

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

DOI: 10.15593/2224-9400/2022.2.05

Научная статья

УДК 661.635:532.135

Л.С. Ещенко, О.В. Понятовский, Х.Б. ХоджиеваБелорусский государственный технологический
университет, Минск, Беларусь

ВЛИЯНИЕ СПОСОБА И УСЛОВИЙ ПОЛУЧЕНИЯ АЛЮМОФОСФАТА НА ЕГО СОСТАВ И ДИСПЕРСНОСТЬ

Исследован процесс образования алюмофосфата в системе $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$, где карбамид является прекурсором. Исследовано влияние способа и условий синтеза на состав и дисперсность гидратированного и безводного алюмофосфата, представляющего интерес как дисперсная фаза для электрореологических суспензий. Показано, что в системе $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$ при мольном соотношении реагентов, равном 1,0, в зависимости от количества вводимого прекурсора (карбамида) при достижении pH 2,3–2,35 образуются продукты в виде объемного осадка, гелеобразной или пастообразной массы, которые являются рентгеноаморфными. Изучен состав, дисперсность образцов алюмофосфата, полученных после старения свежеприготовленных продуктов, и отмечено различие в размере частиц. Термообработкой гелеобразных, пастообразных образцов при 950 °С получен безводный рентгеноаморфный алюмофосфат с преобладающим размером частиц 20–100 мкм. Приведено сравнение дисперсности гидратированных и безводных образцов алюмофосфата с мольным соотношением $Al_2O_3:P_2O_5 \approx 1,0$, полученных золь-гель способом в системе $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$ и кристаллизацией из алюмофосфорсодержащего раствора, и отмечено, что более крупные частицы характерны для рентгеноаморфного алюмофосфата, как гидратированного, так и безводного.

Ключевые слова: гидратированный алюмофосфат, безводный алюмофосфат, золь-гель синтез, гидротермальный синтез, фазообразование, термообработка, состав, дисперсность.

L.S. Eshchenko, A.V. Paniatouski, H.B. Hajyyeva

Belarusian State Technological University, Minsk, Republic of Belarus

INFLUENCE OF THE METHOD AND CONDITIONS FOR OBTAINING ALUMOPHOSPHATE ON ITS COMPOSITION AND DISPERSION

The process of alumophosphate formation in the $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$ system, where carbamide is a precursor, has been studied. The influence of the synthesis method and conditions on the composition and dispersion of hydrated and anhydrous alumophosphate, which is of interest as a dispersed phase for electrorheological suspensions, is investigated. It is shown that in the $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$ system, with a molar ratio of reagents equal to 1.0, depending on the amount of the introduced precursor (carbamide), when pH 2.3 – 2.35 is reached, products are formed in the form of a volumetric precipitate, gel-like or paste-like mass, which are X-ray amorphous. The composition and dispersion of alumophosphate samples obtained after aging of freshly prepared products were studied and a difference in particle size was noted. By heat treatment of gel-like, paste-like samples at 950°C, anhydrous X-ray amorphous alumophosphate with a predominant particle size of 20-100 microns was obtained. The dispersion of hydrated and anhydrous alumophosphate samples with a molar ratio of $Al_2O_3:P_2O_5 \approx 1.0$ obtained by sol-gel method in the $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$ system and crystallization from an alumophosphate-containing solution is compared, and it is noted that larger particles are characteristic of X-ray amorphous alumophosphate as hydrated, and anhydrous.

Keywords: *hydrated alumophosphate, anhydrous alumophosphate, sol-gel synthesis, hydrothermal synthesis, phase formation, heat treatment, composition, dispersion.*

При создании современных материалов, в частности электрореологических суспензий (ЭРС), большое распространение получают водосодержащие и безводные неорганические соединения [1], среди которых особый интерес представляют фосфаты поливалентных металлов, отличающиеся разнообразием химического и фазового состава, структур, физико-химических характеристик, что обусловлено свойствами как поливалентных металлов, так и соединений фосфора. Одним из требований, предъявляемых к данным соединениям как наполнителям, является их состав, структура и размер частиц. Наиболее перспективными наполнителями ЭРС являются более химически и термически стабильные безводные фосфаты металлов.

Известно, что дисперсность неорганических соединений зависит от их состава и структуры, которые определяются способом и условиями получения. По исследованию способов получения кристаллических алюмофосфатов выполнены обширные исследования. Микропористые кристаллические алюмофосфаты, имеющие незамкнутую каркасную

структуру, образованную тетраэдрическими звеньями AlO_4 и PO_4 , соединенными посредством разделения угловых атомов кислорода, и отличающуюся наличием незамкнутых пор однородных размеров, описаны к настоящему времени во многих публикациях. В патенте [2] описаны алюмофосфаты, которые образуют класс материалов типа молекулярных сит, обладающих способностью претерпевать полную и обратимую дегидратацию, при сохранении одинаковой основной каркасной топологии как в безводном, так и в гидратированном состоянии. Известны также другие алюмофосфаты, которые претерпевают структурные перегруппировки, либо обратимые, либо необратимые, при частичной или полной дегидратации, например, минералы варисцит и метаварисцит, и некоторые синтетические метастабильные алюмофосфаты, описанные в работах [3–5]. Согласно [6], гидротермальным методом синтеза возможно получение высокопористых алюмофосфатов. Данные соединения образуются при взаимодействии фосфорной кислоты с солью или гидроксидом алюминия в присутствии органических оснований. Определенный интерес для получения неорганических соединений, в том числе и алюмофосфатов, представляет золь-гель способ. Как известно, процесс получения материалов и композиций на основе золь-гелей состоит из нескольких стадий. На первой стадии золь-гель процесса формируется химический состав продукта (химическая форма вещества и соотношение компонентов), который получают в виде высокодисперсного коллоидного раствора – золя. Увеличение концентрации дисперсной фазы приводит к появлению коагуляционных контактов между частицами и началу структурирования – гелеобразованию. В работах [6–8] на основе золь-гель процесса получен ряд оксифосфатов алюминия с мольным соотношением $Al_2O_3:P_2O_5 < 1,0$. При этом отмечено, что гелеобразование в системе соль алюминия – фосфорная кислота – вода – прекурсор $CO(NH_2)_2$ возможно только при избытке в системе Al_2O_3 по отношению к P_2O_5 . Работы по получению алюмофосфатов золь-гель методом весьма ограничены.

Следует отметить, что ввиду физико-химических особенностей золь-гель способа получаемые гелеобразные соединения отличаются строением и представляют определенный интерес как технические материалы, в том числе наполнители электрореологических суспензий. Ранее показано [9–12], что фосфаты металлов, в частности, алюминия, железа проявляют электрореологическую активность, которая во многом зависит не только от состава, но и дисперсности. Несмотря на достаточно значительное количество работ по синтезу алюмофосфатов, как и других фосфатов металлов, данные о их дисперсности крайне ограниче-

ны. Работы по исследованию свойств ЭРС, в которых дисперсной фазой являются фосфаты металлов, немногочисленны, они в основном выполнены с применением ортофосфата алюминия, полученного в системе $\text{Al}(\text{OH})_3 - \text{H}_3\text{PO}_4 - \text{H}_2\text{O}$. Практически отсутствуют данные об электро-реологической активности алюмофосфатов, получаемых другими способами, в том числе и золь-гель, что ограничивает проведение широких исследований по разработке эффективных ЭРС.

Исходя из этого целью данной работы явилось исследование влияния способа и условий получения гидратированного и безводного алюмофосфатов на их состав и дисперсность.

Экспериментальная часть. Синтез фосфата алюминия осуществляли в системах $\text{Al}(\text{OH})_3 - \text{H}_3\text{PO}_4 - \text{H}_2\text{O}$ и $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 - \text{H}_3\text{PO}_4 - \text{H}_2\text{O} - \text{CO}(\text{NH}_2)_2$. В первом случае кристаллизацию ортофосфата алюминия производили в гидротермальных условиях, как описано ранее [13, 14].

Для исследования химизма образования алюмофосфата в системе $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 - \text{H}_3\text{PO}_4 - \text{H}_2\text{O} - \text{CO}(\text{NH}_2)_2$ использовали 2М растворы нитрата алюминия и фосфорной кислоты. Карбамид, в данном случае, является вспомогательным соединением (прекурсором), гидролизующимся в растворе согласно реакции



Наличие в реакционной смеси $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 - \text{H}_3\text{PO}_4 - \text{H}_2\text{O}$ ионов OH^- за счет реакции (1) способствует гидролизу аквакомплексов, образованных ионами алюминия. Для увеличения скорости гидролиза карбамида и соли алюминия раствор, содержащий исходные реагенты и карбамид, выдерживали при температуре 90–95 °С и постоянном объеме. Получение образцов алюмофосфата проводили при мольном соотношении реагентов в пересчете на Al_2O_3 и P_2O_5 , равном 1,0. Переменным фактором явился избыток карбамида в реакционной смеси по отношению к $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, влияющий на продолжительность индукционного периода, т.е. появление в растворе частиц твердой фазы (фазаобразование). Образовавшийся продукт подвергали старению при температуре 80–90 °С и продолжительности 12–24 ч. Сушку образцов проводили при температуре 70–90 °С, термообработку при 950 °С.

Содержание Al_2O_3 , P_2O_5 , H_2O , N_2 в полученных продуктах определяли по известным методикам. Рентгенофазовый анализ образцов выполнен на дифрактометре D8 ADVANCE фирмы BRUKER AXS (Германия). Анализ дисперсности проводили на лазерном микроанализе

заторе распределения частиц по размерам ANALYSETTE 22 фирмы FRITSH (Германия). Термогравиметрический анализ выполнен на анализаторе влажности SARTORIUS MA-30 (Германия).

Результаты и их обсуждение. Синтез алюмофосфата проводили следующим образом: карбамид вносили в раствор нитрата алюминия, добавляли H_3PO_4 и полученный раствор нагревали при 90–95 °С и постоянном объеме до образования твердой фазы. В табл. 1 представлены условия синтеза алюмофосфата в системе $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$.

Таблица 1

Условия синтеза алюмофосфата
в системе $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$

Номер образца	Условия синтеза						Визуальная оценка
	Исходные реагенты	Мольное соотношение $Al(NO_3)_3 : H_3PO_4$	Температура алюминийфосфорсодержащего раствора	Избыток карбамида по отношению к $Al(NO_3)_3$	Продолжительность индукционного периода, ч**	pH фазообразования	
1	2М р-р $Al(NO_3)_3$; 2М р-р H_3PO_4	1:1	90–95 °С	4,0	14	2,35	Белый объемный осадок
2				5,0*	10	2,28	Гелеобразная масса
3				6,0	8	2,30	Пастообразная масса

* Карбамид вносили в реакционную смесь порциями по 1/4 части от всего расчетного количества постепенно по мере протекания синтеза.

** Продолжительность нагрева раствора до фазообразования.

Как следует из табл. 1, фазообразование в системе $Al(NO_3)_3 - H_3PO_4 - H_2O - CO(NH_2)_2$ происходит при pH 2,30–2,35. Образующаяся твердая фаза может представлять собой объемный плохотстаивающийся осадок, пасто- или гелеобразный продукт. Данный факт можно объяснить влиянием различного содержания карбамида и, следовательно, OH-групп в реакционной смеси по мере образования и формирования твердой фазы.

Из теоретических основ получения химических соединений, широко описанных в литературе, следует, что форма и размер частиц образующейся твердой фазы определяется соотношением скоростей образования в растворе кристаллизационных центров в виде комплексов

или агрегатов молекул и роста зародышей. Известно [15], что при большом пересыщении раствора и крайне малой растворимости образующиеся твердые продукты могут представлять собой гелеобразную, пастообразную или творожистую массу. Исходя из представлений о механизме образования малорастворимых соединений поливалентных металлов можно предположить, что разнообразие образующихся продуктов в системе $\text{Al}(\text{NO}_3)_3\text{--H}_3\text{PO}_4\text{--H}_2\text{O--CO}(\text{NH}_2)_2$ связано со скоростью гидролиза алюмосодержащих комплексных ионов, регулируемой соотношением OH^-/H^+ в реакционной среде. Согласно результатам экспериментальных исследований, приведенным в табл. 1, постепенное увеличение количества OH^- -групп в системе $\text{Al}(\text{NO}_3)_3\text{--H}_3\text{PO}_4\text{--H}_2\text{O}$ за счет ввода $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ приводит к образованию гелеобразного продукта. Это противоречит ранее полученным данным, исходя из которых следует, что гелеобразование в исследуемой системе происходит только при мольном соотношении реагентов в пересчете на Al_2O_3 и P_2O_5 больше 1,0, т.е. при избытке в реакционной смеси соли алюминия. По-видимому, автору [8] не удалось получить гелеобразный алюмофосфат с мольным соотношением $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{P}_2\text{O}_5 \approx 1:1$ из-за того, что карбамид вводили однократно, при смешении реагентов. Подтверждением этому являются результаты получения образца № 1 (см. табл. 1). В данном случае расчетное количество карбамида полностью вводили в раствор азотнокислого алюминия и смешивали с H_3PO_4 . Полученные результаты, по всей вероятности, можно объяснить тем, что скорость превращений, связанных с образованием полимерных комплексов как основы гелеобразования, зависит от многих факторов, одним из которых может быть равномерное увеличение концентрации OH^- -групп в реакционной среде за счет гидролиза карбамида, подаваемого порционно. Увеличение избытка $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ и, следовательно, концентрации OH^- -групп в реакционной смеси при получении образца № 3 (см. табл. 1) ускоряет гидролиз акваионов и гидролитическую полимеризацию, что приводит к быстрому зародышеобразованию и формированию пастообразной массы во всем объеме.

Полученные образцы алюмофосфата подвергали старению при температуре 85–95 °С и постоянном объеме. Старение образца № 1 осуществляли как свежеприготовленного, в виде осадка и маточного раствора, так и отфильтрованного осадка с добавлением H_2O , подкисленной H_3PO_4 ($\text{pH} = 1,0$).

Результаты исследования показали, что гелеобразный, пастообразный продукты при заданных условиях старения внешне не изменились,

в то время как образец № 1, 1' уплотнился и уменьшился в объеме. В табл. 2 показан состав образцов после старения.

Таблица 2

Условия старения образцов и результаты их исследования

Номер образца	Условия старения		рН среды после старения	Результаты химического анализа, мас.%				
				Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	N ₂	H ₂ O	Мольное соотношение Al ₂ O ₃ :P ₂ O ₅ :H ₂ O
1	Свежеприготовленный осадок + маточный раствор, рН = 2,35	Температура 85–95 °С. Продолжительность 24 ч	7,63	30,22	43,53	3,41	21,17	1:1,04:3,97
1'	Осадок + H ₂ O, подкисленная H ₃ PO ₄ , рН = 1,0		3,0	32,48	43,91	0,15	22,96	1:0,97:4,01

Как следует из экспериментальных данных, повышение значения рН среды при старении образца № 1 связано с протеканием гидролиза карбамида, избыток которого по отношению к Al(NO₃)₃ составил 4 (см. табл. 1). Поскольку при гидролизе карбамида образуется NH₄OH, рН среды повышается и создаются условия для образования аммонийсодержащего алюмофосфата (см. табл. 2). В то же время старение осадка в водной среде при рН = 1,0 приводит к формированию алюмофосфата, в котором содержание аммонийного азота практически отсутствует, при этом мольное соотношение Al₂O₃:P₂O₅ близко к 1,0, что может свидетельствовать об образовании AlPO₄·2H₂O. Мольное соотношение Al₂O₃:P₂O₅ в образцах № 2, 3 (см. табл. 1) после их старения, сушки, отмывки от водорастворимых соединений находится на уровне 1,0. Содержание аммонийного азота не превышает 0,5 мас.%. Согласно термогравиметрическому анализу, полученные образцы алюмофосфата, после стадий старения, отмывки и сушки при 80 °С до постоянной массы, содержат 21,0–23,0 мас. % H₂O и являются рентгеноаморфными.

Исследование дисперсности образцов алюмофосфата показало, что в зависимости от условий их получения, распределение частиц по размерам существенно отличается. Все образцы являются полидисперсными с преобладающим размером частиц 20–100 мкм. На рис. 1 представлены гистограммы образцов алюмофосфата № 2, 3 (см. табл. 1), согласно которым преобладающий размер частиц для гелеобразного продукта 10–50 мкм, в то время как для пастообразного составляет 35–100 мкм.

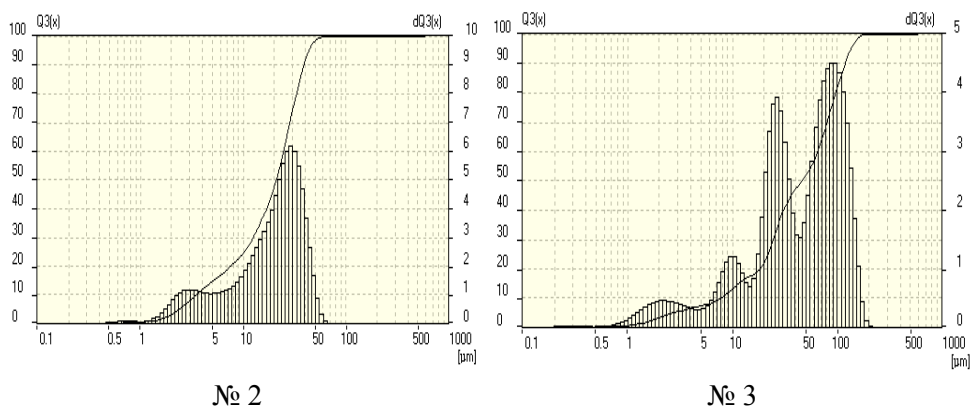


Рис. 1. Гистограммы образцов гидратированного алюмофосфата (см. табл. 1)

Анализ полученных данных может свидетельствовать о том, что образующиеся конгломераты первичных частиц гелеобразного, пастообразного продуктов отличаются размером, который, как отмечено в литературе, обычно не превышает 0,04 мкм. Укрупнение частиц происходит при старении за счет их агрегации, срастания и уплотнения структуры. Кроме того, укрупнение частиц за счет их слипания в блоки может происходить в процессе сушки и отмывки от примесей.

Термообработку образцов гидратированного алюмофосфата, полученных при описанных условиях, проводили при температуре 950 °С в течение 40 мин. Рентгенофазовый анализ показал (рис. 2), что образцы безводного алюмофосфата, полученные на основе гелеобразных, пастообразных гидратированных продуктов, являются рентгеноаморфными.

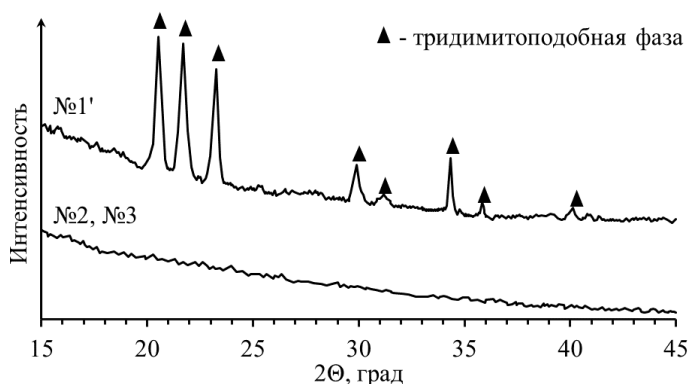


Рис. 2. Рентгенограммы образцов безводного алюмофосфата № 1', 2, 3

Кристаллический безводный алюмофосфат со структурой тридимита (см. рис. 2) получен только при термообработке образца № 1',

стадиями синтеза которого явились осаждение в системе $\text{Al}(\text{NO}_3)_3\text{--H}_3\text{PO}_4\text{--H}_2\text{O--CO}(\text{NH}_2)_2$ и последующее старение в кислой среде, как показано в табл. 2. В этом случае, по-видимому, при старении осадка происходит упорядочивание структуры и образование плохоокристаллизованного $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, который при термообработке, как известно, превращается в безводный AlPO_4 со структурой тридимита или α -кварца, что отмечалось в работе [10].

Отсутствие кристаллической фазы при термообработке образцов алюмофосфата № 2, 3 (см. табл. 1) скорее всего связано с его полимерным строением, характерным для соединений, получаемых химическим конденсационным золь-гель методом. Отмечено [16], что образование кристаллической фазы при термообработке таких соединений, в частности алюминийфосфорсодержащих с мольным соотношением $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{P}_2\text{O}_5 > 1,0$, происходит при нагревании до температуры выше 1000°C .

Дифференциальные кривые распределения частиц по размерам рентгеноаморфного безводного алюмофосфата, полученного на основе образцов № 2, 3, близки (рис. 3).

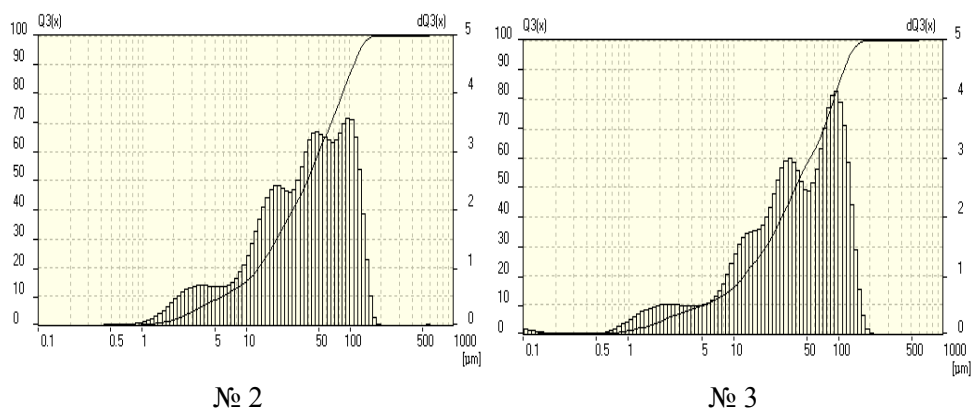


Рис. 3. Гистограммы образцов безводного алюмофосфата, полученных термообработкой образцов № 2, 3 (см. табл. 1)

Частицы с размером 20–100 мкм преобладают, их количество на 10–20 % выше, чем в исходных гидратированных алюмофосфатах, что является характерной причиной спекания мелких частиц при высоких температурах. Авторы [16] отмечают, что при прокаливании до 900°C дисперсных порошков скорее всего происходит агломерация, вследствие чего средний размер частиц увеличивается как минимум на 30 %, а в случае нанопорошков происходит еще большее укрупнение.

Для сравнения дисперсности алюмофосфатов, синтезированных золь-гель способом при указанных условиях и гидротермальной кристаллизацией, получены образцы гидратированного $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ с моноклинной структурой и безводного AlPO_4 , имеющего кристаллическую структуру, аналогичную тридимиту. Гистограммы указанных соединений представлены на рис. 4.

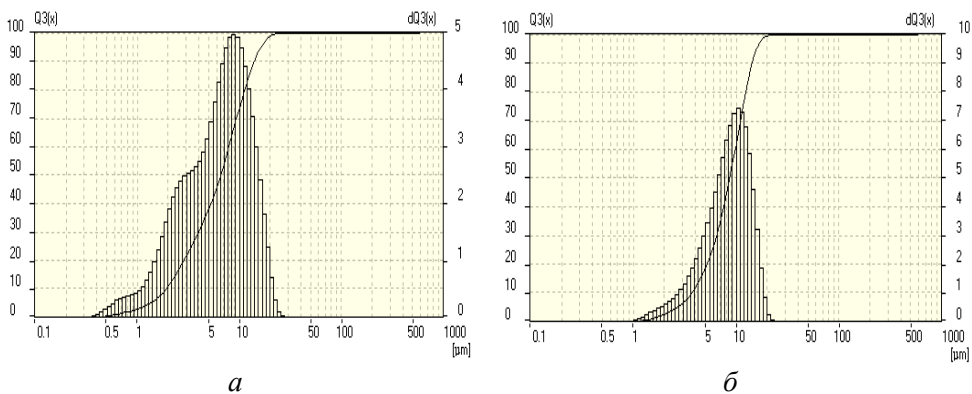


Рис. 4. Гистограммы образцов гидратированного $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (а) и безводного AlPO_4 (б), полученных гидротермальным способом

Согласно кривым распределения частиц по размерам (см. рис. 3) кристаллические как дигидрат ортофосфата алюминия, так и безводный AlPO_4 являются высокодисперсными соединениями. Преобладающий размер частиц составляет 5–13 мкм, массовая доля таких частиц несколько колеблется в зависимости от условий кристаллизации, в частности, концентрации P_2O_5 в растворе, наличия стадии старения раствора и составляет 55–65 %. Как показали исследования, термообработка исходного гидратированного алюмофосфата до температуры 950 °С не сопровождается укрупнением частиц за счет их агрегирования, слипания, как это наблюдается при термообработке образцов алюмофосфата, получаемого золь-гель способом в системе $\text{Al}(\text{NO}_3)_3\text{--H}_3\text{PO}_4\text{--H}_2\text{O--CO}(\text{NH}_2)_2$. Этот факт, по-видимому, связан с тем, что в первом случае термообработке подвергается соединение с кристаллической структурой, а во втором – рентгеноаморфный метастабильный продукт, который в большей степени подвержен агломерации.

Несмотря на то, что рентгеноаморфный безводный алюмофосфат характеризуется наличием более крупных частиц, чем кристаллический тридимитоподобный AlPO_4 , он может представлять интерес как наполнитель для ЭРС ввиду особенностей его строения, представляющего собой неорганический полимер.

Заключение. Показана зависимость фазового состава, размера частиц гидратированного и безводного алюмофосфатов с мольным соотношением $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{P}_2\text{O}_5 \approx 1,0$ как перспективных наполнителей электрореологических суспензий от способа и условий получения.

Образующийся при кристаллизации $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ с моноклинной структурой и полученный на его основе тридимитоподобный AlPO_4 являются высокодисперсными соединениями с преобладающим размером частиц 5–13 мкм.

При синтезе алюмофосфата золь-гель методом в системе $\text{Al}(\text{NO}_3)_3\text{--H}_3\text{PO}_4\text{--H}_2\text{O--CO}(\text{NH}_2)_2$ образуются метастабильные рентгеноаморфные грубодисперсные продукты с размером конгломератов 80–200 мкм; при термообработке в области 950 °С формируется фосфат алюминия без видимых рефлексов на его рентгенограмме.

Установлена роль карбамида как прекурсора, от количества которого в реакционной смеси зависит соотношение OH/H^+ , следовательно, рН среды, определяющие образование и формирование гелеобразных или пастообразных продуктов.

Исходя из размерного фактора, влияющего на электрореологические свойства наполнителей ЭРС, предпочтительным является способ получения высокодисперсного алюмофосфата методом гидротермальной кристаллизации.

Список литературы

1. Hao T. *Electrorheological Fluids. The Non-aqueous Suspensions.* – 1st ed. – Cambridge, Massachusetts, USA: Elsevier Science, 2005. – Vol. 22. – 578 p.
2. Способ синтеза кристаллического микропористого металлоалюмофосфата из твердого вещества: пат. Рос. Федерация / Даль И.М., Фуглеруд Т., Гренволль А.Г., Хансен Э.В., Слагтерн О., Веннельбо Р. – № 2004117071/15; заявл. 06.11.2002; опублик. 20.05.2005. Бюл. №14. – 32 с.
3. d'Yvoire F. Etude des phosphates d'aluminium et de fer trivalent. I. L'orthophosphate neutre d'aluminium // *Bulletin de la Societe Chimique de France.* – 1961. – Vol. 372. – P. 1762–1776.
4. Kotova N.P., Ivanov L.P. Stability of Strontium Aluminophosphates in the System $\text{SrO--Al}_2\text{O}_3\text{--P}_2\text{O}_5\text{--H}_2\text{O}$ at $T = 25 - 350^\circ\text{C}$ and $P = P_{\text{sat}} - 500 \text{ bar}$ // *Geochemistry International.* – 2000. – Vol. 38. – P. 138–143.
5. Drüppel K., Hösch A., Franz G. The system $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--P}_2\text{O}_5\text{--H}_2\text{O}$ at temperatures below 200 °C: Experimental data on the stability of variscite and metavariscite $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ // *American Mineralogist.* – 2007. – Vol. 92. – P. 1695–1703. DOI: [org/10.2138/am.2007.2487](https://doi.org/10.2138/am.2007.2487)

6. Печковский В.В., Ещенко Л.С., Пырх А.Н. Особенности формирования структуры алюмофосфатных ксерогелей при термопаровой обработке // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. – 1990. – № 4. – С. 590–594.

7. Печковский В.В., Ещенко Л.С., Пырх А.Н. Влияние гидротермальной обработки на некоторые физико-химические свойства алюмофосфатных гидрогелей // Журнал неорганической химии. – 1988. – № 6. – С. 1221–1226.

8. Гребенько Н.В. Исследование и разработка способов получения пористых фосфатов алюминия с заданными свойствами: дис. ... канд. техн. наук. – Минск, 1978. – 164 с.

9. Особенности получения электрореологически активного феррифосфата / Л.С. Ещенко, О.В. Понятовский, Э.И. Вечерская, Е.В. Коробко, З.А. Новикова // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Химическая технология и биотехнология». – 2020. – № 3. – С. 155–169. DOI: 10.15593/2224-9400/2020.3.11

10. Разработка составов дисперсных наполнителей для ЭРС / Л.С. Ещенко, О.В. Понятовский, Е.В. Коробко, З.А. Новикова // Фуллерены и наноструктуры в конденсированных средах: материалы XI Междунар. науч. конф. / Ин-т тепло- и массопереноса имени А.В. Лыкова НАН Беларуси. – Минск, 2020. – С. 21–26.

11. Влияние структуры дигидрата ортофосфата алюминия на его электрореологическую активность / Е.В. Лаевская, Л.С. Ещенко, Е.В. Коробко, З.А. Новикова, Х.И. Унал // Тепло- и массоперенос-2014: сб. науч. тр. / Ин-т тепло- и массопереноса имени А.В. Лыкова НАН Беларуси. – Минск, 2015. – С. 263–270.

12. Получение наполнителей для ЭРС на основе гидратированного ортофосфата алюминия / Л.С. Ещенко, Е.В. Лаевская, Е.В. Коробко, З.А. Новикова // Труды БГТУ. Химия. – 2015. – № 3. – С. 56–63.

13. 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, 18–19 February, Morrisville, NC, USA, 2020. – Lulu Press, 2020. – P. 21–26.

14. Ещенко Л.С., Понятовский О.В. Особенности синтеза высокодисперсных алюмофосфатов состава $AlPO_4 \cdot nH_2O$ // Вестник Нац. акад. Наук Беларуси. Сер. хим. наук. – 2021. – Т. 57, № 3. – С. 310–319. DOI: 10.29235/1561-8331-2021-57-3-310-319

15. Вассерман И.М. Химическое осаждение из растворов. – Л.: Химия, 1980. – 208 с.

16. Шабанова Н.А., Попов В.В., Саркисов П.Д. Химия и технология нанодисперсных оксидов. – М.: Академкнига, 2006. – 309 с.

References

1. Hao T. *Electrorheological Fluids. The Non-aqueous Suspensions*. 1st ed. Cambridge, Massachusetts, USA, Elsevier Science, 2005, vol. 22, 578 p.
2. Dal' I.M., Fuglerud T., Grenvoll' A.G., Khansen E.V., Slagtern O., Vennel'bo R. Sposob sinteza kristallicheskogo mikroporistogo metalloaliumofosfata iz tverdogo veshchestva [Method of synthesis of crystalline microporous metalloaluminumophosphate from a solid substance]. Patent Rossiiskaia Federatsiia no. 2004117071/15 (2005).
3. F. D'Yvoire. Etude des phosphates d'aluminium et de fer trivalent. I. L'orthophosphate neutre d'aluminium. *Bulletin de la Societe Chimique de France*, 1961, vol. 372, pp. 1762-1776.
4. N.P. Kotova, L.P. Ivanov. Stability of strontium aluminophosphates in the system $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-H}_2\text{O}$ at $T = 25 - 350^\circ\text{C}$ and $P = P_{\text{sat}} - 500$ bar. *Geochemistry International*, 2000, vol. 38, pp. 138-143.
5. Kirsten Drüppel, Andreas Hösch, Gerhard Franz. The system $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-H}_2\text{O}$ at temperatures below 200°C : Experimental data on the stability of variscite and metavariscite $\text{AlPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. *American Mineralogist*, 2007, vol. 92, pp. 1695-1703. DOI: [org/10.2138/am.2007.2487](https://doi.org/10.2138/am.2007.2487)
6. Pechkovskii V.V., Eshchenko L.S., Pyrkh A.N. Osobennosti formirovaniia struktury aliumofosfatnykh kserogelei pri termoparovoi obrabotke [Features of the formation of the structure of aluminophosphate xerogels during thermocouple treatment] *Izvestiia Akademii nauk SSSR. Neorganicheskie materialy*, 1990, no. 4, pp. 590-594.
7. Pechkovskii V.V., Eshchenko L.S., Pyrkh A.N. Vliianie gidrotermal'noi obrabotki na nekotorye fiziko-khimicheskie svoistva aliumofosfatnykh gidrogelei [Influence of hydrothermal treatment on some physico-chemical properties of aluminophosphate hydrogels]. *Zhurnal neorganicheskoi khimii*, 1988, no. 6, pp. 1221-1226.
8. Greben'ko N.V. Issledovanie i razrabotka sposobov polucheniia poristykh fosfatov aliuminiia s zadannymi svoistvami [Research and development of methods for obtaining porous aluminum phosphates with specified properties]. Ph. D. thesis. Minsk, 1978, 164 p.
9. Eshchenko L.S., Poniatovskii O.V., Vecherskaia E.I., Korobko E.V., Novikova Z.A. Osobennosti polucheniia elektorreologicheskii aktivnogo ferrifosfata [Features of obtaining electrorheologically active ferriphosphate]. *Zhurnal «Vestnik PNIPU. Khimicheskaiia tekhnologiia i biotekhnologiia»*, 2020, no. 3, pp. 155-169. DOI: [10.15593/2224-9400/2020.3.11](https://doi.org/10.15593/2224-9400/2020.3.11)
10. Eshchenko L.S., Poniatovskii O.V., Korobko E.V., Novikova Z.A. Razrabotka sostavov dispersnykh napolnitelei dlia ERS [Development of compositions of dispersed fillers for ERS]. *Materialy XI Mezhdunarodnoi nauchnoi konferentsii «Fullereny i nanostruktury v kondensirovannykh sredakh»*. Minsk, Institut teplo- i massoperenosa imeni A.V. Lykova natsional'noi akademii nauk Belarusi, 2020, pp. 21-26.

11. Laevskaia E.V., Eshchenko L.S., Korobko E.V., Novikova Z.A., Unal Kh.I. Vliianie struktury digidrata ortofosfata aliuminiia na ego elektorreologicheskuui aktivnost' [Influence of the structure of aluminum orthophosphate dihydrate on its electrorheological activity]. *Teplo- i massoperenos-2014. Sbornik nauchnykh trudov*. Minsk, Institut teplo- i massoperenosa imeni A.V. Lykova natsional'noi akademii nauk Belarusi, 2015, pp. 263-270.

12. Eshchenko L.S., Laevskaia E.V., Korobko E.V., Novikova Z.A. Poluchenie napolnitelei dlia ERS na osnove gidratirovannogo ortofosfata aliuminiia [Preparation of fillers for ERS based on hydrated aluminum orthophosphate]. *Trudy BSTU, seriia khimiia*, 2015, no. 3, pp. 56-63.

13. 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, 18–19 February, Morrisville, NC, USA, 2020*. Lulu Press, 2020, pp. 21-26.

14. Eshchenko L.S., Paniatouski A.V. Features of the synthesis of highly dispersed alumophosphates $AlPO_4 \cdot nH_2O$. *Proceedings of the National Academy of Science of Belarus. Chemical series*, 2021, vol. 57, no. 3, pp. 310-319. DOI: 10.29235/1561-8331-2021-57-3-310-319

15. Vasserman I.M. Khimicheskoe osazhdenie iz rastvorov [Chemical precipitation from solutions]. Leningrad, Khimiia, 1980, 208 p.

16. Shabanova N.A., Popov V.V., Sarkisov P.D. Khimiia i tekhnologiia nanodispersnykh oksidov [Chemistry and technology of nanodisperse oxides]. Moscow, IKTs Akademkniga, 2006, 309 p.

Об авторах

Ещенко Людмила Семеновна (Минск, Беларусь) – доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии неорганических веществ и общей химической технологии УО «Белорусский государственный технологический университет», член-корреспондент Российской академии естественных наук и Европейской академии естествознания (220006, Республика Беларусь, г. Минск, ул. Свердлова, 13а; e-mail: yeshchanko@belstu.by).

Понятовский Олег Витальевич (Минск, Беларусь) – аспирант кафедры технологии неорганических веществ и общей химической технологии УО «Белорусский государственный технологический университет» (220006, Республика Беларусь, г. Минск, ул. Свердлова, 13а; e-mail: oleg.ponyatovskiy@gmail.com).

Ходжиева Халлыбиби Бегниязовна (Минск, Беларусь) – студентка 4-го курса кафедры технологии неорганических веществ и общей химической технологии УО «Белорусский государственный технологический университет» (220006, Республика Беларусь, г. Минск, ул. Свердлова, 13а; e-mail: hajyuevahallybibi@icloud.com).

About the authors

Lyudmila S. Eshchenko (Minsk, Belarus) – Doctor of Technical Sciences, Professor, Professor of the Department of Technology of Inorganic Substances and General Chemical Technology of the Belarusian State Technological University, Corresponding Member of the Russian Academy of Natural Sciences and the European Academy of Natural Sciences (13a, Sverdlova str., Minsk, 220006, Republic of Belarus; e-mail: yeshchanko@belstu.by).

Aleh V. Paniatouski (Minsk, Belarus) – Postgraduate student of the Department of Technology of Inorganic Substances and General Chemical Technology of the Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., Minsk, 220006, Republic of Belarus; e-mail: oleg.ponyatovskiy@gmail.com).

Hallybibi B. Hajyyeva (Minsk, Belarus) – 4th year student of the Department of Technology of Inorganic Substances and General Chemical Technology of the Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., Minsk, 220006, Republic of Belarus; e-mail: hajyyevahallybibi@icloud.com).

Поступила: 25.07.2022

Одобрена: 26.08.2022

Принята к публикации: 20.09.2022

Финансирование. Исследование не имело спонсорской поддержки.

Конфликт интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Вклад авторов равноценен.

Просьба ссылаться на эту статью в русскоязычных источниках следующим образом:

Ещенко, Л.С. Влияние способа и условий получения алюмофосфата на его состав и дисперсность / Л.С. Ещенко, О.В. Понятовский, Х.Б. Ходжиева // Вестник ПНИПУ. Химическая технология и биотехнология. – 2022. – № 3. – С. 58–72.

Please cite this article in English as:

Eshchenko L.S., Paniatouski A.V., Hajyyeva H.B. Influence of the method and conditions for obtaining alumophosphate on its composition and dispersion. *Bulletin of PNRPU. Chemical Technology and Biotechnology*, 2022, no. 3, pp. 58-72 (*In Russ*).