

ПОЛУЧЕНИЕ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯД.А. Гурьянов

Научный руководитель: доцент, к.х.н. Г.А. Воронова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: dag23@tpu.ru**PREPARATION OF POROUS CERAMICS BASED ON ALUMINUM OXIDE**D.A. Gurianov

Scientific Supervisor: G.A. Voronova

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

E-mail: dag23@tpu.ru

***Abstract.** In the present study, we performed preparation of porous ceramics based on alumina. Study consisted of two parts: obtaining powder and obtaining ceramics. Alumina powder was obtained by chemical precipitation and the ceramic was obtained by sintering at 1600°C. Porous ceramic specimens were obtained in the porosity interval 47 – 62%. Part of specimens reached an open porosity of 75%.*

Введение. В настоящее время процессы катализа и сепарации в органическом синтезе, микро- и ультрафильтрации, газоразделения, аэрации, обогащения сырья, очистки промышленных отходов невозможно проводить без применения пористых материалов. Сырьем для пористого материала могут служить металлы, полимеры, керамика и пр. Оксид алюминия часто используют в качестве основного компонента при получении пористой керамики. В сравнении с другими материалами такая керамика имеет высокую химическую и термическую стабильность [1]. Данные свойства позволяют применять пористые керамические материалы в условиях высоких температур при протекании химических реакций, например, в качестве каталитических узлов в мембранных реакторах. Целью работы являлось получение пористой керамики с контролируемым размером пор на основе Al_2O_3 . Для достижения данной цели необходимо получить порошок оксида алюминия химическим осаждением с добавлением органических стабилизаторов разной молекулярной массы, провести спекание и исследовать пористую структуру.

Экспериментальная часть. Для синтеза порошка Al_2O_3 использовали метод химического осаждения нитрата алюминия в водном растворе лимонной кислоты. Цитратный метод, является низкотемпературным способом получения ультрадисперсных, однородных, высокорекреакционноспособных порошков оксидов металлов [2, 3], в качестве комплексообразующего агента используется лимонная кислота $C_6H_8O_7$ при соотношении компонентов $Al(NO_3)_3 : C_6H_8O_7 = 1:1$. Полученный раствор медленно выпаривали, сушили, разделяли на 3 части и подвергали термообработке при температурах 500°C, 700°C, 900°C в течение 4-х часов. Полученные порошки подвергались прессованию при давлениях 200, 500, 800 МПа. При прессовании не использовались дополнительные связки и пластификаторы. Спрессованные образцы для придания механической прочности спекали на воздухе 2 ч при 1600°.

Методы исследования. Для исследования состава полученных образцов проводили рентгенофазовый анализ с помощью рентгеновского дифрактометра XRD - 7000S Shimadzu (Япония). Данные РФА представлены в таблице 1. Величины удельной поверхности определены методом БЭТ на приборе «Sorbi®-М» (таблица 1) методом низкотемпературной адсорбции азота на поверхности порошков. Прессование проводили на установке «Испытательный пресс ИП-500М-авто» (одноосное холодное прессование). Для исследования особенностей спекания образцы исследовали на высокотемпературном вакуумном dilatометре NETZSCH DIL 402C в среде аргона. Пористость спеченных образцов исследовалась на ртутном порозиметре Quantachrome Poremaster 33, данные представлены в таблице 2.

Результаты и обсуждения. По данным РФА, образцы, подвергнутые термообработке при 500°C и 700°C, являются аморфными. У образцов, отожженных при 900°C, начинается формироваться γ -Al₂O₃. По результатам БЭТ определялся средний размер частиц порошка:

$$d = \frac{6}{S \cdot \rho}, \quad (1)$$

где S – удельная поверхность, м²/г; ρ – плотность порошка, г/см³. Для образцов, отожженных при 500° и 700°C для расчета пористости плотность непористого аморфного Al₂O₃ принималась 2,2 г/см³, а для образцов, прокаленных при 900°, средняя плотность между аморфным Al₂O₃ и γ -Al₂O₃ – 2,94 г/см³. Спекание на dilatометре (рис. 1) показало, что у образцов, отожженных при меньших температурах, область интенсивного спекания сдвигается в сторону меньших температур. Так у образцов, отожженных при 500°C, область интенсивного спекания: 517°C – 1207°C; при 700°: 772°C – 1600°C; при 900°C: 1027°C – 1600°C. На каждой кривой происходит излом при достижении 1162°C для 500°C, 1147° для 700°C, 1117° для 900°C. Вероятно, это связано с началом образования α -Al₂O₃. По характеру движения кривых видно, что процесс спекания не завершился, поэтому принято решение использовать дополнительно двухчасовую выдержку всех образцов при 1600°C на воздухе в муфельной печи для завершения спекания и придания механической прочности.

Таблица 1

Фазовый состав и величина удельной поверхности образцов

Температура отжига, °С	Фаза Al ₂ O ₃	S, м ² /г	d, нм
500	Аморфная	15,01	181,7
700	Аморфная	66,3	41,1
900	Аморфная, γ	34,04	60,0

Для образца, полученного методом 1, отожженного при 900°C и спрессованного при 200 МПа, 500 МПа, 800 МПа, показывают, что выбор давления прессования не оказывает такого сильного влияния на процесс спекания, как выбор режима предварительной термообработки. Образцы, спрессованные при больших давления, спекаются быстрее, а финальное значение усадки у них выше. Это объясняется большей плотностью образцов и, следовательно, большим числом межчастичных контактов. Для расчета общей пористости использовалась формула:

$$\Pi = \left(1 - \frac{\rho_n}{\rho}\right) * 100\%, \quad (2)$$

где ρ_n – плотность пористого материала, г/см³; ρ – истинная плотность материала, г/см³; ρ_n рассчитывалась на основании известных массы и объема каждого образца.

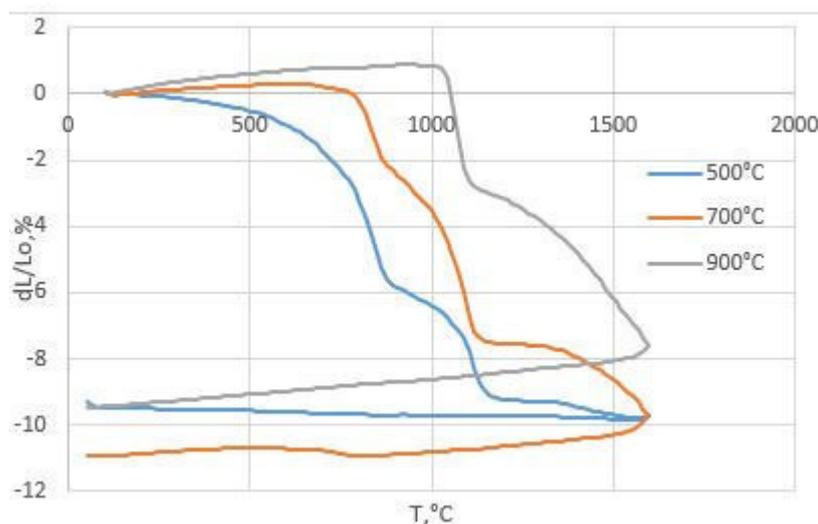


Рис. 1. Дилатометрические кривые образцов спрессованных при 200 МПа

Таблица 2

Влияние давления прессования и температуры отжига на пористость

Давление прессования, МПа	Температура предварительного отжига, °С	Общая пористость, %	% открытой пористости (от объема образца)	% открытой пористости (от общей)
200	500	62,66	33,50	53,46
	900	53,38	35,58	66,64
500	700	56,14	19,22	34,23
800	500	52,38	39,84	75,70
	700	47,62	38,34	73,19
	900	52,63	22,99	48,27

Как известно, пористость бывает открытой и закрытой. Закрытая пористость является нежелательной, т.к., во-первых, ухудшает механические свойства материала, во-вторых, снижает доступность образцов по объему. Лучшие значения открытой пористости 75,7% и 73,2% показывают образцы, спрессованные при 800 МПа и отожженные при 500°C и 700°C, соответственно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Першикова Е. М. Проницаемая керамика на основе оксида алюминия и карбида кремния с различными упрочняющими добавками: дис. ... канд. техн. наук. - Москва, 2003. - 161 с.
2. Росточкина Е.Е. Получение особо чистых ультрадисперсных порошков алюмоиттриевого граната золь-гель методом: дис. ... канд. хим. наук. – Нижний Новгород, 2015. - 147 с.
3. Горелова, А. В. Стабилизация наночастиц алюмоиттриевого граната в коллоидных растворах [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.science-education.ru/pdf/2013/3/188.pdf>. – 03.04.18