

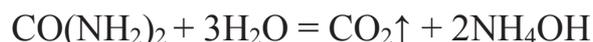
Студ. И.В. Перковский

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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{P}_2\text{O}_5$  в алюмофосфорсодержащем растворе на продолжительность индукционного периода фазообразования и состав образующихся продуктов. Для синтеза использовали 2М растворы  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  и  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (1М в пересчете на  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{P}_2\text{O}_5$ ). 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  $100^\circ\text{C}$ , а затем отмывке от  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  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  $100^\circ\text{C}$ .

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  $900^\circ\text{C}$ . 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