

## ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ХИМИЧЕСКИМ ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ ЛЕГИРОВАННЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

**Т. И. Валькова, А. М. Пикина, А. К. Шустова**

*ФГБОУ ВО «Российский государственный аграрный университет - МСХА имени К. А. Тимирязева», г. Москва, Российская Федерация*

*Аннотация. В работе приведены результаты электронно-микроскопических и рентгенофазовых исследований порошка с наноразмерными частицами, полученного методом химического диспергирования алюминиево-ванадиевого сплава.*

*Ключевые слова: наноразмерные порошки, химическое диспергирование, сплавы алюминий-ванадий, электронно-микроскопическая структура.*

## RESEARCH OF NANOSCALE POWDERS OBTAINED BY CHEMICAL DISPERSION OF ALLOYED ALUMINUM ALLOYS

**T. I. Balkova, A. M. Pikina, A. K. Shustova**

*Russian State Agrarian University - Moscow Timiryazev Agricultural Academy, Moscow, Russian Federation*

***Abstract.** The paper presents the results of electron microscopic and X-ray phase studies of a powder with nanoscale particles obtained by chemical dispersion of an aluminum-vanadium alloy.*

***Keywords:** nanoscale powders, chemical dispersion, aluminum-vanadium alloys, electron microscopic structure.*

Керамика на основе оксида алюминия благодаря уникальному сочетанию физико-механических свойств имеет широкий спектр применения. Преимуществами использования данного материала в технике являются высокие показатели твердости, износостойкости, диэлектрических свойств, способность к эксплуатации в условиях воздействия высоких температур и коррозионноактивных сред.

Однако керамика является хрупким материалом, ее применению зачастую препятствуют сложность формирования

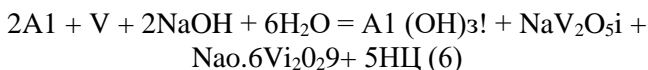
однородной бездефектной структуры, низкое сопротивление распространению трещин. Поэтому для достижения высоких физико-механических свойств необходим поиск новых подходов к получению исходных компонентов керамики и технологических решений для компактирования и спекания компонентов [1].

Значительное улучшение свойств керамики обеспечивается формированием мелкозернистой высокопрочной структуры материала. Перспективным в этом плане является применение наноразмерных порошков, необычные свойства которых, обусловленные наличием избыточной поверхностной энергии, могут быть эффективно использованы в технологических процессах [2-4].

Целью работы являлось отработка технологии получения наноразмерных порошков оксида алюминия с легирующими элементами, равномерно распределенными в объеме, и исследование их структуры и фазового состава до и после термической обработки.

#### **Объекты исследования.**

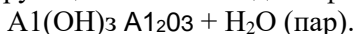
Сплав Al-V (12 % масс.) подвергали воздействию щелочи. В основе процесса химического диспергирования сплава лежит реакция:



Продуктами этой реакции являются: смесь гидроксида алюминия с ванадатом натрия, выделяющаяся в виде осадка, раствор ванадата натрия и водород. Состав осадка был установлен методом рентгенофазового анализа.

Полученный осадок состоит из мелких частиц в виде агломератов, которые быстро осаждались в щелочной среде. Осадок подвергался декантации, которая заключается в сливании раствора с осадка, далее осадок осаждался и воду с ионами натрия переливали в другую емкость. Процесс необходим для уменьшения pH среды.

Осадок промывали (0...18 декантаций), высушивали при 60 °С, термообработывали на воздухе (1250 °С с выдержкой 1 час) до образования доминирующей алюмооксидной фазы:



Электронно-микроскопические исследования структуры полученных осадков до и после термообработки проводили на

сканирующем электронном микроскопе модели АВТ-55 производства японской фирмы «AKASHI». Основные технические данные прибора: разрешающая способность - 45 ангстрем; диапазон увеличений от 10 до 150000.

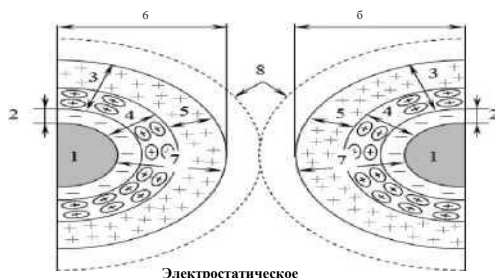
Фазовый состав всех порошков определяли по дифракционной картине рентгеновского излучения на поликристаллическом порошке. Съёмку дифрактограмм проводили на приборе D2 PHASER фирмы Bruker, излучение  $\text{CuK}\alpha$ , фильтр - Ni, с графитовым монохроматором ( $\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$ ). Режим трубки (Cu) 10 mA, 30 kV. Диапазон значений угла  $2\theta$  - от  $10^\circ$  до  $100^\circ$ , шаг  $0,02^\circ$ , щель 0,6 мм, выдержка в точке - 1 сек, дискриминатор по энергиям - 0,17-0,23 кэВ. Расшифровку спектра и расчёт фазового состава осуществляли с помощью библиотеки JCPDS-ICDD с использованием специализированного программного обеспечения (пакет рентгеноструктурного анализа Topas). Поиск кристаллических фаз в базе данных проводили, исходя из наличия в образце следующих элементов: Al, (V, Zr, Mo), O, Mg, Ca, Na, C, H (предварительно элементный состав определяли с помощью электронного микронзондового анализа).

### **Результаты исследования.**

Особенностью процесса отмывки осадка является неизменность показателя pH среды после 12-ой декантации, что связано с невозможностью удаления ионного слоя (рисунок 1), состоящего из гидроксильных групп  $\text{OH}^-$ , с поверхности частиц осадка, обладающих повышенной адсорбционной способностью.

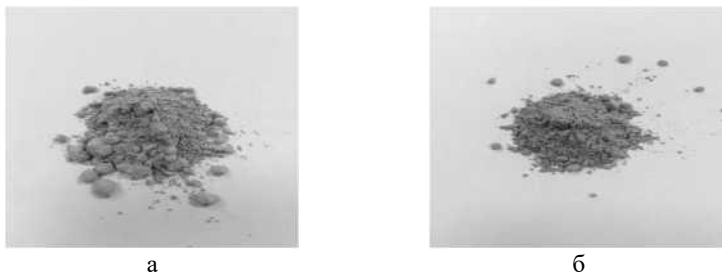
Количество гидроксильных групп (их концентрация) в составе ионного слоя связано со степенью дисперсности частиц осадка: чем выше дисперсность частиц, тем больше концентрация гидроксильных групп. По-видимому, удаление рассматриваемого ионного слоя возможно только химическим методом, например, путем кислотной отмывки. Однако, при этом, следует ожидать изменения фазового состава спеченного материала.

Вид порошка после химического диспергирования до термообработки и после представлен на рисунке 2.



**Рисунок 1 - Схематическое изображение структуры отмываемого осадка (суспензии):**

*1 - частицы осадка; 2 - ионный слой, состоящий из гидроксильных групп OH; 3 - противоионный слой, состоящий из ионов Na<sup>+</sup>; 4 - адсорбционный слой; 5 - диффузный слой; 6 - мицелла (ионогенный комплекс); 7 - двойной электрический слой; 8 - электростатическое отталкивание мицелл (область между пунктирной и сплошной линией иллюстрирует смещение мицелл в результате электростатического отталкивания)*



**Рисунок 2 - Исходный вид порошка после химического диспергирования А1-V (а) и после термической термообработки при 1250 °С с выдержкой 1 час (б)**

Рентгенофазовый (РФА) анализ порошков до термообработки показывает, что они состоят из гидроксидов алюминия, а легирующий элемент отсутствует в фазовом составе. Это объясняется наличием рентгеноаморфной фазы, которую не идентифицирует РФА.

Порошковая проба после термообработки представлена большим количеством корунда (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) до 60 % и 27 % оксида алюминия (Al<sub>2</sub>.144O<sub>3</sub>.2), что соответствует химическим реакциям. Также после термообработки появляется определенное количество оксида ванадия (рисунок 3).

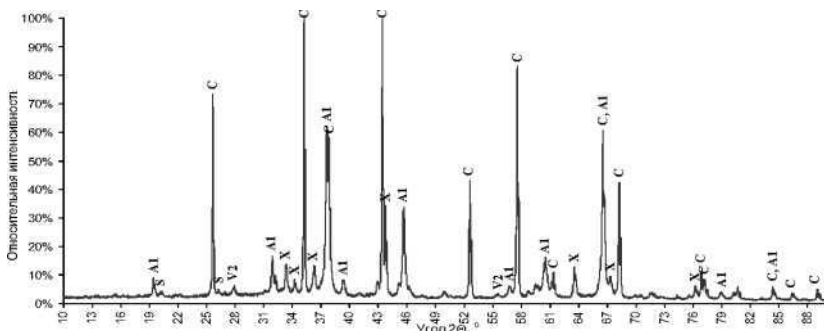


Рисунок 3 - Дифрактограмма порошка Al-V после термообработки

Для структуры исходных порошков Al-V характерно наличие частиц преимущественно сферической формой и распределение по размерам с положительной асимметрией в область микронных размеров (рисунок 4а).

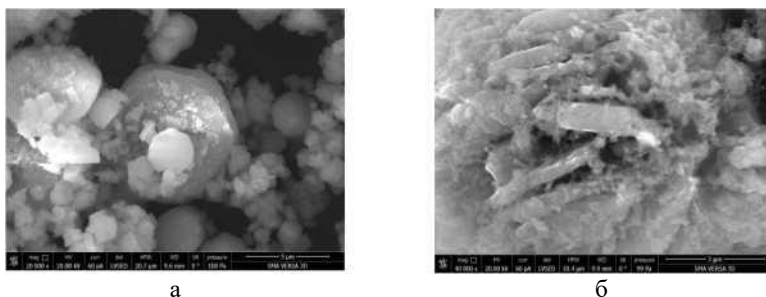


Рисунок 4 - Структура порошка до (а) и после термообработки 1250 °С (б)

После термообработки порошка при 1250 °С появляются частицы игольчатой формы размером от менее 0,1 мкм до 8 мкм в длину, кроме того, наблюдаются агрегаты, образующие «ежики» различных размеров.

### Выводы.

1. Опробована технология получения методом химического диспергирования сплава Al-V наноразмерных порошков.
2. Проведенные исследования структуры и фазового состава показали перспективность использования метода для получения исходных компонентов керамики.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Химическая технология керамики // под ред. И. Я. Гузмана. - М. : ООО РИФ Стройматериалы, 2003. - 493 с.
2. Гайдар, С. М. Исследование коррозионных свойств модельной среды для ускоренных испытаний судовых гальванических покрытий // С. М. Гайдар, Т. И. Валькова, А. М. Пикина // Электрометаллургия. - 2022. -№2.-С. 24-32.
3. Пикина, А. М. К вопросу противокоррозионной защиты сельскохозяйственной техники // А. М. Пикина, Т. И. Валькова, Д. А. Пикин // В сб.: Актуальные проблемы науки и техники : сборник научных статей по материалам VI Международной научно-практической конференции. - Уфа, 2021,-С. 60-65.
4. Balkova, T. I. Basic Techniques for Determining the Porosity of Electrodeposited Coatings // T. I. Balkova, A. I. Prokhorova // Russian Metallurgy (Metally). -2021. -Т.2021.- № 6. - С. 779-783.

### *Об авторах:*

**Балькова Татьяна Ивановна**, доцент, ФГБОУ ВО «Российский государственный аграрный университет - МСХА имени К. А. Тимирязева» (127434, Российская Федерация, Москва, ул. Тимирязевская, 49), кандидат технических наук, balkova@rgau-msha.ru.

**Пикина Анна Михайловна**, ассистент, ФГБОУ ВО «Российский государственный аграрный университет - МСХА имени К. А. Тимирязева» (127434, Российская Федерация, Москва, ул. Тимирязевская, 49), pikina@rgau-msha.ru.

**Шустова Александра Константиновна**, студент, ФГБОУ ВО «Российский государственный аграрный университет - МСХА имени К. А. Тимирязева» (127434, Российская Федерация, Москва, ул. Тимирязевская, 49).

### *About the author:*

**Tatiana I. Balkova**, Associate Professor, Russian State Agrarian University - Moscow Timiryazev Agricultural Academy (127434, Russian Federation, Moscow, Timiryazevskaya str., 49), Cand.Sc. (Engineering), balkova@rgau-msha.ru.

**Anna M. Pikina**, assistant, Russian State Agrarian University - Moscow Timiryazev Agricultural Academy (127434, Russian Federation, Moscow, Timiryazevskaya str., 49), pikina@rgau-msha.ru.

**Alexandra K. Shustova**, student, Russian State Agrarian University - Moscow Timiryazev Agricultural Academy (127434, Russian Federation, Moscow, Timiryazevskaya str., 49).