

**ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ
ЦИРКОНИЯ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ**А.Е. Нургысанова, А.Э. Илела, В.В. Подгаецкая

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

Томский политехнический университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: aen6@tpu.ru

**PRODUCTION OF COMPOSITE POWDERS BASED ON ALUMINA AND ZIRCONIA FROM
AQUEOUS SOLUTIONS**A.E. Nurgysanova, A.E. Illela, V. Podgayetskaya

Scientific Supervisor: G.V. Lyamina

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 30, 634050

E-mail: aen6@tpu.ru

The composite powders of zirconia and alumina have been obtained from aqueous solutions by reverse chemical deposition. The composite powders have been recovered from the obtaining suspension after chemical deposition by drying in the oven and spray drying methods (Nano Spray). The results showed that the powders obtained by spray-drying method contains a cubic phase and has a developed surface, indicating that the small particle size. It was also revealed that the powders consist of particular granules with nanoparticles inside. The powders obtained by chemical deposition method submit of monoclinic phase and have an aggregate structure.

Введение

Самым популярным методом синтеза нанопорошков является химический. Химический метод позволяет широко варьировать морфологию (размер и форму), кристаллическую структуру и химический состав частицы (в случае многокомпонентной системы). Основные преимущества этого метода перед другими являются низкая себестоимость и возможность производства порошков заданного состава в промышленных масштабах. Тем не менее, с преимуществами этот метод имеет существенный недостаток. Нанопорошки, полученные таким образом, имеют высокую степень агрегации, агломерации осаждения продуктов и прокаливанием осадков, а также широкий диапазон размеров, как первичных частиц, так и агломератов. Методы, связанные с быстрым удалением растворителя, могут исправить вышеуказанные недостатки. Цель работы – получить композиционные порошки на основе оксидов алюминия и циркония методом распылительной сушки из суспензий.

Экспериментальные методики

Нанопорошок $\text{Al}_2\text{O}_3 \times \text{ZrO}_2$ получали с помощью осаждения суспензии « $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times \text{ZrOCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ », приготовленной из 1 М и 0,5 М раствора солей с добавлением гидроксида аммония (NH_4OH). Осадок промывали дистиллированной водой до исчезновения запаха аммиака. Затем часть полученного продукта сушили при 70 °С, часть – выделяли из суспензии методом распылительной сушки. Оба порошка отжигали при температуре 1200 °С в атмосферной печи (LAC VP20/17). Выделение продукта распылительной сушкой осуществляли с помощью установки Nano Spray Dryer B-90 [1, 2]. Для установления фазового состава порошки, исследовали методом рентгенофазового анализа (рентгеновский

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

дифрактометр ShimadzuMaxima-X XRD-7000). Обработку дифрактограмм для определения фазового состава проводили с использованием компьютерных программ “Search – Match” и “PowderCell”. Измерения удельной поверхности проводились с помощью метода БЭТ (анализатор SORBI). Для анализа морфологии исследуемых порошков использовали метод сканирующей электронной микроскопии (JSM 7500F).

Результаты и их обсуждения

Известно, что ZrO_2 может находиться в трех модификациях: моноклинной, тетрагональной и кубической, причем две последние модификации более ценны для производства керамических изделий [3]. Из табл.1 видно, использование распылительной сушки позволяет увеличить содержание тетрагональной модификации по сравнению с обычным химическим осаждением. При этом использование суспензий с большей концентрацией обеспечивает образование продукта лучшего качества. Оксид алюминия проявляется только в порошках с равным соотношением компонентов в α -фазе. Также видно, что окристаллизованные фазы оксида алюминия и циркония обнаруживаются при равном соотношении компонентов.

Таблица 1

Фазовый состав порошков $Al_2O_3 \times ZrO_2$, полученных из растворов солей методом химического осаждения и распылительной сушки

Метод получения нанопорошка	$C_{Al^{3+}}$, моль/л	$C_{Zr^{4+}}$, моль/л	Фазовый состав	$C_{Al^{3+}}$	$C_{Zr^{4+}}$	Фазовый состав
Химическое осаждение	0,1	0,9	ZrO_2 – мон.-97,9%	0,05	0,45	ZrO_2 – мон.-99,6%
	0,5	0,5	α - Al_2O_3 . ZrO_2 – мон.-44,1% ZrO_2 – tet.-55,9%	0,25	0,25	аморф
Распылительная сушка	0,1	0,9	ZrO_2 – мон. 92,2%	0,05	0,45	ZrO_2 – мон.-83,1% ZrO_2 – tet. 16,9%
	0,5	0,5	ZrO_2 – tet.-74,4% ZrO_2 – мон. 25,6% α - Al_2O_3 .	0,25	0,25	ZrO_2 – мон.-94,8% ZrO_2 – tet.-5,2%

Из табл.2 замечено, что порошок, выделенный из раствора распылительной сушкой с равным содержанием компонентов, имеет большую удельную поверхность. Что свидетельствует о содержании малого размера частиц в порошке. В порошках другого состава значительных отличий не обнаружено, кроме порошка полученного химическим осаждением с равным соотношением компонентов.

Таблица 2

Результаты измерений полной удельной поверхности композиционных порошков

Метод получения нанопорошка	$C_{Al^{3+}}$ моль/л	$C_{Zr^{4+}}$, моль/л	Полная удельная поверхность, m^2/g	$C_{Al^{3+}}$	$C_{Zr^{4+}}$	Полная удельная поверхность, m^2/g
Химическое осаждение	0,1	0,9	$0,70 \pm 0,01$	0,05	0,45	$0,84 \pm 0,04$
	0,5	0,5	$18,81 \pm 0,09$	0,25	0,25	$1,16 \pm 0,03$
Распылительная сушка	0,1	0,9	$0,81 \pm 0,04$	0,05	0,45	$1,32 \pm 0,05$
	0,5	0,5	$26,54 \pm 0,09$	0,25	0,25	$4,14 \pm 0,09$

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

На рис.1 представлены СЭМ – изображения композиционных порошков полученных методом распылительной сушки (а, в, г) и химическим осаждением (б). На изображении можно увидеть, что порошок полученный методом распылительной сушкой содержит отдельные гранулы Al_2O_3 , среди которых имеются гранулы из чистого ZrO_2 (а). Сами гранулы, имеют рыхлую структуру (в), состоят из отдельных частиц Al_2O_3 и равномерно распределенных в них частиц ZrO_2 (г), размер которых не превышает 100 нм. Порошок, полученный методом обратного химического осаждения (б), имеет агрегированную структуру.

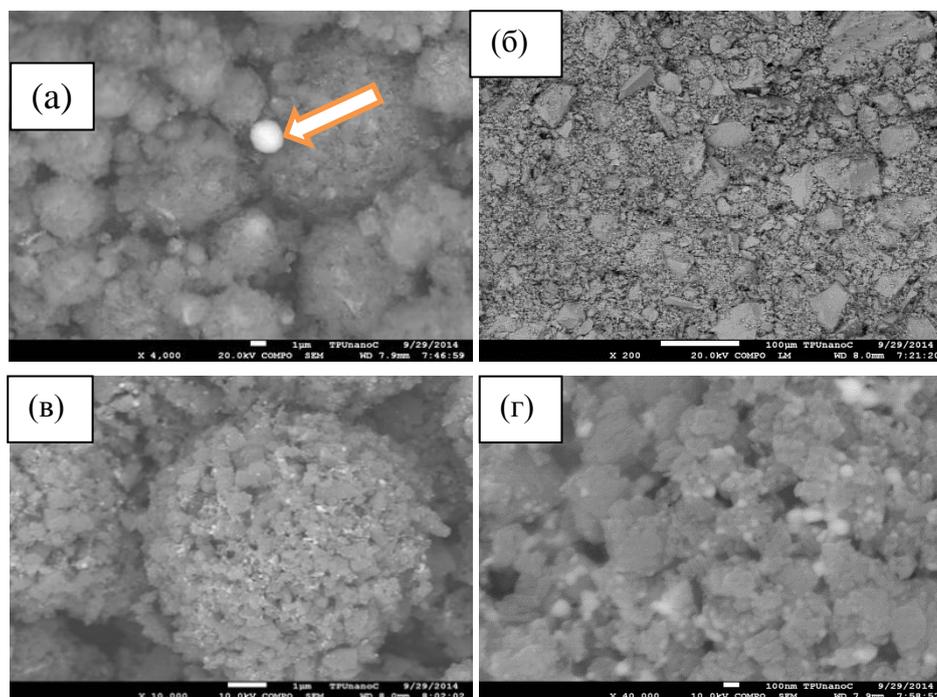


Рис.1 СЭМ изображения порошков полученных методом распылительной сушки (а,в,г) и химическим осаждением(б)

Заключение

При выполнении исследований методом распылительной сушки получен гранулированный порошок композиционной керамики на основе оксида алюминия и циркония, имеющий размеры частиц не более 100 нм. Полученные порошки могут быть использованы при создании керамических изделий медицинского назначения

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лямина Г. В. , Илела А. Э. , Двилис Э. С. , Божко И. А. , Гердт А. П. Синтез наноразмерных оксидов алюминия и циркония из водных и водно-спиртовых растворов с полиэтиленгликолем // Бутлеровские сообщения. - 2013 - Т. 33 - №. 3. - С. 55-62
2. Лямина Г. В. , Илела А. Э. , Качаев А. А. , Далбанбай А. -. , Колосов П. В. , Чепкасова М. Ю. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония из растворов их солей методом распылительной сушки // Бутлеровские сообщения. - 2013 - Т. 33 - №. 2. - С. 120-125
3. С.В. Матренин, А.И. Слосман «Техническая керамика» Учебное пособие – Томск.: Издательство, 2004. – 36 с.