

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ПОРОШКОВ АЛЮМОМАГНИЕВОЙ ШПИНЕЛИ ПОЛУЧЕННЫХ РАЗНЫМИ МЕТОДАМИ

Лю Синьйюй студент группы 154Б12,
Илела А.Э., к.т.н., доцент ОМ ИШНПТ
НИ ТПУ, 634050, г. Томск, пр. Ленина 30
Тел. +79131035945
e-mail: 10detahy@tpu.ru

Введение. Алюмомагниева шпинель (MgAl_2O_4) обладает прекрасными химическими, термическими, диэлектрическими, механическими и оптическими свойствами и представляет собой материал с кубической кристаллической структурой [1, 2]. В качестве керамического материала ее можно использовать в электронных устройствах, оптических устройствах, медицине и других областях. Сегодня алюмомагниева шпинель (MgAl_2O_4) стала одним из незаменимых и важных материалов в современной технике и науке [3, 4]. В связи с этим поиск недорогих и несложных в аппаратном исполнении методов синтеза порошков шпинели является актуальной задачей.

В нашей работе нанопорошки получали с помощью установки Nano Spray Dryer B-90. Нано-распылительная сушилка была разработана для получения частиц размером от 300 нм до 10 мкм из суспензий.

Цель работ – синтез порошков алюмомагниевой шпинели из суспензий гидроксидов различными способами и исследование их свойств.

Экспериментальные методики. В качестве исходных компонентов были использованы $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ и $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Далее из них были получены 0,5 М растворы солей алюминия и магния, используемые в качестве прекурсоров. Данные составы выдерживали в течение суток и затем смешивали в нужных пропорциях $[\text{Al}^{3+}] : [\text{Mg}^{2+}] = 80 : 20$. Все растворы готовили с использованием дистиллированной воды. Суспензию оксидов и гидроксидов получали методом обратного осаждения путем добавления соли к раствору аммиака (NH_4OH). После чего получали были получены порошки MgAl_2O_4 методами фильтрации (Ф), микроволнового синтеза (СВЧ) и нанораспылительной сушки (НРС) на установке Nano Spray Dryer B-90 (Швейцария).

Результаты и обсуждение. На рис. 1, а показан внешний вид синтезированных порошков MgAl_2O_4 . В каждой пробирке размещали по 0,5 г порошка и оценена высота столба, занимаемого порошком.

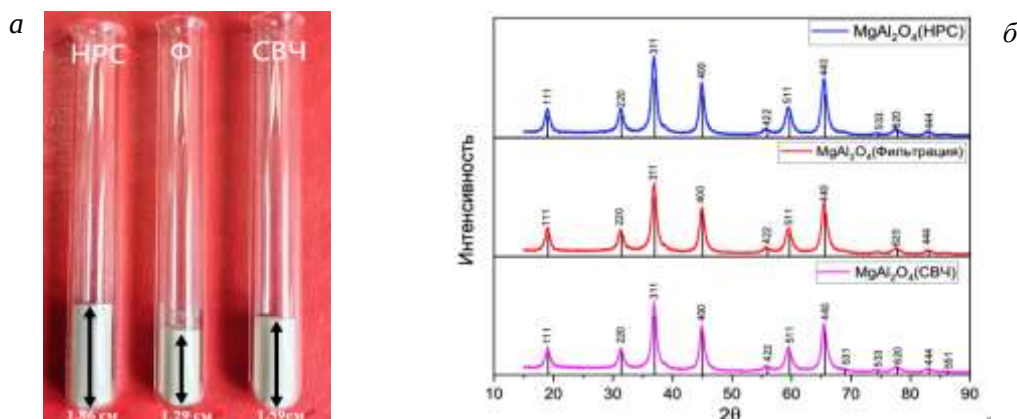


Рис. 1. (а) Порошки $m = 0,5$ гр; (б) дифрактограммы порошков MgAl_2O_4 после отжига при 900°C

Пробирка с порошком, полученным НРС, имеет самую большую высоту, соответственно, самые мелкие размеры частиц и большую удельную поверхность. Самый крупный размер частиц, согласно фотографии, должен наблюдаться для порошка, выделенного фильтрацией. После отжига видно (табл. 1), что закономерность, предварительно установленная по измерению столбиков, сохраняется: значения удельной поверхности меняются в ряду НРС > СВЧ > Ф.

В табл.1 приведены результаты РФА порошков, полученных на установке распылительной сушки, методом фильтрации и СВЧ. Из таблицы видно, что использование трёх разных методов показало различия в размерах ОКР порошков. Методы нанораспылительной и СВЧ сушки обеспечивают меньшее значение ОКР по сравнению с фильтрацией.

Таблица 1

Результаты БЭТ и РФА анализ $MgAl_2O_4$

Метод	Суд, м ² /г	T, °C	Фазовый состав, %	ОКР, нм
НРС	120,92 ± 0,44	900	$MgAl_2O_4$ – 100	14,42
Фильтрация	101,05 ± 5,51	900	$MgAl_2O_4$ – 100	11,81
СВЧ	115,61 ± 0,79	900	$MgAl_2O_4$ – 100	11,82

Фильтрация



СВЧ



Рис. 2. Керамика $MgAl_2O_4$, с помощью методом SPS

Из синтезированных порошков была получена керамика методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС). На рис. 2 показана керамика $MgAl_2O_4$, полученная из порошков СВЧ и синтезированного методом фильтрации. Керамика, полученная методом ЭИПС при температуре 1200 °C характеризуется фазами шпинели и $\alpha-Al_2O_3$, плотность составляет 3,31 и 3,67 г/см³, соответственно.

Таким образом, керамика, синтезированная из порошка, полученного методом фильтрации, обладает большей плотностью.

Заключение

В рамках работы разными методами были синтезированы нанопорошки $MgAl_2O_4$, сделаны следующие выводы:

1. Удельная поверхность частиц, полученных нанораспылительной сушкой, фильтрацией и СВЧ составляет 121, 101 и 116 м²/г, соответственно.
2. РФА анализ порошков, полученных каждым из представленных методов, показал, что при температурах 900 °C фазовый состав характеризуется только фазой шпинели. Рассчитанные размеры ОКР, порошков, полученных нанораспылительной сушкой, фильтрацией и СВЧ составляет 11,81, 14,42, 11,83 нм, соответственно.

Список литературы

1. Wenyu Zan, Beiyue Ma, Yutong Cao, Jialong Tian, Zhangyan Zhou, Lulu Wang, Zhouhua Jiang. Preparation and performance optimization of MgAlO spinel materials by single-step reaction sintering // *Ceramics International*. – 2023. – Vol. 49(14 A). – P. 23567–23578.
2. Salema A., Motevalian. The Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline $MgAl_2O_4$ Spinel by Modified Sol-gel // *Наноматериалы*. – 2014. – С. 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). – С. 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.