

**НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ**  
**INORGANIC CHEMISTRY**

УДК 661.635  
<https://doi.org/10.29235/1561-8331-2021-57-3-310-319>

Поступила в редакцию 10.06.2021  
Received 10.06.2021

**Л. С. Ещенко, О. В. Понятовский**

*Белорусский государственный технологический университет, Минск, Беларусь*

**ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ АЛЮМОФOSФАТОВ  
СОСТАВА  $AlPO_4 \cdot nH_2O$**

**Аннотация.** Методом конденсации при гидротермальной обработке алюмофосфатных растворов с концентрацией (г/л)  $Al_2O_3$  90 – 115,  $P_2O_5$  340 – 440 в интервале температур 95–99 °С получен ортофосфат алюминия состава  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  с моноклинной структурой, идентичной структуре природного минерала метаварисцита. Впервые установлена роль старения алюмофосфатной системы в сокращении индукционного периода, одновременном зарождении первичных частиц во всем объеме раствора и образовании пастообразного продукта с преобладающим размером частиц 1–10 мкм в отличие от 30–50 мкм, характерного для мелкокристаллического, получаемого без старения раствора. Показано, что пастообразный  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$ , по сравнению с мелкокристаллическим, является труднорастворимым в HCl даже при длительном нагревании. Установлено влияние содержания  $P_2O_5$  в алюмофосфатном растворе, условий его старения, продолжительности гидротермальной обработки на распределение частиц по размерам для синтезируемых ортофосфатов алюминия. Безводный алюмофосфат, полученный дегидратацией пастообразного  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  в интервале 150–200 °С с последующей термообработкой при 900 °С, хорошо растворим в кислотах, преобладающий размер частиц составляет 5–13 мкм.

**Ключевые слова:** гидратированный ортофосфат алюминия, гидротермальная обработка, кристаллизация, фазообразование, безводный алюмофосфат, дисперсность, распределение частиц по размерам

**Для цитирования.** Ещенко, Л. С. Особенности синтеза высокодисперсных алюмофосфатов состава  $AlPO_4 \cdot nH_2O$  / Л. С. Ещенко, О. В. Понятовский // Вес. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. хим. наук. – 2021. – Т. 57, № 3. – С. 310–319. <https://doi.org/10.29235/1561-8331-2021-57-3-310-319>

**L. S. Eshchenko, A. V. Paniatouski**

*Belarusian State Technological University, Minsk, Belarus*

**FEATURES OF THE SYNTHESIS OF HIGHLY DISPERSED  
ALUMOPHOSPHATES  $AlPO_4 \cdot nH_2O$**

**Abstract.** Aluminum orthophosphate of the composition  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  with a monoclinic structure identical to the structure of the natural mineral metavariscite was obtained by condensation method during hydrothermal treatment of alumophosphate solutions with a concentration (g/l) of  $Al_2O_3$  90 – 115,  $P_2O_5$  340 – 440 in the temperature range 95–99 °С. For the first time, the role of aging of the alumophosphate system in shortening of the induction period, simultaneous nucleation of primary particles in the entire volume of the solution and the formation of a pasty product with a predominant particle size of 1–10 μm, in contrast to 30–50 μm, characteristic of a fine-crystalline product obtained without aging of the solution, is established. It is shown that pasty  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$ , in comparison with fine-crystalline, is hardly soluble in HCl even under prolonged heating. The influence of  $P_2O_5$  content in the alumophosphate solution, the conditions of its aging and the duration of hydrothermal treatment on the particle size distribution for synthesized aluminum orthophosphates have been established. Anhydrous alumophosphate obtained by dehydration of pasty  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  in the temperature range of 150–200 °С with subsequent heat treatment at 900 °С is readily soluble in acids, and the predominant particle size is 5–13 μm.

**Keywords:** hydrated aluminum orthophosphate, hydrothermal treatment, crystallization, phase formation, anhydrous alumophosphate, dispersion, particle size distribution

**For citation.** Eshchenko L. S., Paniatouski A. V. Features of the synthesis of highly dispersed alumophosphates  $AlPO_4 \cdot nH_2O$ . *Vestsi Natsyonal'nei akademii navuk Belarusi. Seryya khimichnyh navuk = Proceedings of the National Academy of Science of Belarus. Chemical series*, 2021, vol. 57, no. 3, pp. 310–319 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8331-2021-57-3-310-319>

**Введение.** Исследования последних лет показали, что существенный вклад в свойства вещества вносит его поверхность, удельная доля которой значительна для высокодисперсных соединений. Поэтому во всем мире интенсивно ведутся работы, посвященные исследованию «размерного эффекта» – зависимости свойств твердых тел от размера составляющих его кристаллов. Наличие обширного комплекса свойств, имеющих отчетливо выраженную размерную зависимость, характерно для алюмофосфатов, которые могут быть получены в виде высокодисперсных рентгеноаморфных и кристаллических продуктов [1, 2]. В настоящее время кристаллические алюмофосфаты состава  $AlPO_4 \cdot nH_2O$  привлекли значительный интерес в связи с возможностью их применения как дисперсной фазы для создания эффективных электроуправляемых материалов [3–5]. Известно [6–8], что в качестве дисперсной фазы, как наполнителя электрореологических суспензий, применяют наноразмерные неорганические соединения заданного состава и свойств. В этой связи получение высокодисперсных алюмофосфатов как гидратированных, так и безводных является важной и актуальной задачей.

Согласно [9–12], алюмофосфаты состава  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  с орторомбической и моноклинной структурой (минералогическое название варисцит и метаварисцит соответственно) кристаллизуются из кислых алюмофосфатных растворов ( $pH < 6$ ) при температурах ниже  $200\text{ }^\circ\text{C}$ . Метаварисцит кристаллизуется в концентрированных растворах, а варисцит – в разбавленных. Кроме варисцита и метаварисцита существуют гидраты с общим составом  $AlPO_4 \cdot xH_2O$  ( $1 \leq x \leq 3$ ) [10–12], в которых содержание воды уменьшается с повышением температуры [12]. Отмечается [1, 2, 9–12], что получаемые кристаллизацией из раствора ортофосфаты алюминия являются мелкокристаллическими, растворимыми в кислотах при нагревании. Сведения о влиянии условий кристаллизации на размер образующихся частиц алюмофосфата в литературе практически отсутствуют.

Исходя из классических представлений фазообразования, размер частиц кристаллизующейся твердой фазы обусловлен концентрационной границей между метастабильным и лабильным состоянием раствора, что регулируется степенью пересыщения в водно-солевой системе [13]. Применительно к алюмофосфатным растворам следует отметить, что для них характерен сложный ионный состав, поскольку в фосфорной кислоте в зависимости от ее концентрации присутствуют как мономерные ионы ( $H_2PO_4^-$ ,  $HPO_4^{2-}$ ,  $PO_4^{3-}$ ) и недиссоциированные молекулы, так и различные димерные формы ( $H_6P_2O_8$ ,  $H_5P_2O_8^-$ ,  $H_4P_2O_8^{2-}$ ,  $H_3P_2O_8^{3-}$ ). Широкий набор фосфатных анионов и молекул в алюмофосфатных растворах обуславливает образование в системе  $Al_2O_3$ – $P_2O_5$ – $H_2O$  метастабильных акваалюмофосфатных комплексов, устойчивость которых зависит от ряда факторов. Согласно [9], в концентрированном алюмофосфатном растворе, в котором происходит кристаллизация  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$ , алюминий, скорее всего, связан в комплекс  $[Al(OPO_3H)(H_2O)_5]^+$ . Увеличение концентрации алюмофосфатных ионов такого состава и достижение пересыщения в системе  $Al_2O_3$ – $P_2O_5$ – $H_2O$  наблюдается в индукционный период, продолжительность которого зависит от многих факторов, влияющих на существование раствора в метастабильном состоянии. Ранее показано [14], что при кристаллизации алюмофосфата продолжительность индукционного периода сокращается при наличии стадии старения алюмофосфатного раствора, получаемого растворением  $Al(OH)_3$  в  $H_3PO_4$ . Данный факт может свидетельствовать о возможности регулирования степени пересыщения и, следовательно, размера первичных частиц за счет старения алюмофосфатного раствора перед стадией гидротермальной конденсации.

Цель работы – установление зависимости между условиями фазообразования, определяющими степень пересыщения, составом, дисперсностью кристаллизующегося гидратированного алюмофосфата и безводного  $AlPO_4$  на его основе.

**Методология работы.** Кристаллизацию гидратированного ортофосфата алюминия осуществляли в гидротермальных условиях при  $97$ – $99\text{ }^\circ\text{C}$  без перемешивания из алюмофосфатных растворов с концентрацией  $P_2O_5$  от  $340$  до  $440$  г/л, полученных растворением  $Al(OH)_3$  в  $H_3PO_4$  при мольном соотношении  $P_2O_5/Al_2O_3 \sim 3,0$  –  $2,75$ . Содержание  $H_3PO_4$  в растворе фосфорной кислоты составляло  $50,0$  мас.%, температуру растворения  $Al(OH)_3$  варьировали в интервале  $80$ – $95\text{ }^\circ\text{C}$ .



Гидроксид алюминия с размером частиц 20–100 мкм растворяли порциями, до полного исчезновения твердой фазы в растворе.

Образующуюся после гидротермальной обработки алюмофосфатного раствора суспензию или пастообразную массу разделяли «горячим» фильтрованием на твердую и жидкую фазы, затем осадок промывали водой с температурой 70–80 °С до отрицательной реакции на  $\text{PO}_4^{3-}$ -анионы. Отмытый осадок сушили при температуре 50–60 °С до постоянной массы и анализировали на содержание кристаллизационной  $\text{H}_2\text{O}$ . Безводный  $\text{AlPO}_4$  получали дегидратацией при температуре 150–200 °С с последующей термообработкой при температуре 800–900 °С в течение 30–40 мин.

Химический состав синтезированных соединений устанавливали на основании содержания основных компонентов ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ), определенных по известным методикам, фазовый состав – с помощью рентгеновского дифрактометра 08 ADVANCE фирмы BRUKER AXS (Германия). Размер частиц и распределение их по размерам исследовали с помощью лазерного микроанализатора FRITSCH ANALYSETTE 22 (Германия). Данные дисперсного анализа соответствуют распределению частиц по массе.

**Результаты исследований и их обсуждение.** Условия получения алюмофосфатных растворов, их характеристика представлены на рис. 1 и в табл. 1.

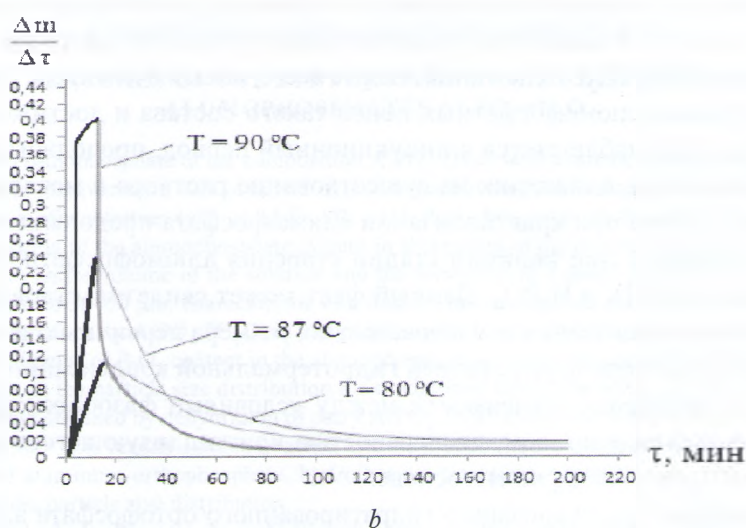
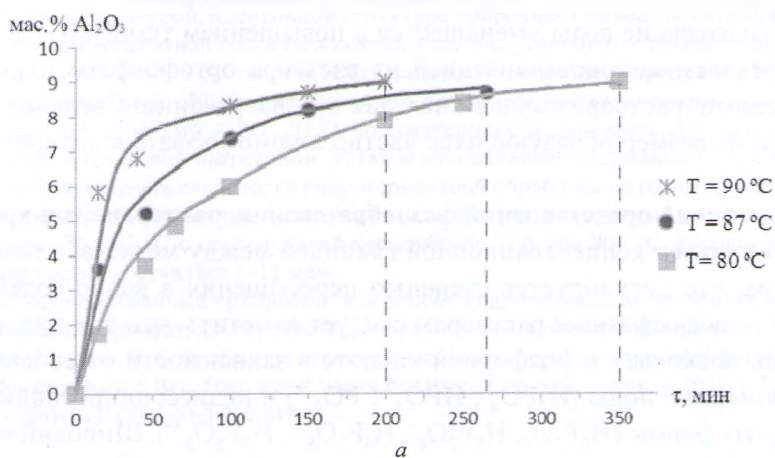


Рис. 1. Зависимость содержания  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в алюмофосфатном растворе от температуры и продолжительности растворения (a); скорости растворения гидроксида алюминия в фосфорной кислоте (b)

Fig. 1. The dependence of the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  content in the alumophosphate solution on the temperature and duration of dissolution (a); the rate of dissolution of aluminum hydroxide in phosphoric acid (b)

Согласно рис. 1, а, продолжительность получения алюмофосфатного раствора с содержанием  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , равным 8,7 мас.%, зависит от температуры растворения и сокращается в 1,75 раза при ее повышении от 80 до 90 °С. Влияние температуры на скорость растворения  $\text{Al}(\text{OH})_3$  в  $\text{H}_3\text{PO}_4$  показано на рис. 1, б, из которого следует, что максимальная скорость растворения характерна для первых 15–20 мин, затем резко падает, в результате чего продолжительность процесса составляет несколько часов даже при температуре 90 °С. Снижение скорости растворения  $\text{Al}(\text{OH})_3$  связано как с насыщением раствора фосфорной кислоты соединениями алюминия и, следовательно, уменьшением движущей силы процесса, так и с наличием крупных частиц гидроксида алюминия до 500 мкм, что было отмечено выше.

Как следует из табл. 1, при растворении  $\text{Al}(\text{OH})_3$  в  $\text{H}_3\text{PO}_4$  в интервале температур 80–90 °С образуются концентрированные устойчивые растворы, в которых степень пересыщения ниже критической для конденсации твердой фазы, в частности  $\text{AlPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ .

Таблица 1. Характеристика алюмофосфатных растворов

Table 1. Characteristics of alumophosphate solutions

Соотношение $\text{P}_2\text{O}_5/\text{Al}_2\text{O}_3$ при растворении	Температура растворения, °С	Плотность раствора, г/см <sup>3</sup>	рН раствора	Визуальная оценка раствора	Содержание $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{P}_2\text{O}_5$ в растворе, мас.%/г/л
3,0	80	1,395	0,69	Вязкий с матовым оттенком	8,70/465
	87	1,405			
	90	1,407			
2,75	95	1,380	0,73	Образовалась твердая фаза в объеме раствора	8,99/460
3,0	95	1,410			

Повышение температуры до 95 °С приводит к конденсации, которая протекает параллельно с процессом растворения  $\text{Al}(\text{OH})_3$  в  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Известно, что фосфат алюминия с мольным соотношением  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{P}_2\text{O}_5 = 1,0$  независимо от структуры (моноклинная или орторомбическая) имеет отрицательный коэффициент растворимости, максимальное значение которого достигается при 170 °С [15].

В табл. 2 представлены результаты исследования влияния условий фазообразования в алюмофосфатной системе, гидротермально обработанной при 97–99 °С, на состав и форму образующейся твердой фазы. Из данных следует, что кристаллизации алюмофосфата предшествует индукционный период, продолжительность которого зависит от условий старения алюмофосфатного раствора и его концентрации.

Установлено, что в свежеприготовленном растворе при его нагревании до 97–99 °С конденсация твердой фазы начинается через 15–20 ч (образец № 8, табл. 2). При этом первоначально формируется небольшой слой осадка, объем которого увеличивается в процессе гидротермальной обработки алюмофосфатного раствора, по-видимому, за счет роста первичных частиц. Полученный продукт является мелкокристаллическим, хорошо отстаивающимся. При старении алюмофосфатного раствора при комнатной температуре в течение 24 ч (образец № 9, табл. 2) и последующей гидротермальной обработке процесс образования твердой фазы имеет такой же характер, хотя продолжительность индукционного периода сокращается до 10–12 ч.

Отличительные черты фазообразования наблюдаются в случае старения алюмофосфатного раствора при 60–70 °С с последующим его нагреванием до 97–99 °С. Продолжительность индукционного периода при этом резко сокращается (табл. 2). Образование зародышей в исследуемой системе происходит одновременно во всем объеме раствора, в результате их агломерации образуется пастообразная масса, практически не разделяющаяся на твердую и жидкую фазы (образцы № 1–3, 5, 6, 12, табл. 2). Несмотря на различную форму кристаллизующегося продукта (пастообразный, хорошо отстаивающийся), во всех исследуемых образцах мольное соотношение  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{P}_2\text{O}_5$  находится на уровне 1,0 с небольшим отклонением из-за погрешности методов определения  $\text{P}_2\text{O}_5$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Содержание  $\text{H}_2\text{O}$  в продуктах после их сушки до постоянной массы при 60–70 °С составляет 23,0–25,0 мас.% и соответствует двум молям кристаллизационной воды в составе  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Согласно полученным данным, гидратированный алюмофосфат, кристал-



лизующийся в виде пастообразного продукта, является труднорастворимым соединением в HCl даже при длительном нагревании при 80 °С. Это явление не согласуется с известными данными по растворимости  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  и вызывает особый интерес. Характерно, что частично или полностью обезвоженный пастообразный алюмофосфат быстро растворяется в HCl. Полученные экспериментальные данные о влиянии старения раствора на процесс кристаллизации алюмофосфата и его свойства можно объяснить, скорее всего, как различной концентрацией фазообразующих алюмофосфатных комплексов в старевших и не старевших растворах перед их гидротермальной обработкой, так и их составом. Конденсация твердой фазы в виде пастообразного продукта может быть связана с тем, что уже на стадии старения алюмофосфатного раствора при 60–70 °С достигается равновесное содержание, близкое к критическому, растворимых алюмофосфатных комплексов в виде кластеров, содержащих молекулы малоразличающихся по структуре, что приводит при повышении температуры до 97–98 °С к быстрому относительному пересыщению и вследствие этого к зародышеобразованию во всем объеме раствора. Образовавшиеся наночастицы укрупняются за счет их объединения в агрегаты [13].

Таблица 2. Условия кристаллизации и результаты исследования алюмофосфата

Table 2. Crystallization conditions and results of alumophosphate analysis

Номер образца	Условия гидротермальной обработки					Результаты исследования твердой фазы			
	мольное соотношение $P_2O_5/Al_2O_3$ в растворе	концентрация $P_2O_5$ в растворе, г/л	температура и продолжительность старения раствора, °С/ч	продолжительность кристаллизации при температуре 95–97 °С, ч	продолжительность индукционного периода, ч	мольное соотношение $P_2O_5/Al_2O_3$ в твердой фазе	фазовый состав	характеристика продукта	
1	2,75 : 1	340	60–70/24	48	5	1,0 : 1,03	Моноклинная структура, идентичная природному минералу метаварисциту	Пастообразная масса в объеме раствора	
2		380	60–7/24	48	7	1,0 : 0,99			
3		400	60–70/24	48	5	1,0 : 0,98			
5		420	60–70/24	48	6	1,0 : 0,97			
6		440	60–70/24	48	8	1,0 : 1,01			
7		460	60–70/24	-----	-----	-----			Кристаллизация не произошла, твердая фаза отсутствует
8		400		без старения	48	15–20	1,0 : 1,01	Моноклинная структура, идентичная природному минералу метаварисциту	Уплотненный слой продукта
9				20/24	48	10–12	1,0 : 1,02		
10				без старения	72	15–20	1,0 : 1,01		
11				20/24	72	10–12	1,0 : 1,0		
12				60–70/24	72	6	1,0 : 0,98		

Следует отметить, что при концентрации  $P_2O_5$  в алюмофосфатном растворе, равной 460 г/л, кристаллизация твердой фазы не происходит независимо от температуры и продолжительности его старения и гидротермальной обработки (табл. 2). Это обусловлено, вероятно, высокой вязкостью и плотностью раствора, ( $\rho = 1,400 \text{ г/см}^3$ ), в результате того что в концентрированных растворах фосфорной кислоты алюмофосфатные комплексы, согласно [9], могут конденсироваться в трехмерные связанные накрест полимеры.

Фазовый состав синтезированных алюмофосфатов, согласно рентгенографическому анализу, практически одинаковый. На рентгенограмме, представленной на рис. 2, видно, что синтезированные соединения можно идентифицировать как ортофосфат, имеющий моноклинную структуру, аналогичную природному минералу метаварисциту состава  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$ .

Исследование дисперсности полученных алюмофосфатов показало, что они отличаются распределением частиц по размерам в зависимости от условий синтеза. Наиболее существенное влияние на дисперсность оказывает наличие условий старения алюмофосфатного раствора. Мелко-

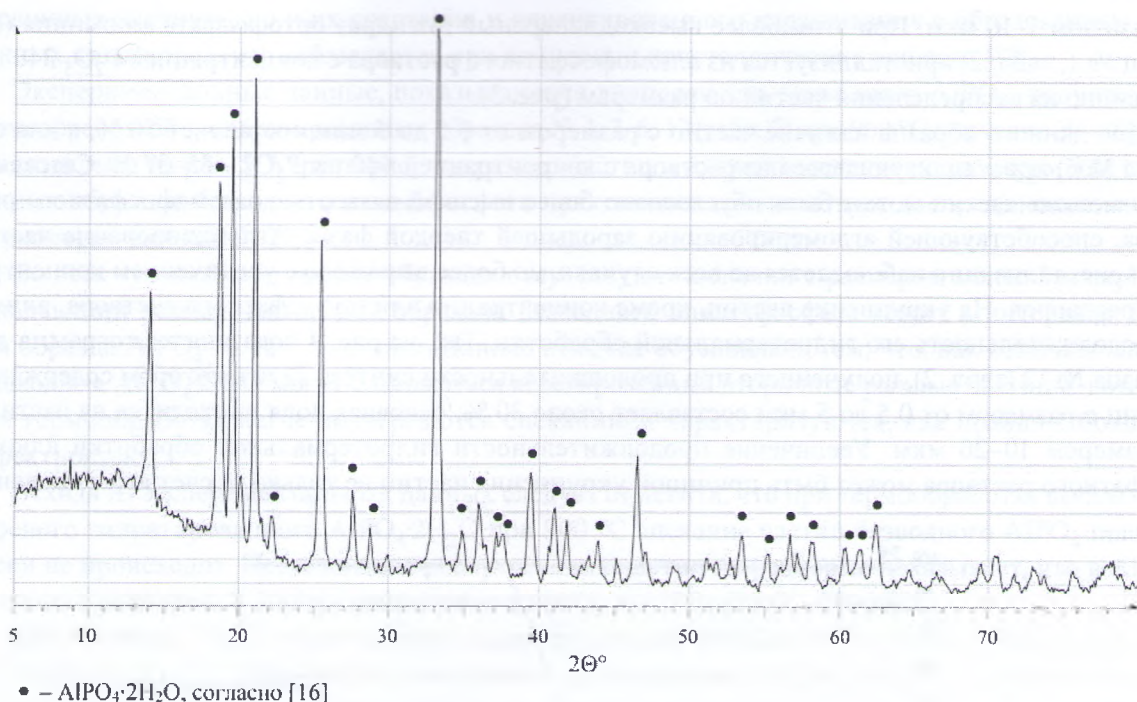


Рис. 2. Рентгенограмма гидратированного алюмофосфата  
 Fig. 2. X-ray diffraction pattern of hydrated alumophosphate

кристаллический, хорошо отстаивающийся ортофосфат алюминия, полученный кристаллизацией из свежеприготовленного раствора с концентрацией  $\text{P}_2\text{O}_5$  равной 400 г/л, содержит частицы с преобладающим размером 30–50 мкм (образец № 8, табл. 2). Практически такую же дисперсность имеет и алюмофосфат (образец № 9, табл. 2), кристаллизующийся из алюмофосфатного раствора, старевшего при комнатной температуре.

Для образцов  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , кристаллизующихся в форме пастообразного продукта, характерно наличие значительной доли частиц с размером менее 5 мкм. Из представленных на рис. 3 зависимостей следует, что в образцах № 1 и 6 (табл. 2), преобладают частицы преимущественно

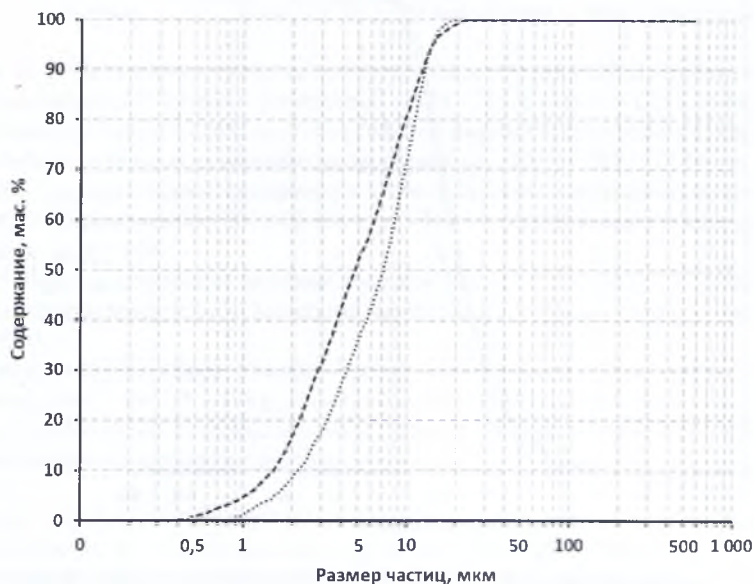


Рис. 3. Распределение частиц по размерам для образцов гидратированного алюмофосфата № 1 и 6 (табл. 2)  
 Fig. 3. Particle size distribution for samples of hydrated alumophosphate № 1 and 6 (Table 2)



с размером 1–10 мкм. При этом более высокодисперсный дигидрат ортофосфата алюминия (образец № 1, табл. 2) кристаллизуется из алюмофосфатного раствора с концентрацией  $P_2O_5$  340 г/л, что видно из распределения частиц по размерам (рис. 3).

Для данного образца наличие частиц с размером от 0,5 до 5 мкм составляет 50 %, а для образца № 6, кристаллизующегося из раствора с концентрацией 440 г/л  $P_2O_5$  – 35–37 %. Снижение доли мелких частиц может быть обусловлено более высокой вязкостью алюмофосфатного раствора, способствующей агломерированию зародышей твердой фазы. Агломерирование частиц при кристаллизации наблюдается во всех случаях, но более выражено с увеличением концентрации растворов. На укрупнение частиц, кроме концентрации алюмофосфатного раствора, влияет и продолжительность его гидротермальной обработки. Так, на рис. 4 показана гистограмма для образца № 12 (табл. 2), полученного при продолжительности синтеза 72 ч, в котором содержание частиц с размером от 0,5 до 5 мкм составляет около 30 %, основная доля приходится на частицы с размером 10–20 мкм. Увеличение продолжительности гидротермальной обработки алюмофосфатного раствора может быть причиной укрупнения частиц не только за счет агрегирования

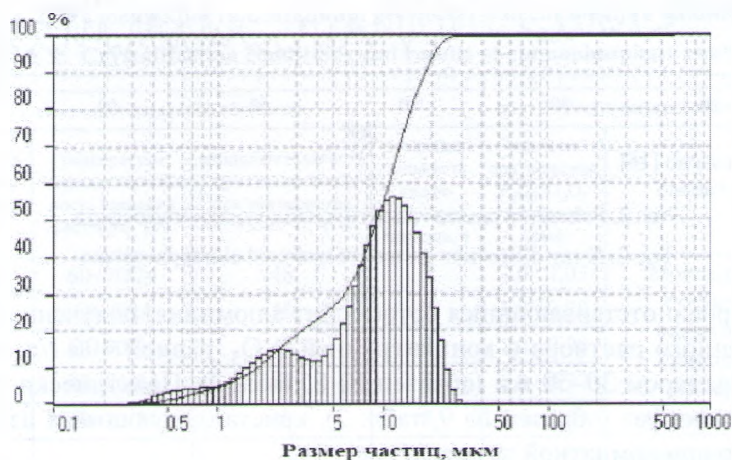


Рис. 4. Гистограмма образца № 12 (табл. 2)

Fig. 4. Histogram of sample № 12 (Table 2)

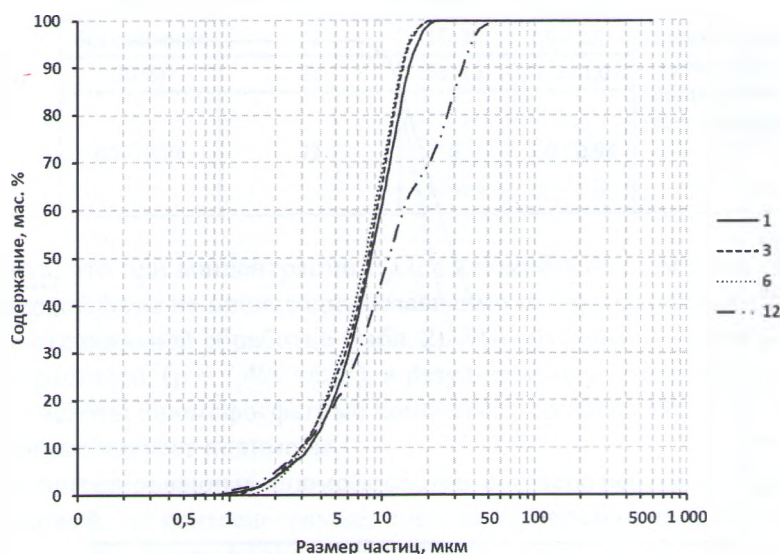


Рис. 5. Распределение частиц по размерам для образцов безводного алюмофосфата. Образцы  $AlPO_4$  получены термообработкой  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  № 1, 3, 6, 12 (табл. 2)

Fig. 5. Particle size distribution for samples of anhydrous alumophosphate.  $AlPO_4$  samples were obtained by heat treatment of  $AlPO_4 \cdot 2H_2O$  under the numbers 1, 3, 6, 12 (Table 2)

первичных частичек, но и их срастания и ориентированного наращивания с образованием вторичных кристаллов, что наблюдается при получении кристаллических веществ [13].

Экспериментальные данные, показывающие дисперсность безводного  $\text{AlPO}_4$ , получаемого термообработкой дегидратированных образцов № 1, 3, 6, 12 (табл. 2) при  $900\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 30–40 мин, представлены на рис. 5. Характерно, что размер частиц и их распределение по размерам для полученных образцов безводного алюмофосфата практически соответствует распределению частиц по размерам для  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Во всех термообработанных образцах отсутствуют частички с размером менее 2 мкм. Преобладающий размер частиц для образцов безводного алюмофосфата лежит в интервале 5–13, для образца  $\text{AlPO}_4$  № 12 – 8–35 мкм. Данное отличие обусловлено тем, что, как отмечено выше, в исходном  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  могут содержаться агрегированные вторичные рыхлые частицы, которые при термообработке легче подвергаются спеканию и характеризуются, как правило, большей дефектностью.

Исходя из экспериментальных данных следует отметить, что при термообработке высокодисперсного гидратированного  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  при  $900\text{ }^\circ\text{C}$  спекание частиц безводного  $\text{AlPO}_4$  практически не происходит. Исследование распределения частиц по размерам показывает, что в  $\text{AlPO}_4$  частицы с размером 2–10 мкм составляют до 60 %, в  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  – 70–80 %.

**Заключение.** Таким образом, при гидротермальной обработке растворов с концентрацией  $\text{Al}_2\text{O}_3$  90–115 г/л,  $\text{P}_2\text{O}_5$  340–440 г/л, полученных растворением  $\text{Al}(\text{OH})_3$  в  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , дисперсность дигидрата ортофосфата алюминия зависит от условий его кристаллизации. Основным фактором, определяющим размер частиц  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , имеющего моноклинную структуру, является температура и продолжительность старения алюмофосфатного раствора. Преобладающий размер частиц  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , кристаллизующегося при  $97\text{--}99\text{ }^\circ\text{C}$  из раствора, предварительно старевшего при  $60\text{--}70\text{ }^\circ\text{C}$ , составляет 1–10, без старения – 30–50 мкм. Наблюдаемое укрупнение частиц при увеличении продолжительности гидротермального синтеза  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  связано с образованием вторичных кристаллов. При термообработке  $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (преобладающий размер частиц 1–10 мкм) при  $900\text{ }^\circ\text{C}$  образуется безводный  $\text{AlPO}_4$  с размером частиц в интервале 2–15 мкм.

### Список использованных источников

1. Гребенько, Н. В. Влияние условий получения фосфатов алюминия на их физико-химические свойства / Н. В. Гребенько, Л. С. Ещенко, М. И. Кушель // Изв. ВУЗов. Химия и хим. технология. – 1976. – Т. 19, вып. 7. – С. 1070–1073.
2. Гребенько, Н. В. Получение и свойства ортофосфатов алюминия / Н. В. Гребенько, Л. С. Ещенко, В. В. Печковский // Изв. Акад. наук СССР. Неорганич. материалы. – 1978. – Т. 14, вып. 3. – С. 136–140.
3. Получение наполнителей для ЭРС на основе гидратированного ортофосфата алюминия / Л. С. Ещенко [и др.] // Труды БГТУ. Сер. химия и технология неорганических веществ. – 2015. – № 3. – С. 56–63.
4. Влияние структуры дигидрата ортофосфата алюминия на его электрореологическую активность / Е. В. Лавская [и др.] // Тепло- и массоперенос–2014: сб. науч. тр. / Ин-т тепло- и массопереноса им. А. В. Лыкова НАН Беларуси. – Минск, 2015. – С. 263–270.
5. Разработка составов дисперсных наполнителей для ЭРС / Л. С. Ещенко [и др.] // Фуллерены и наноструктуры в конденсированных средах; материалы XI Междунар. науч. конф., 24–26 нояб. 2020 г., Минск. – Минск: ИТМО НАН Беларуси, 2020. – С. 21–26.
6. Hao, T. Electrorheological Fluids. The Non-aqueous Suspensions / T. Hao. – 1st ed. – Cambridge, Massachusetts, USA: Elsevier Science, 2005. – Vol. 22. – 578 p. [https://doi.org/10.1016/s1383-7303\(05\)x8015-2](https://doi.org/10.1016/s1383-7303(05)x8015-2)
7. Влияние условий получения наноразмерного диоксида титана, модифицированного алюминием, на эффективность его применения в электрореологических дисперсиях / А. Н. Мурашкевич [и др.] // Коллоид. журн. – 2017. – Т. 79, № 1. – С. 65–72.
8. Tang, H. Giant electrorheological effects of aluminum-doped  $\text{TiO}_2$  nanoparticles / H. Tang, J. He, J. Persello // Particulate. – 2010. – Vol. 8, N 5. – P. 442–446. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2010.07.007>
9. Kniep, R. Orthophosphates in the system  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-H}_2\text{O}$  / R. Kniep // Angewandte Chemie International Edition in English. – 1986. – Vol. 25, N 6. – P. 525–534. <https://doi.org/10.1002/anie.198605251>
10. Kolb, E. D. Solubility and Growth of  $\text{AlPO}_4$  in a hydrothermal solvent:  $\text{HCl}$  / E. D. Kolb, J. C. Grenier, R. A. Laudise // Journal of Crystal Growth. – 1981. – Vol. 51, N 2. – P. 178–182. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(81\)90299-2](https://doi.org/10.1016/0022-0248(81)90299-2)



11. Solubility, crystal growth and perfection of aluminium orthophosphate / E. D. Kolb [et al.] // *Journal of Crystal Growth*. – 1980. – Vol. 50, N 2. – P. 404–418. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(80\)90088-3](https://doi.org/10.1016/0022-0248(80)90088-3)
12. Bothe, Jr. J. V. Reactivity of alumina toward phosphoric acid / Jr. J. V. Bothe, P. W. Brown // *Journal of the American Ceramic Society*. – 1993. – Vol. 76, N 9. – P. 2353–2358. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1993.tb07776.x>
13. Мелихов, И. В. Физико-химическая эволюция твердого вещества / И. В. Мелихов. – М.: БИНОМ. Лаб. знаний, 2006. – 309 с.
14. Eshchenko, L. S. Preparation of microcrystalline hydrated aluminum orthophosphate / L. S. Eshchenko, A. V. Paniatouski // *The latest research in modern science: experience, traditions and innovations: Collected scientific articles of the X International scientific conference on February 18 – 19, Morrisville, NC, USA, 2020*. – Lulu Press, Morrisville, NC, USA, 2020. – P. 21–26.
15. Kotova, N. P. Stability of strontium aluminophosphates in the system  $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5-\text{HO}$  at  $T = 25-350^\circ\text{C}$  and  $P = \text{Psat} - 500 \text{ bar}$  / N. P. Kotova, L. P. Ivanov // *Geochemistry International*. – 2000. – Vol. 38. – P. 138–143.
16. JCPDS International Centre for Diffraction Data [Electronic Resource]. – Mode of access: <https://www.icdd.com/>

## References

1. Greben'ko N. V., Eshchenko L. S., Kushel' M. I. Influence of conditions for obtaining aluminum phosphates on their physicochemical properties. *Izvestiya VUZov. Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya = Russian journal of chemistry and chemical technology*, 1976, vol. 19, iss. 7, pp. 1070–1073 (in Russian).
2. Greben'ko N. V., Eshchenko L. S., Pechkovskii V. V. Preparation and properties of aluminum orthophosphates. *Izvestiya Akademii nauk SSSR. Neorganicheskie materialy = Proceedings of the NAS of the USSR. Inorganic materials*, 1978, vol. 14, iss. 3, pp. 136–140 (in Russian).
3. Eshchenko L. S., Laevskaya E. V., Korobko E. V., Novikova Z. A. Preparation of fillers for ERS based on hydrated aluminum orthophosphate. *Trudy BSTU, Seriya Khimiya i tekhnologiya neorganicheskikh veshchestv = Proceedings of BSTU. Chemistry and technology of inorganic substances*, 2015, no. 3, pp. 56–63 (in Russian).
4. Laevskaya E. V., Eshchenko L. S., Korobko E. V., Novikova Z. A., Unal Kh. I. Influence of the structure of aluminum orthophosphate dihydrate on its electrorheological activity. *Teplo- i massopereenos-2014: sbornik nauchnykh trudov* [Heat and mass transfer – 2014: collection of articles]. Minsk, A. V. Luikov Institute of Heat and Mass Transfer of the National Academy of Sciences of Belarus, 2015, pp. 263–270 (in Russian).
5. Eshchenko L. S., Ponyatovskii O. V., Korobko E. V., Novikova Z. A. Development of compositions of dispersed fillers for ERS. *Materialy XI Mezhdunarodnoi nauchnoi konferentsii «Fullerenyi nanostruktury v kondensirovannykh sredakh»* [Fullerenes and nanostructures in condensed media, materials of the XI Intern. scientific. conf. 24–26 November, Minsk, 2020]. Minsk, A.V. Luikov Institute of Heat and Mass Transfer of the National Academy of Sciences of Belarus, 2020, pp. 21–26 (in Russian).
6. Hao T. *Electrorheological Fluids. The Non-aqueous Suspensions. Vol. 22*. 1st ed. Cambridge, Massachusetts, USA, Elsevier Science, 2005. 578 p. [https://doi.org/10.1016/s1383-7303\(05\)x8015-2](https://doi.org/10.1016/s1383-7303(05)x8015-2)
7. Murashkevich A. N., Alisienok O. A., Zharskii I. M., Korobko E. V., Novikova Z. A. The effect of the synthesis conditions of aluminum-modified nanosized titanium dioxide on the efficiency of its use in electrorheological dispersions. *Kolloidnyi zhurnal = Colloid Journal*, 2017, vol. 79, no. 1, pp. 87–93. <https://doi.org/10.1134/s1061933x17010100>
8. Tang H., He J., Persello J. Giant electrorheological effects of aluminum-doped  $\text{TiO}_2$  nanoparticles. *Particuology*, 2010, vol. 8, no. 5, pp. 442–446. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2010.07.007>
9. Kniep R. Orthophosphates in the system  $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5-\text{H}_2\text{O}$ . *Angewandte Chemie International Edition in English*, 1986, no. 25, no. 6, pp. 525–534. <https://doi.org/10.1002/anie.198605251>
10. Kolb E. D., Grenier J. C., Laudise R. A. Solubility and Growth of  $\text{AlPO}_4$  in a hydrothermal solvent: HCl. *Journal of Crystal Growth*, 1981, vol. 51, no. 2, pp. 178–182. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(81\)90299-2](https://doi.org/10.1016/0022-0248(81)90299-2)
11. Kolb E. D., Barns R. L., Laudise R. A., Grenier J. C. Solubility, crystal growth and perfection of aluminium orthophosphate. *Journal of Crystal Growth*, 1980, vol. 50, no. 2, pp. 404–418. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(80\)90088-3](https://doi.org/10.1016/0022-0248(80)90088-3)
12. Bothe Jr. J. V., Brown P. W. Reactivity of alumina toward phosphoric acid. *Journal of the American Ceramic Society*, 1993, vol. 76, no. 9, pp. 2353–2358. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1993.tb07776.x>
13. Melikhov I. V. *Physicochemical evolution of solids*. Moscow, BINOM. Laboratoriya znanii Publ., 2006. 309 p. (in Russian).
14. Eshchenko L. S., Paniatouski A. V. Preparation of microcrystalline hydrated aluminum orthophosphate. *The latest research in modern science: experience, traditions and innovations: Collected scientific articles of the X International scientific conference on February 18–19, Morrisville, NC, USA, 2020*. Lulu Press, Morrisville, NC, USA, 2020, pp. 21–26.
15. Kotova N. P., Ivanov L. P. Stability of strontium aluminophosphates in the system  $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5-\text{H}_2\text{O}$  at  $T = 25-350^\circ\text{C}$  and  $P = \text{Psat} - 500 \text{ bar}$ . *Geochemistry International*, 2000, vol. 38, pp. 138–143.
16. JCPDS International Centre for Diffraction Data. Available at: <https://www.icdd.com/>

### Информация об авторах

*Ещенко Людмила Семеновна* – д-р техн. наук, профессор. Белорусский государственный технологический университет (ул. Свердлова 13а, 220006, Минск, Республика Беларусь). E-mail: yeshchanko@belstu.by

*Понятовский Олег Витальевич* – магистр. Белорусский государственный технологический университет (ул. Свердлова 13а, 220006, Минск, Республика Беларусь). E-mail: oleg.ponyatovskiy@gmail.com

### Information about the authors

*Lyudmila S. Eshchenko* – D. Sc. (Engineering), Professor. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova Str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: yeshchanko@belstu.by

*Aleh V. Poniatuski* – M. Sc. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova Str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: oleg.ponyatovskiy@gmail.com