

УДК.54.057

Синтез порошков алюмомагниевои шпинели различными способамиЦзюй Цзюньян

Научный руководитель: к.т.н. А.Э. Илела
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: cc019@tpu.ru

Synthesis of aluminum-magnesium spinel powders by various methodsJu Junyan

Scientific Supervisor: PhD. A.E. Ielala,
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: cc019@tpu.ru

Abstract. A comparison of powders obtained by different methods of nanospray drying and filtration was carried out. From the analysis using the multi-point BET method, it found that the specific surface area of the particles obtained by spray drying is greater than by the filtration method. The nanospray drying method shows the advantage of smaller crystal sizes when compared to samples from filtration. As a result of the work, powders of different sizes, morphologies and purities were obtained.

Key words: Nanospray drying, spinel, synthesis, nanopowders.

Введение

Алюминиево-магниевои шпинель обладает уникальным сочетанием свойств: стойкостью к агрессивным средам, высокой термостойкостью, высокой прочностью и ударной вязкостью, механической прочностью и огнестойкостью. Шпинели, помимо основных компонентов, может содержать железо, цинк, марганец и другие элементы, поэтому их можно разделить на множество типов, таких как алюминиевои шпинель, железнои шпинель, цинковои шпинель, марганцевый шпат, хромои шпинель, и т.д. [1, 2]. Прозрачнои керамика из шпинели механически стабильна до температуры 1250 °С до 1500 °С при кратковременном воздействии), характеризуется прозрачностью в широком спектральном диапазоне: от ультрафиолетовои до инфракраснои области спектра [3]. Прозрачнои шпинельнои керамика не только обладает высокой термостойкостью и коррозионнои стойкостью, но также имеет оптические свойства, аналогичные монокристаллам драгоценных камней [4].

Основная проблема при производстве порошков для прозрачнои керамики – это метод, позволяющий получать порошки с высокой степенью чистоты.

В этой работе при синтезе алюмомагниевои шпинели ($MgAl_2O_4$) из суспензий гидроксидов была использована установка распылительной сушилки (Nanospray В-90). Размер нанопорошка, полученного этим методом, составляет 100 нм – 5 мкм. Нанораспылительная сушилка В-90 обладает уникальной способностью генерировать частицы субмикронного или даже нанометрового диапазона с выходом целевого продукта до 90 % и производительностью до 10 мг за 1 цикл. Для сравнения в работе использовали обычную фильтрацию.

Экспериментальная часть

Для приготовления прекурсоров были приготовлены 0,5 М растворы солей алюминия и магния: $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ и $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$. Все растворы готовили с использованием дистиллированной воды выдержали его в течение суток и затем смешивали в нужных пропорциях $[Al^{3+}]:[Mg^{2+}] = 80:20$.

Суспензию получали методом обратного осаждения путем добавления соли к раствору осадителя, аммиака (NH_4OH). После осаждения в растворе аммиака суспензии промывали

дистиллированной водой до полного удаления следов осадителя. Выделение продукта распылительной сушкой осуществляли с помощью аппарата Nano Spray Dryer B-90 (Швейцария).

Измерение удельной поверхности проводили по 4-х точечному методу БЭТ на специальной установке «БЭТ-анализатор МЕТА СОРБИ-М». Для анализа РФА был использован рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD-7000. Для получения данных о морфологии порошков и компактов использовали растровую электронную микроскопию (РЭМ) JEOL JSM-7500FA.

Результаты

На рис. 1 приведено сравнение объемов порошков одинаковой массы, полученных разными методами: нанораспылительной сушкой (НРС) и фильтрацией (Ф) до термообработки. Видно, что больший объем занимает порошок, полученный методом нанораспылительной сушки.

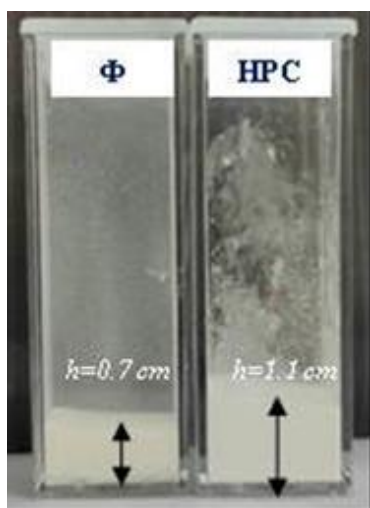


Рис. 1. Фото порошков шпинели, выделенных различными способами, $m=0,54$ г

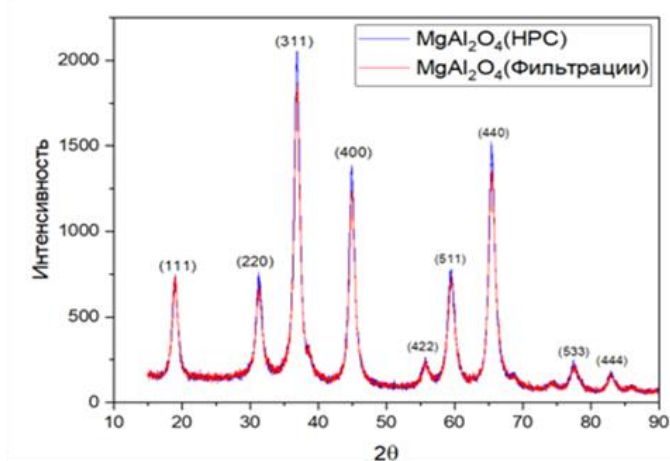


Рис. 2. Дифрактограммы порошков шпинели, выделенных различными способами после обжига при 900 °С

Из анализа с помощью многоточечного метода ВЕТ (таблица 1) следует, что удельная поверхность частиц, полученных распылительной сушкой больше, чем при методе фильтрации после обжига при 900 °С. При этом фазовый состав представлен только шпинелью. Дифрактограммы порошков полностью идентичны, что хорошо видно на рис. 2, все сигналы соответствуют шпинели. Из таблицы видно, что использование двух разных методов выделения порошка не показывает значительных различий в размере областей когерентного рассеяния.

Таблица 1

Результаты анализа $MgAl_2O_4$

Метод	$S_{уд.}, м^2/г$	$T, °C$	Фазовый состав, %	ОКР, нм
Фильтрация	101 ± 6	900	$MgAl_2O_4 - 100$	12.5
НРС	120.9 ± 0.4		$MgAl_2O_4 - 100$	13

Несмотря на ряд схожих характеристик и незначительные отличия в величине удельной поверхности, размеры и морфология частиц сильно отличаются. Это хорошо видно на электронных изображениях частиц (рис. 3). Видно, что порошки, выделенные фильтрацией, агломерированы, имеют плотную структуру и неравномерную морфологию. Частицы, выделенные нанораспылительной сушкой, имеют сферическую форму, равномерную морфологию, хорошо деагломерированы и значительно меньше по размеру.

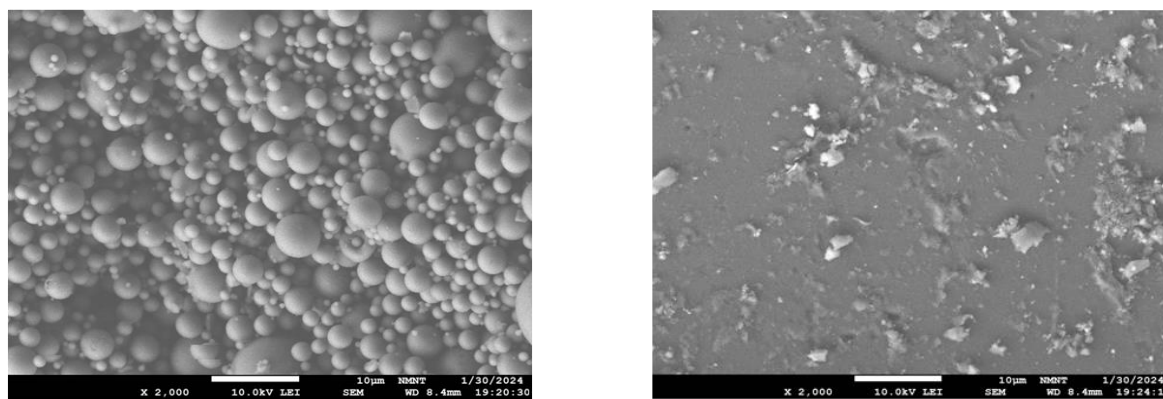


Рис. 3. РЭМ-изображения порошков шпинели, выделенных распылительной сушкой (слева) и фильтрацией (справа) после обжига при 900 °С

Для точного сравнения размера частиц и степени их агрегации нами был использован метод лазерной дифракции (рис. 4).

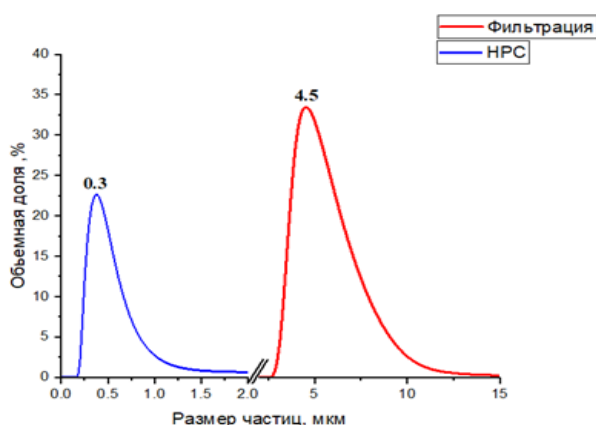


Рис. 4. Размер, частиц, выделенных распылительной сушкой и фильтрацией, после обжига при 900 °С, рассчитанный на основании метода лазерной дифракции

Из рисунка видно, что частицы, полученные различными способами, имеют мономодальное распределение со средним размером частиц 0,3 и 4,5 мкм при использовании нанораспылительной сушки и фильтрации, соответственно.

Заключение

В результате работы получены порошки, имеющие различный размер и морфологию, не содержащие примесей на уровне более 0,1 %. При использовании распылительной сушки образуются частицы меньшего размера с равномерной морфологией, которые могут быть применены для получения оптически прозрачной керамики.

Список литературы

1. Omelyanchik A., Levada K., Pshenichnikov S., Abdolrahim M. Green synthesis of Co-Zn spinel ferrite nanoparticles : Magnetic and Intrinsic antimicrobial properties // Materials (Basel). – 2020. – Vol. 13, № 12. – P. 5014.
2. Bosi F., Biagioni C., Pasero M. Nomenclature and classification of the spinel supergroup // European Journal of Mineralogy. –2018. – Vol. 31, № 1. – P. 183–192.
3. Шарыпин В.В., Евстропьев С.К. Повышение оптической прозрачности керамики $MgAl_2O_4$ при применении двухстадийного одноосного прессования // Оптический журнал. – 2016. – Т.83, № 3. – С. 60–65.
4. Панасюк Г.П., Козерожец И.В., Данчевская М.Н., Ивакин Ю.Д., Муравьева Г.П. Новый метод синтеза мелкокристаллической алюмомагниево-шпинели // Доклады академии наук. – 2019. – Т. 487, № 4. – С. 387–390.