Zr^{2+}]:[H_3Cit]:[Y^{3+}] = 0,5:0,5:0,2:0,025$ . Полученный продукт выпаривали при температуре  $200^\circ C$  в сушильном шкафу и выделяли из суспензии методом распылительной сушки. Полученные порошки отжигали при температуре  $500^\circ C$  и  $1000^\circ C$  в атмосферной печи (LAC VP20/17). Фазовый состав порошков исследовали с использованием дифрактометра (Shimadzu Maxima-X XRD-7000). Для оценки морфологии применяли метод сканирующей электронной микроскопии (JSM 7500F). Измерение удельной поверхности про-

водилось по 4-х точечному методу БЭТ (БЭТ-анализатор МЕТА СОРБИ-М). Основные результаты исследований представлены на рисунке 1 и в таблице 1.

Из таблицы видно, что образцы стабилизированные иттрием имеют, большее содержание тетрагональной модификации после отжига при  $500^\circ C$ . Оксид алюминия находится в аморфном состоянии, так как сигналов его фаз не обнаружено. После отжига образца  $Al_2O_3-ZrO_2$  при  $1000^\circ C$  тетрагональная фаза оксида циркония переходит в моноклинную и появляются сигналы  $\gamma$ -фазы оксида алюминия. Образец, содержащий иттрий, после отжига  $1000^\circ C$  сохраняет аморфную фазу алюминия, оксид циркония находится в тетрагональной модификации. Таким образом, помимо стабилизации тетрагональной модификации оксида циркония, оксид иттрия стабилизирует аморфную модификацию  $Al_2O_3$ , что согласуется с литературными данными [3]. Также видно, что порошок, полученный с добавлением иттрия, имеет большую удельную поверхность.

Результаты РФА и БЭТ подтверждаются данными СЭМ: порошки стабилизированные иттрием имеют более мелкие кристаллиты. Наличие лимонной кислоты приводит к тому, что все порошки состоят из мелких кристаллитов, которые сцеплены друг с другом менее прочно, чем частицы, получаемые без стабилизатора, что более удобно для получения керамики технологиями компактирования. Полученные порошки, могут быть использованы при создании керамических изделий медицинского назначения.

**Таблица 1.** Характеристики порошков, полученных из цитратных суспензий

Образец	T, °C	Фазовый состав, %	$S_{уд}$ , м <sup>2</sup> /г
$Al_2O_3-ZrO_2$	500	t-ZrO <sub>2</sub> (55); c-ZrO <sub>2</sub> (45)	7,08±0,12
	1000	m-ZrO <sub>2</sub> (56); t-ZrO <sub>2</sub> (12); $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (32)	2,83±0,16
$Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$	500	t-ZrO <sub>2</sub> (99); c-ZrO <sub>2</sub> (1)	11,91±0,07
	1000	t-ZrO <sub>2</sub> (100)	3,08±0,06

### Список литературы

1. Albano M.P., Pulgarin H.L.C., Garrido L.B. Effect of  $ZrO_2$  content on ageing resistance and osteogenic cell differentiation of  $ZrO_2-Al_2O_3$  composite // *Ceramics International*, 2016.– Vol.42.– P.11363–11372.
2. Нечкасов И.С. Илела А.Э., Лямина Г.В. Получение композиционных нанопорошков  $Al_2O_3-ZrO_2$  из суспензий с лимонной кислотой методом распылительной сушки // *Высокие технологии в современной науке и технике* : сборник научных трудов V международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов.– ТПУ.– Томск, 2016.– С.141–143.
3. Lyamina G., Pella A., Khasanov O., Petyukevich M., Vaitulevich E. Synthesis of  $Al_2O_3-ZrO_2$  powders from differently concentrated suspensions with a spray drying technique // *AIP Conference Proceedings*. 1772, 020011 (2016); doi: 10.1063/1.496453.

## ВЛИЯНИЕ ЩЕЛОЧНЫХ РАСТВОРОВ НА СВОЙСТВА АЛЮМИНАТНЫХ И СУЛЬФОАЛЮМИНАТНЫХ ЦЕМЕНТОВ

Т.Е. Островская

Научный руководитель – д.т.н., профессор Ю.Р. Кривобородов

Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»  
125047, Россия, г. Москва, пл. Миусская 9, tanya.ost.94@gmail.com

В настоящее время для создания быстротвердеющих и безусадочных бетонов используют напрягающие цементы, расширяющимся компонентом которых является глиноземистый цемент [1–4]. Однако, часто свойства этих вяжущих имеют колебания в широких пределах. Это связано со многими факторами: нестабильный состав глиноземистых шлаков, изменения в минералогическом составе портландцементного компонента и вещественного состава цемента. Также, известно, что при гидратации алюминатов кальция происходят перекристаллизационные процессы гидроалюминатов кальция,

обуславливающие изменения прочностных характеристик образующегося камня. Эти процессы ускоряются с повышением температуры твердения, изменениями в составе жидкой фазы твердеющего камня и др. Так как при гидратации силикатов кальция в качестве одного из основных минералов портландцементного камня образуется гидроксид кальция, представляется целесообразным изучение процессов гидратации алюминатов и сульфоалюмината кальция в растворах с высоким рН.

В качестве исходных материалов использовали глиноземистый цемент ГЦ-50 и сульфо-

**Таблица 1.** Минералогический состав цементов

Наименование цемента	Содержание минералов, %					
	CA	$C_{12}A_7$	$C_2AS$	$C_4A_3\hat{S}$	$C_2S$	$C_4AF$
Глиноземистый	75	7	18	–	–	–
Сульфоалюминатный	–	–	–	60	35	5

**Таблица 2.** Прочностные свойства цементов

Состав	Вид нагрузки	Прочность камня, МПа, при твердении, сут			
		1	3	7	28
ГЦ+H <sub>2</sub> O	изгиб	1,07	6,62	13,39	15,76
	сжатие	6,20	35,93	74,08	99,02
ГЦ+p-p Ca(OH) <sub>2</sub>	изгиб	2,83	7,57	11,54	12,06
	сжатие	10,14	40,08	60,89	92,35
САЦ+H <sub>2</sub> O	изгиб	4,76	7,96	10,18	11,32
	сжатие	25,10	44,30	50,20	80,10
САЦ+p-p Ca(OH) <sub>2</sub>	изгиб	5,03	8,14	11,08	11,67
	сжатие	30,40	48,40	54,70	87,20