

*Чэнь Сяпин (Китай)*

*Томский политехнический университет, г.Томск*

*Научный руководитель: Илела Алфа Эдисон, к.т.н, доцент*

## **СИНТЕЗ И АНАЛИЗ НАНОПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМОМАГНИЕВОЙ ШПИНЕЛИ**

**Аннотация:** Работа посвящена исследованию нанопорошков на основе алюмомагниевои шпинели ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ), полученных методами распылительной сушки, фильтрации и микроволнового синтеза. Результаты показали, что удельная поверхность порошка, полученного методом распылительной сушки, самая высокая ( $121,92 \pm 0,44 \text{ м}^2/\text{г}$ ). Представлены результаты рентгенофазового анализа, согласно которым все порошки характеризуются только фазой алюмомагниевои шпинели после отжига при температуре  $900^\circ\text{C}$ .

**Ключевые слова:** нанопорошок, алюмомагниевои шпинель, распылительная сушка, фильтрация, микроволновый синтез.

### **Введение**

Керамические материалы на основе алюмомагниевои шпинели обладают выдающимися физико-механическими свойствами: превосходная термическая стабильность, химическая инертность и высокая твердость. Данные особенности открывают широкие перспективы применения материалов на основе алюмомагниевои шпинели в области огнеупорных изделий (высокотемпературных конструкционных материалов), катализа, электронных устройств, в оптическом приборостроении и использования их в качестве функциональной керамики. Применение нанопорошков для производства наноструктурированной керамики имеет огромный потенциал в таких передовых областях, как новые системы хранения энергии, интеллектуальное зондирование, аэрокосмическая промышленность и экологичное производство [1–3].

Способ получения порошка алюмомагниевои шпинели серьезно влияет на его эксплуатационные характеристики. Распылительная сушка, фильтрация и микроволновая сушка являются распространенными методами получения нанопорошков, каждый из которых оказывает значительное влияние на свойства нанопорошков алюмомагниевои шпинели. Например, методом распылительной сушки (НРС) обычно получают порошки с высокой удельной поверхностью и малым размером частиц [4, 5].

Цель данного исследования – изучение характеристик алюмомагниевои шпинели, полученной различными методами.

### **Экспериментальная часть**

Образцы получали из 10 мл раствора  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  с 40 мл раствора  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , а затем медленно добавляли 50 мл раствора  $\text{NH}_4\text{OH}$  к смешан-

ному раствору до образования осадка, таким образом формирование суспензии было завершено. Осадок в полученной суспензии непрерывно промывали дистиллированной водой до установления нейтральной среды ( $\text{pH} = 7$ ).

По методу фильтрации полученный осадок высушивали в сушильном шкафу при  $70^\circ\text{C}$  в течение 2 часов в воздушной атмосфере для удаления влаги. Твердую фазу из суспензии выделяли методами НРС, сверхвысокочастотной (СВЧ) сушкой и фильтрацией (Ф). Все полученные порошки отжигали 1 час при  $900^\circ\text{C}$  (высокотемпературная атмосферная печь LAC VP20/17) весь процесс отжига длился не более 4 часов. Отжиг проводили для удаления побочных продуктов и кристаллизации порошков.

Распылительную сушку производили с помощью Nano Spray Dryer B-90 (Buchi). СВЧ-синтез проводили с помощью бытовой микроволновой печи. БЭТ анализ порошков проводили с помощью компактного автоматизированного прибора для измерения удельной поверхности по многоточечному методу БЭТ (META Sorbi-M). Рентгенофазовый анализ проводили с помощью рентгенофазового дифрактометра Shimadzu XRD-7000.

### Результаты и обсуждение

По результатам БЭТ анализа после отжига синтезированный методом НРС порошок алюмомагнетитовой шпинели имеет наибольшую удельную поверхность в сравнении с порошками, полученными методами СВЧ и Ф (табл. 1). Высокие значения удельной поверхности порошков могут свидетельствовать о меньшем размере частиц. Так как порошки, синтезированные методом НРС, демонстрируют наибольшее значение удельной поверхности, то размер частиц порошка, полученного данным методом, является минимальным в ряду НРС < СВЧ < Ф.

Таблица 1

Результаты БЭТ анализ  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$

| Метод      | Суд, $\text{м}^2/\text{г}$ |
|------------|----------------------------|
| НРС        | $120,92 \pm 0,44$          |
| Фильтрация | $101,05 \pm 5,51$          |
| СВЧ        | $115,61 \pm 0,79$          |

На рисунке 1 представлены дифрактограммы порошков после отжига. Видно, что фазовый состав представлен только фазой алюмомагнетитовой шпинели. Дифрактограммы порошков, полученных разными методами, практически совпадают. Но дифрактограмма порошка, полученного методом НРС, имеет несколько большую интенсивность.

В таблице 2 приведены результаты РФА порошков, полученных разными методами. Из таблицы видно, что использование трех разных методов показало различия в размере ОКР порошков.

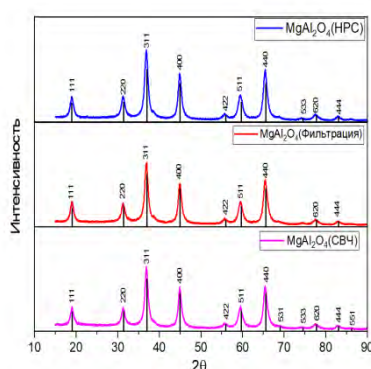


Рис. 1. Дифрактограммы порошков  $MgAl_2O_4$  после отжига при  $900^\circ C$

Результаты, полученные методом РФА, коррелируют с результатами, полученными методом БЭТ: порошок, синтезированный НРС, продемонстрировал наименьший размер кристаллов (ОКР).

Таблица 2

Результаты РФА анализа  $MgAl_2O_4$

| Методы     | T, °C | Фазовый состав, % | ОКР, нм |
|------------|-------|-------------------|---------|
| Фильтрация | 900   | $MgAl_2O_4$ – 100 | 14,42   |
| НРС        | 900   | $MgAl_2O_4$ – 100 | 11,81   |
| СВЧ        | 900   | $MgAl_2O_4$ – 100 | 11,82   |

## Выводы

1. Удельная поверхность частиц порошков, полученных методами НРС, Ф и СВЧ, составляет 121, 101 и 116  $m^2/g$  соответственно.
2. Размер ОКР порошков, полученных методами Ф, НРС и СВЧ, составляет 14,4, 11,81 и 11,83 нм соответственно.

Результаты получены с применением оборудования ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ.

## Список литературы

1. Buchilin, N.V., Nikitina, V.Y., Lugovoi, A.A. et al. Preparation of Alumina-Magnesia Spinel Based High-Porosity Ceramic Materials // Glass Ceramic. – 2021. – Vol. 77. – P. 372–378.
2. Salema A., Motevalian The Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline  $MgAl_2O_4$  Spinel by Modified Sol-gel // Nanomaterials. – 2014. – C.22–24.
3. Li H., Wei H.Y., Cui Y., Sang R.L. Bu J.L., Wei Y.N. Synthesis and characterization of  $MgAl_2O_4$  spinel nanopowders via nonhydrolytic sol-gel-route // Journal of the Ceramic Society of Japan. – 2017. – Vol. 125(3). – C. 100–104.

4. Dash S., Rakesh K.S., Das A., Shubhra B. Synthesis of  $MgAl_2O_4$  spinel by thermal plasma and its synergetic structural study // Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – Vol. 726. – С.108–113.
5. Лямина Г.В., Илела А.Э., Качаев А.А., Амантай Д., Колосов П.В., Чепрасова М.Ю. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония из растворов их солей методом распылительной сушки // Бутлеровские сообщения. – 2013. – Т. 33, № 2. – С. 119–124.

*Шэн Юйсы (Китай)*

*Томский политехнический университет, г. Томск*

*Научные руководители: Филипас Александр Александрович, к.т.н., доцент,  
Кучман Алена Владимировна, ст. преподаватель*

## **ОБНАРУЖЕНИЕ И АНАЛИЗ РАЗМЕРОВ КАПЕЛЬ НА МИКРОФОТОГРАФИЯХ ЭМУЛЬСИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МОДЕЛИ, ОСНОВАННОЙ НА НЕЙРОННЫХ СЕТЯХ, И КЛАССИЧЕСКОГО МЕТОДА**

**Аннотация:** Целью данной работы является сравнение эффективности классических и нейросетевых методов обнаружения и анализа капель на микрофотографиях эмульсий для последующего применения в автоматизированных системах оценки устойчивости эмульсий в нефтехимии и пищевой промышленности. Рассматриваются метод распознавания объектов на основе морфологии и модель обнаружения объектов YOLO. Делается вывод о возможности использования моделей нейронных сетей для автоматического анализа микрофотографий эмульсий.

**Ключевые слова:** микрофотографии промышленной эмульсии, классические методы, методы обнаружения изображений, ультразвуковая деэмульсация.

### **Введение**

Синтез и разрушение эмульсий – это важнейшая проблема в ряде отраслей промышленности, включая пищевую, сельскохозяйственную, нефтеперерабатывающую и фармацевтическую. Стабильность эмульсии представляет собой способность эмульсии сохранять свои свойства с течением времени, тогда как нестабильность эмульсии указывает на физические или химические изменения свойств эмульсии [1]. Достижение длительной стабильности эмульсии или быстрого ее разделения является сложной задачей и зависит от различных факторов, особенно от размера, формы и пространственного распределения капель. В нашем исследовании рассматривается воздействие акустических колебаний на дисперсный состав, при этом генерируется большое количество микрофотогра-