

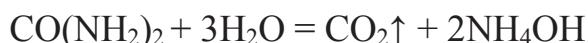
Студ. И.В. Перковский

Науч. рук.: д-р техн. наук, проф. Л.С. Ещенко; асп. О.В. Понятовский
(кафедра технологии неорганических веществ
и общей химической технологии, БГТУ)

ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДФОСФАТНЫХ СОЕДИНЕНИЙ АЛЮМИНИЯ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

Для создания наполнителей электрореологических суспензий (ЭРС) важное значение имеет размер частиц дисперсной фазы. Согласно литературным данным [1], в качестве наполнителей ЭРС используют различные неорганические высокодисперсные вещества с предпочтительным размером частиц не более 100 мкм.

На данный момент в химической промышленности для синтеза высокодисперсных соединений широкое распространение получил золь-гель метод. Особенностью данного метода является отсутствие локальных пересыщений в жидкой фазе, что обуславливает формирование продукта с одинаковым химическим и фазовым составом во всем реакционном объеме. Суть метода заключается во введении в систему реагента, который постепенно разлагается, за счет чего изменяются свойства системы, и, при достижении определённых условий, происходит фазообразование. Ранее было показано [2], что для образования металлфосфатных соединений, в частности, для получения геля фосфата алюминия, в качестве осадителя возможно использование карбамида, гидролиз которого проходит по реакции:



Вследствие этого, в растворе, который содержит соль алюминия и ортофосфорную кислоту, происходит повышение pH, и, при значении $\text{pH} \approx 3$, раствор переходит в микрогетерогенную систему.

В данной работе исследовали влияние соотношения между Al_2O_3 и P_2O_5 в алюмофосфорсодержащем растворе на продолжительность индукционного периода фазообразования и состав образующихся продуктов. Для синтеза использовали 2М растворы $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ и H_3PO_4 (1М в пересчете на Al_2O_3 и P_2O_5). Соотношение $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ в приготовленных алюмофосфорсодержащих растворах составляло: 1:1; 1:0,9; 1:0,7; 1:0,5; 1:0,3. Использовали двукратный избыток карбамида по отношению к $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$. Предварительно pH исходного раствора доводили до 1,0 путем добавления аммиака. Синтез проводили при температуре 90 – 95°C. Полученные продукты подвергали сушке, отмывке и исследовали на содержание основных компонентов.

Показано, что продолжительность индукционного периода зависит от мольного соотношения $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ и составляет от 3 часов при соотношении 1:0,3 до 8 часов при соотношении 1:1.

Отмечено, что при $\text{pH} \approx 3$ образуется золь, который переходит в гель. Продолжительность старения гелеобразных продуктов с различным соотношением $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ составила двое суток, после чего их подвергали сушке при 100°C , а затем отмывке от NH_4NO_3 и избытка карбамида. Следует отметить, что степень отмывки определяется соотношением Ж:Т, которое изменяли от 3:1 до 9:1. Скорость отмывки увеличивается с повышением Ж:Т и при соотношении Ж:Т = 9:1 степень отмывки составляет 99,8%. Отмытый продукт был высушен до постоянной массы при 100°C .

Химический анализ показал, что мольное соотношение $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ в полученных продуктах соответствует мольному соотношению $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ в исходном растворе, то есть растворение образовавшегося твердого продукта в жидкой фазе практически не происходит.

Для получения наполнителей электрореологических суспензий образцы подверглись термообработке при 900°C . Согласно рентгенофазовому анализу, наличие кристаллической фазы характерно только для продукта с мольным соотношением $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5 = 1:1$. Идентификация кристаллической фазы показала, что она имеет тридимитоподобную структуру. Остальные образцы, с мольным соотношением $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ от 1:0,9 до 1:0,3, являются рентгеноаморфными.

Исследована дисперсность полученных образцов. Согласно гистограммам, преобладающий размер частиц находится на уровне 3 – 10 мкм. Частицы размером более 10 мкм у образца с соотношением $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5 = 1:1$ практически отсутствуют. Можно отметить закономерность: при повышении соотношения $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ увеличивается процентное содержание частиц с размером 10 мкм и более.

Синтезированные образцы будут исследованы на электрореологическую активность для использования в качестве дисперсной фазы ЭРС.

ЛИТЕРАТУРА

1. Hao T. *Electrorheological Fluids. The Non-aqueous Suspensions*. – 1st ed. – Cambridge, Massachusetts, USA: Elsevier Science, 2005. – Vol. 22. – 578 p.
2. 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. DOI: 10.15593/2224-9400/2022.2.05