

Асанова С.О., Сатывалдиев А.С., Бейшекеева Р.К.

**АЛЮМИНИЙДИ СУУДА ЭЛЕКТР УЧКУНДУК ДИСПЕРСТӨӨ ПРОДУКТУСУНАН
АЛЮМИНИЙДИН НАНОДИСПЕРСТҮҮ КЫЧКЫЛЫН АЛУУ**

Асанова С.О., Сатывалдиев А.С., Бейшекеева Р.К.

**ПОЛУЧЕНИЕ НАНОДИСПЕРСНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ИЗ ПРОДУКТА
ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЯ В ВОДЕ**

S.O. Asanova, A.S. Satyvaldiev, R.K. Beishekeeva

**PREPARATION OF NANODISPERSED ALUMINUM
OXIDE FROM THE PRODUCT OF ELECTROSPARK DISPERSION
OF ALUMINUM IN WATER**

УДК: 669.01

Алюминийди сууда электр учкундук дисперстөө продукту-сун абада ысытканда алюминийдин нанодисперстүү кычкылы пайда болору рентген фазалык анализ методу менен аныкталган.

Негизги сөздөр: электр учкундук дисперстөө, продукт, алюминий, ысытуу, нанодисперстүү, алюминийдин кычкылы.

Методом рентгенофазового анализа установлено, что при нагревании в воздухе продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде происходит образование нанодисперсного оксида алюминия.

Ключевые слова: электроискровое диспергирование, продукт, алюминий, нагревание, нанодисперсный, оксид алюминия.

By the method of X-ray diffraction, analysis revealed that when an electrospark aluminum dispersion product is heated in water, nano-dispersed aluminum oxide forms.

Key words: electrospark dispersion, product, aluminum, heating, nanodispersed, aluminum oxide.

Оксид алюминия применяют в промышленности в качестве катализаторов процессов дегидратации спиртов, изомеризации олефинов, в качестве носителей катализаторов [1].

Основными способами получения оксида алюминия являются быстрое терморазложение тригидрата Байера до аморфного оксида алюминия, подкисление алюмината щелочного металла, нейтрализация солей алюминия, гидролиз алкоголята алюминия. Общая процедура приготовления оксида алюминия заключается в получении геля гидроксида алюминия, его последующей сушке и прокаливании до оксидной формы [2].

Структура получаемого оксида алюминия складывается на различных стадиях его получения и зависит от свойств предшественника - гидроксида алюминия. Гидроксиды алюминия существуют в нескольких модификациях, которые получают при определенных условиях осаждения из растворов солей – алюмината натрия или сернокислого алюминия [3]:

- аморфный тригидроксид – при 70 °С, pH=2,0;
- гиббсит – при 20 °С, pH=12,5;
- байерит – при 20 °С, pH=9,0-10,5;

- нордстандит – при 90 °С, pH=12,0;
- диаспор – при 245-425 °С, pH=7,0;
- бемит – при 80 °С, pH>12,0;
- псевдобемит – при 130 °С, pH=1,5-3,5.

Практическое значение в качестве предшественников активного оксида алюминия имеют:

- гиббсит и байерит - $Al(OH)_3$
- бемит и псевдобемит – $AlOOH$.

При термической обработке гидроксидов алюминия образуются различные кристаллографические модификации оксида алюминия [4].

Химический метод синтеза нанокристаллических оксидных порошков алюминия представляет собой двухстадийный процесс, заключающийся в синтезе прекурсора (гидроксида алюминия) с последующей его термообработкой до нанокристаллического оксида [5]. Данный метод позволяет в широких пределах варьировать морфологию (размер и форму), кристаллическую структуру и химический состав получаемых частиц.

Определенный интерес представляет изучение возможности получения нанодисперсного оксида алюминия из продуктов электроискрового диспергирования алюминия в воде. Ранее [6] показано, что продукт, полученный в воде, состоит из гидроксида алюминия и металлического алюминия. Гидроксид алюминия является прекурсором для получения оксида алюминия.

Для получения продуктов диспергирования алюминия в условиях искрового разряда была использована установка, разработанная У. Асановым и его сотрудниками и предназначенная для проведения химического синтеза [7], а в качестве электродов – стержни из алюминия с размерами 30x7x1,5 мм. Энергия единичного разряда составляла 0,05 Дж. В качестве жидкой среды использована дистиллированная вода. Продукт, полученный в воде, промывался спиртом и затем высушивался. Для получения высокодисперсного оксида алюминия продукт электроискрового диспергирования алюминия в воде нагревался в муфельной печи в воздушной атмосфере при температурах 400°С и 900°С в течении 30 мин.

Термически обработанный продукт изучен методом рентгенофазового анализа, а его дифрактограмма снята на дифрактометре RINT-2500 HV.

Дифрактограммы продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде до и после термической обработки в воздухе при 400°C и 900°C представлены на рис., а результаты их расчетов в таблицах 1-3.

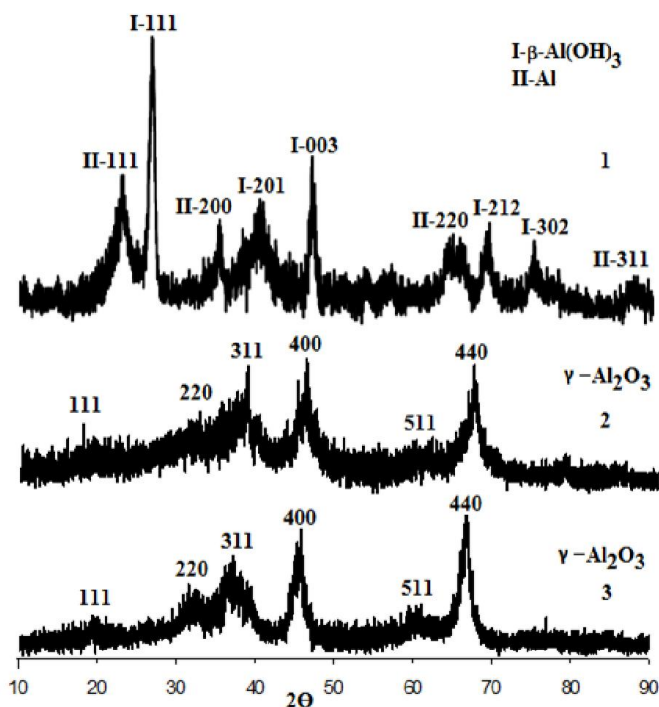


Рис. 1. Дифрактограммы продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде (1) и после термической обработки его в воздухе при 400°C (2) и 900°C (3).

Таблица 1

Результаты расчета дифрактограммы продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав			
	I	d, A°	β-Al(OH) ₃		Al	
			hkl	d, A°	hkl	a, A°
1	53	2,3523	002	2,34	111	4,074
2	100	2,2251	111	2,21		
3	17	2,0272			200	4,054
4	36	1,9770	201	1,97		
5	44	1,8497	003	1,83		
6	60	1,7241	112	1,71		
7	19	1,6007	202	1,59		
8	19	1,5497	211	1,55		
9	33	1,4551	300	1,45		
10	28	1,4324			220	4,051
11	37	1,3960	212	1,39		
12	31	1,3340	302	1,33		
13	18	1,2201			311	4,047

Продукт электроискрового диспергирования алюминия в дистиллированной воде состоит из гидроксида алюминия β-Al(OH)₃ и металлической фазы (рис. 1, табл. 1). Главной фазой продукта является гидроксид алюминия. При электроискровом диспергировании металлов возможно химическое взаимодействие между диспергируемым металлом и продуктами разложения жидкой среды. Поэтому при электроискровом диспергировании алюминия в воде образуется гидроксид алюминия.

Результаты расчета дифрактограмм термически обработанного в воздухе при температурах 400°C и 900°C продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде показывают, что в при нагревании в воздухе гидроксид алюминия и металлический алюминий, находящиеся в составе продукта, соответственно в результате дегидратации и окисления, переходят в «γ» модификацию оксида алюминия, который имеет кубическую решетку (таблицы 2, 3).

Таблица 2

Результаты расчета дифрактограммы продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде после термической обработки при 400°C

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав	
	I	d, A°	γ-Al ₂ O ₃	
			hkl	a, A°
1	18	4,5609	111	7,900
2	35	2,7902	220	7,892
3	84	2,3824	311	7,901
4	100	1,9772	400	7,908
5	15	1,5198	511	7,897
6	91	1,3985	440	7,911

Таблица 3

Результаты расчета дифрактограммы продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде после термической обработки при 900°C

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав	
	I	d, A°	γ-Al ₂ O ₃	
			hkl	a, A°
1	28	4,5610	111	7,900
2	44	2,7914	220	7,895
3	68	2,3800	311	7,893
4	75	1,9733	400	7,885
5	35	1,5213	511	7,904
6	91	1,3996	440	7,917

Проведена оценка размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) частиц оксида алюминия, полученных при термической обработке продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде, по уширению рефлексов на дифрактограммах по формуле Шеррера-Селякова [8]:

$$d = \frac{\lambda_{Cu}}{\beta \cdot \cos \theta}$$

где d – размер ОКР, нм; λ_{Cu} – длина волны излучения медного анода (0,1540 нм); θ – угол рассеяния; β – физическое уширение линии на дифрактограмме $\beta = \frac{\omega \cdot \pi}{180}$, ω – ширина дифракционного максимума на половине его высоты.

Результаты расчета размера ОКР частиц оксида алюминия приведены в таблице 4.

Таблица 4

Параметр решетки (a) и размер ОКР (d) оксида алюминия, полученного при термической обработке продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде

№	Температура нагрева, °С	a, А°	d, нм
1	400	7,901	4,5
2	900	7,901	6,2

По значению размера ОКР частиц оксида алюминия, полученного при термической обработке продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде, можно их отнести к наноразмерным. Частицы оксида алюминия имеют размеры менее 10нм (табл.).

Таким образом, методом рентгенофазового анализа установлено, что при нагревании продукта электроискрового диспергирования алюминия в воде происходит образование нанодисперсного оксида алюминия.

Литература:

1. Чукин Г.Д. Строение оксида алюминия и катализаторов гидрообессеривания. Механизмы реакций. - М.: Типография Паладин, ООО «Принта», 2010. - 288 с.
2. Иванова А.С. Оксид алюминия: применение способы получения, структура и кислотно-основные свойства / А.С. Иванова // Пром. катализ в лекциях. - 2009. - №8. - С. 7-61.
3. Липпенс Б.К., Стеггерда Й.Й. Активная окись алюминия. - В кн.: Строение и свойства адсорбентов и катализаторов / Под ред. Б.Н.Линсена. - М.: Мир, 1973, С.190.
4. Петрова Е.В., Дресвянников А.Ф., Цыганова М.А. Наноразмерные частицы гидроксидов и оксидов алюминия, полученные электрохимическим и химическим способами // Вестник Казанского технологического университета. - 2008. - № 5. -С. 301-310.
5. Лямина Г.В., Илела А.Э., Качаев А.А., Амантай Д., Колосов П.В., Чепрасова М.Ю. Получение нанопорошков оксида алюминия и циркония из растворов их солей методом распылительной сушки // Бутлеровские сообщения, 2013, т.33, №2. - С.119-124.
6. Мадиярова А.М., Сатывалдиев А.С. Зависимость фазового состава продуктов электроискрового диспергирования алюминия от природы жидкой среды //Наука, новые технологии и инновации Кыргызстана, 2017, №4. - С. 40-42.
7. Сатывалдиев А.С., Асанов У.А. Электроэрозионный синтез соединений переходных металлов. - Бишкек: КГНУ, 1995. - 187 с.
8. Авчинникова Е.А., Воробьева С.А. Синтез и свойства наночастиц меди, стабилизированных полиэтиленгликолем // Вестник БГУ, 2013, сер.7, №3. - С. 12-16.

Рецензент: к.хим.н., профессор Сагындыков Ж.