

6. Арбузов А.А., Можжухин С.А., Володин А.А., Фурсиков П.В., Тарасов Б.П. Синтез графеноподобных наноструктур и формирование на их основе катализаторов и водород-аккумулирующих композитов // Известия Академических наук. Серия химическая. – 2016. – № 8. – С. 1893-1901.
7. Andrei V. Mostovshchikov, Boris G. Goldenberg, Olga B. Nazarenko. Effect of synchrotron radiation on thermochemical properties of aluminum micro- and nanopowders // Materials Science and Engineering: B. – 2022. – Vol. 285.

МОРФОЛОГИЯ ПОРОШКОВ ОКСИДА ЦИНКА, ВЫДЕЛЕННОГО ИЗ СУСПЕНЗИЙ РАЗЛИЧНЫМИ СПОСОБАМИ

ЛИ СЯОЯНЬ, А.Э. ИЛЕЛА, И.Н. ШЕВЧЕНКО, Г.В. ЛЯМИНА

Томский политехнический университет

E-mail: syaoyan1@tpu.ru

Введение. Оксид цинка играет важную роль в различных областях. Его используют как антикоррозионную добавку в составе различных ингибиторов, как подсушивающий препарат, уменьшающий воспаления, как наполнитель в различных композиционных материалах, в электронике и пр. Оксид цинка обладает низкой электропроводностью, он термостоек, обладает антибактериальными свойствами и при этом имеет низкую токсичность, имеет относительно простые технологии получения, которые выбирают в зависимости от назначения [1–5].

Вместе с тем, производство тонкодисперсного порошка оксида цинка необходимой чистоты и заданной морфологии остается в РФ на уровне исследовательских лабораторий.

В настоящей работе мы использовали различные по аппаратурному исполнению и стоимости методики выделения оксида цинка из суспензий: фильтрация, нанораспылительная сушка и СВЧ-сушка.

Самая дорогостоящая технология в данном ряду – выделение порошка на установке распылительной сушки. Размеры порошков, полученных этим методом, составляет от 100 нм до 5 мкм [6]. Вторая технология по временным затратам и стоимости оборудования – сушка в СВЧ-печи порошка после выделения из суспензии фильтрацией. Соответственно самая простая и дешевая технология – выделение порошка фильтрацией.

Целью данной работы было изучить морфологию порошков, выделенных из суспензий гидроксида цинка различными способами.

Экспериментальная часть. В работе использовали 1 М растворы нитрата цинка. Затем готовили из них суспензии методом обратного осаждения с использованием 1 М NaOH. Образовавшийся осадок промывали дистиллированной водой для удаления ионов натрия из образца.

Полученные частицы отделяли от растворителя методами фильтрации, нанораспылительной сушки (Nanospray Drying B-90) и с помощью СВЧ-сушки.

После фильтрации осадок выдерживали в термощкафу при температуре 70 °С в течение 4 часов или в СВЧ-печи со средней мощностью 12–48 кВт с частотой 2,45 ГГц.

Затем порошок подвергли термообработке при 350 °С для образования кристаллической фазы, температура подобрана на основании ТГ-, ДСК-анализа [7].

Для оценки морфологии частиц была использована растровая электронная микроскопия (микроскоп JEOL JSM-7500FA).

Размер частиц определяли методом лазерной дифракции (Shimadzu SALD-7101) суспензии порошка оксида цинка в дистиллированной воде после УЗ-обработки в течение 5 минут при $\lambda = 375$ нм.

Результаты и обсуждение. На рисунке 1 приведены РЭМ-изображения порошков при различном увеличении, полученных различными способами. Видно, что все порошки агрегированы и состоят из отдельных кристаллитов. Наиболее равномерное распределение и меньшие размеры агрегатов наблюдается для частиц, полученных на установке Nanospray Drying, рисунок 1, а. Напротив, наиболее крупные агрегаты получены при выделении частиц обычной фильтрацией, рисунок 1, в. Сами кристаллиты имеют пластинчатую неправильную форму. Для точного определения их размера и оценки степени агрегации мы оценили размер частиц с использованием метода лазерной дифракции. В данном методе размер частиц определяли в водных суспензиях с использованием ультразвуковой обработки, которая позволяет точно оценить размер частиц только в том случае, если они не образуют прочных агломератов, в противном случае результат будет соответствовать размеру последних.

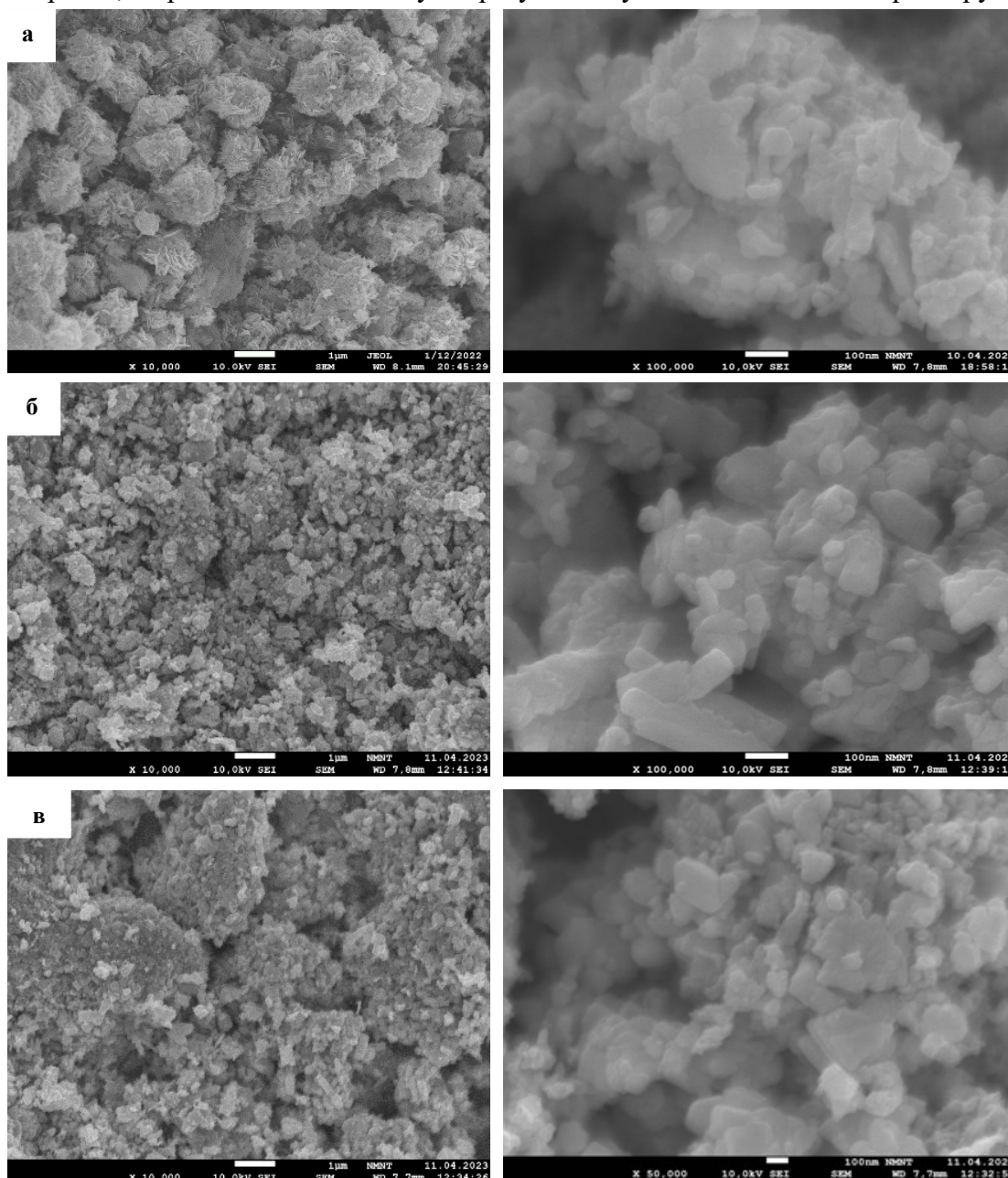


Рисунок 1 – РЭМ порошков ZnO, выделенных из суспензии с помощью нанораспылительной сушки (а), фильтрации и СВЧ-сушки (б), фильтрации (в) после отжига при 350 °С

На рисунке 2 представлены кривые распределения частиц по размерам, полученные методом лазерной дифракции без и с ультразвуковой обработкой в течение 25 минут.

На размер частиц, полученных нанораспылительной сушкой, рисунок 2а, ультразвуковая обработка практически не влияет. Это свидетельствует о том, что частицы не сцеплены в прочные агломераты и легко диспергируются в водной среде. Соответственно, в этом случае наблюдается самый маленький размер частиц – порядка 240 нм, что соответствует размеру кристаллитов на РЭМ-изображении частиц.

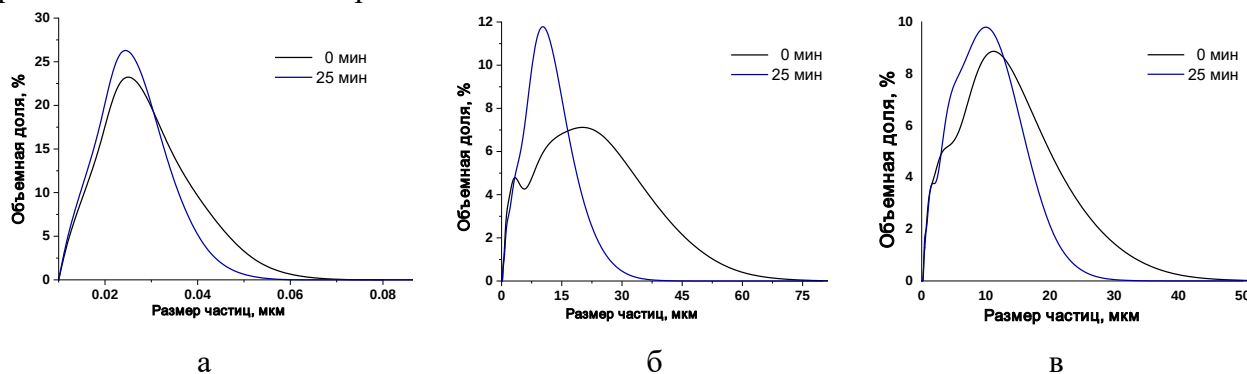


Рисунок 2 – Распределение частиц по размерам, полученные методом лазерной дифракции до и после ультразвуковой обработки

В случае частиц, высушенных в СВЧ-печи, наблюдаются мягкие агрегаты размером 20 мкм, рисунок 2б, (черная кривая) и жесткие агломераты размером около 13 мкм, которые не распадаются на отдельные частицы.

При выделении частиц методом фильтрации, рисунок 2в, наблюдаются только жесткие агломераты порядка 12 мкм, которые не разрушаются при ультразвуковой обработке.

В результате работы получены порошки оксида цинка, имеющие различную морфологию, которые можно рекомендовать для использования в различных областях. В частности, для медицины и электроники можно применять оксид цинка, полученный нанораспылительной сушкой, порошки полученные СВЧ-сушкой можно использовать в качестве антикоррозионных добавок.

Список литературы

1. Razaa A., Shoeb M., Mashkoo F. Phoenix dactylifera mediated green synthesis of Mn doped ZnO nanoparticles and its adsorption performance for methyl orange dye removal: A comparative study // Materials Chemistry and Physics. – 2021. – Vol. 286. – P.126173.
2. Hasnidawani J.N., Azlina H.N., Norita H., Bonnia N.N., Ratim S., Ali E.S. Synthesis of ZnO nanostructures using Sol-Gel Method // Procedia Chemistry. – 2016. – Vol. 19. – P. 211-216.
3. Kalpana V.N., Bala A.S.K. Biosynthesis of zinc oxide nanoparticles using culture filtrates of *Aspergillus Niger*: Antimicrobial textiles and dye degradation studies // Open Nano. – 2018. – Vol. 3. – P. 48-55.
4. Nagarajan K., Rajeswari D. A review on green synthesis, biomedical applications, and toxicity studies of ZnO NPs // Bioinorganic Chemistry and Application. – 2018. – Vol. 1. – P. 1-12.
5. Zhou X.Q., Hayat Z., Zhang D.D., Li M.Y., Hu S. Zinc oxide nanoparticles: Synthesis, characterization, modification, and application in food and agriculture. // Processes. – 2023. – Vol. 11(4). – P. 1193.
6. 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.

7. Ли Сяоянь. Получения наночастиц оксида цинка из суспензий различными способами // III Международной научно-практической конференции научная инициатива иностранных студентов и аспирантов ТПУ - Томск. – 2023. –Р. 521.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОРОШКОВОЙ КОМПОЗИЦИИ И СПЕЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ СИСТЕМЫ Fe-C-Cr

ЛЯН ИЧЭН¹, Е ЯНЬСУН^{1,2}, О.Ю. ВАУЛИНА¹

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Шеньянский политехнический университет

E-mail: ichen3@tpu.ru

Изделия, изготавливаемые технологией порошковой металлургии, рассматриваются в настоящее время в качестве перспективных конструкционных материалов в области материаловедения [1, 2]. Данным методом можно получать изделия, которые достаточно сложно или нельзя изготовить другим методом [3, 4].

Целью работы является изучение характеристик исходных порошков, порошковой композиции и спеченных образцов формованных при давлении 500 и 750 МПа.

Сначала были исследованы исходные порошки и порошковая композиция. Состав порошковой смеси составляет 98,6 % порошка железа марки ВМ, 0,4 % порошка углерода и 1 % порошка хрома марки ПХ- 1С. Порошки смешивались в универсальном смесителе типа «пьяная бочка» в течение 24 часов.

РЭМ указанных порошков, а также порошковой композиции представлены на рисунке 1. Частица железа имеют сферическую форму, средний размер составил $3,1 \pm 0,4$ мкм. Частицы хрома наряду со сферичной формой имеют и неправильную, угловатую форму, средний размер частиц хрома больше, чем у железа и составил $7,2 \pm 0,3$ мкм. Порошок относится к категории весьма тонкой зернистости [5]. В композиции больше частиц сферичной формы, средний размер составил $4 \pm 0,5$ мкм

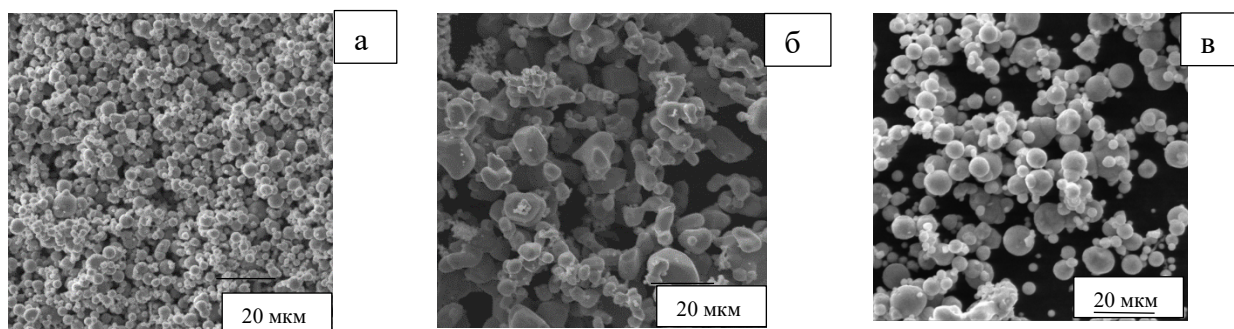


Рисунок 1 – РЭМ-изображения порошков железа и хрома:

а) порошок железа марки ВМ, б) порошок хрома марки ПХ- 1С, в) порошковая смесь

Результаты измерения насыпной плотности и ситового анализа для порошка железа, порошка хрома и порошковой композиции 98,6 %Fe-0,4 %C-1 %Cr представлены в виде гистограмм на рисунке 2. Видно, что насыпная плотность порошка железа меньше, чем у порошка хрома на 12 %. По результатам ситового анализа видно, что наибольший суммарный выход всех порошков составил фракцию 63-80 мкм. Есть небольшой выход крупной фракции и для всех порошков составил примерно 13 %.