

УДК 62-486.5

## ДИСПЕРГИРОВАНИЕ НАНОВОЛОКОН ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

©*Васильев Д. С., Сибирский государственный индустриальный университет,  
г. Новокузнецк, Россия, d.s.vasilyev@mail.ru*

## NANO-FIBERS DISPERSION OF ALUMINUM OXIDE

©*Vasilyev D., Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russia,  
d.s.vasilyev@mail.ru*

*Аннотация.* Данная статья посвящена изучению влияния среды и методов диспергирования нановолокон оксида алюминия  $Al_2O_3$ . В работе использовались ультразвуковое диспергирование, добавление стабилизаторов (ПАВ) и механическое диспергирование с использованием шаровой мельницы. Концентрация суспензий, приготовленных на основе дистиллированной воды, составляла 0,25 мас. %. В качестве ПАВ использовали водный раствор цитрата натрия с концентрацией 0,2% ( $Na_3C_6H_5O$  (водный р-р) 0,002M) и этиловый спирт ( $C_2H_5OH$ ). Результаты показали, что наименьший размер частиц наблюдается в среде этилового спирта.

*Abstract.* This article is devoted to the study of the influence of the medium and methods of dispersing  $Al_2O_3$  aluminum oxide nanofibers. Ultrasonic modeling, addition of stabilizers (surfactants) and mechanical dispersion using a ball mill were used in the work. The concentration of suspensions prepared on the basis of distilled water was 0.25 wt. %. An aqueous solution of sodium citrate with a concentration of 0.2% ( $Na_3C_6H_5O$  (aqueous solution) 0.002M) and ethyl alcohol ( $C_2H_5OH$ ) was used as the surfactant. The results showed that the smallest particle size is observed in the medium of ethyl alcohol.

*Ключевые слова:* диспергирование, нановолокна, оксид алюминия.

*Keywords:* dispersing, nanofibers, aluminum oxide.

### Введение

В течение последних нескольких десятилетий использование керамики в различных инженерных применениях значительно возросло. Примерами применения структурные компоненты в газовых турбинах, компоненты в космических аппаратах, автомобильные детали, материалы для режущих инструментов и т. д. Керамика предпочтительна в этих применениях по сравнению с другими материалами, то есть металлами и полимерами, потому что она обладает некоторыми важными свойствами. К ним относятся отличная стойкость к высоким температурам, значительная износостойкость и отличная коррозионная стойкость. Однако некоторые неблагоприятные свойства керамических материалов ограничивают их широкое применение, к ним относятся хрупкость, относительно низкая теплопроводность, низкая вязкость разрушения и прочность, низкая устойчивость к ползучести, усталости. Но влияние этих неблагоприятных свойств керамических материалов можно преодолеть с помощью изменения микроструктуры. Среди различных используемых стратегий разработка композиционных керамических материалов, сочетающих свойства двух или более материалов, была особенно успешной.

Преимущество композитных материалов заключается в том, что в микроструктуре возникают обширные взаимодействия, когда один керамический материал добавляется к другому материалу. Это приводит изменению как тепловых, так и механических свойств композита.

Очень важной задачей является разработка методик гомогенного распределения армирующих нановолокон в исходную матрицу, ведь неравномерность распределения в матрице и агломерированность нановолокон приводит к локальным неравновесным изменениям структуры композиционного материала, уменьшает поверхность взаимодействия волокон и матрицы. В результате агломераты нановолокон могут выступать в качестве структурных дефектов материала, что приводит к неоднородности его свойств

*Цель данной работы:* оценить влияние среды и диспергирования на нановолокна  $\text{Al}_2\text{O}_3$  методами лазерной дифракции.

*Задачи:* изучить основные методы диспергирования нановолокон  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; выполнить эксперименты по диспергированию; оценить влияния среды и диспергирования на нановолокна  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

#### *Материал и методы исследования*

Основным материалом для исследования является нановолокнистый оксид алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Fibrall, OCSiAl) полученный методом жидкофазного каталитического окисления алюминия молекулярным кислородом при температуре 820 °С. Структура исследуемых волокон соответствует орторомбической ( $\delta$ -фаза). Диаметр волокон, по результатам ПЭМ составляет ~20 нм, а их длина превышает ~1 мкм. Отжиг волокон при 1200 °С сопровождается полным фазовым переходом  $\delta$  в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Рисунок 1).

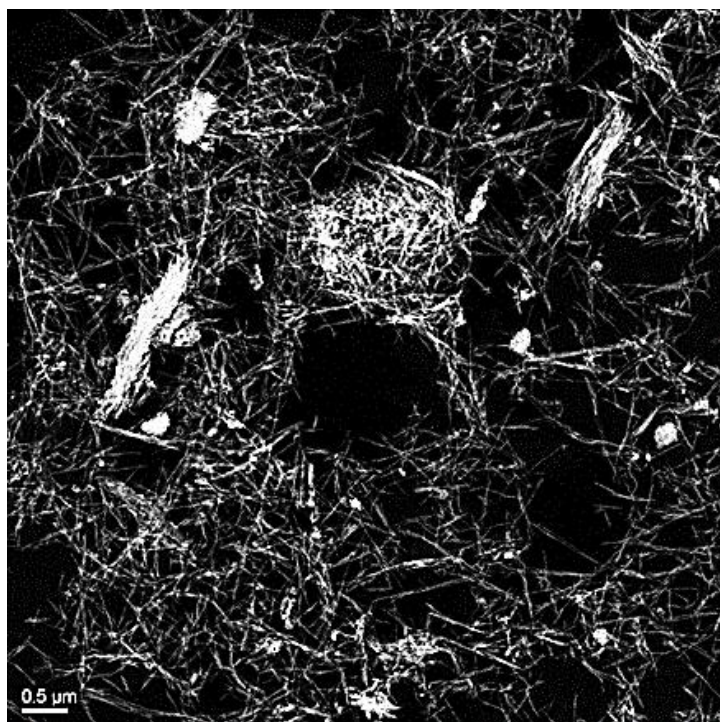


Рисунок 1. Изображение нановолокон оксида алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , полученное методом ПЭМ

Одной из проблем при исследовании наноматериалов считается их предрасположенность к коагуляции. Диспергирование является методом поддержания дисперсности наночастиц.

Для повышения эффективности механическое диспергирование проводят в жидкой среде. Жидкости (растворы ПАВ, электролитов), смачивающие твердое тело, адсорбируются на нем и снижают прочность при механической обработке. Это называется адсорбционное понижение прочности твердых тел.

Общая схема проведения эксперимента представлена на Рисунке 2.

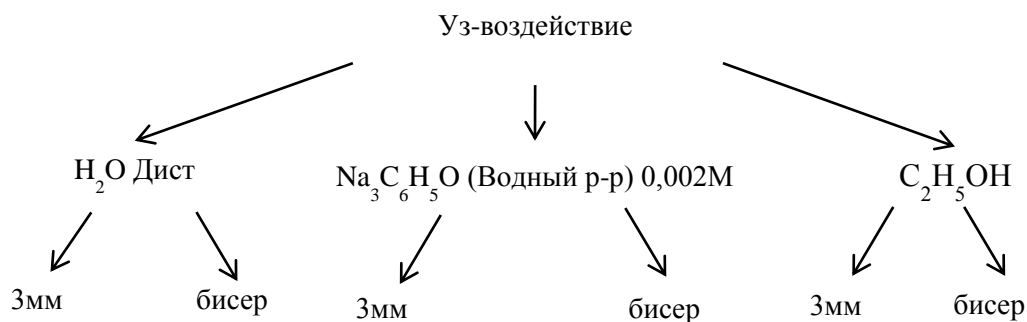


Рисунок 2. Общая схема проведения эксперимента

### *Ультразвуковое диспергирование*

Применение ультразвука к наноматериалам имеет множество эффектов. Одним из них является диспергирование материалов в жидкостях для разрушения агломератов частиц. Это приводит к уменьшению частиц и увеличению однородности по размеру. Диспергирование и деагломерация с помощью ультразвука является результатом ультразвуковой кавитации. Суть заключается в образовании и последующем захлопывании пузырьков в жидкой среде, в результате которых образуются ударные волны, обеспечивающие возникновение потоков дисперсной среды, движущихся со скоростью до 1000 км/ч. Также процесс измельчения связан с соударением частиц между собой [1, 2].

### *Добавление стабилизаторов (ПАВ)*

Стабильность является наиболее важным свойством в керамическом коллоиде и суспензиях, и в стабилизации основную роль играют силы взаимодействия частиц. Частицы, диспергированные в жидкой среде, произвольно объединяются вместе благодаря активным поверхностным силам. Таким образом, поверхности частиц должны быть модифицированы для создания отталкивающих потенциалов, которые противодействуют потенциалам притяжения [3].

Поверхностно-активные вещества концентрируются на поверхности наночастиц и вызывают снижение поверхностного натяжения. Адсорбционные слои ПАВ обладают упругостью и механической прочностью, предотвращая слипание дисперсных частиц.

### *Диспергирование с использованием шаровой мельницы*

Диспергирование происходит за счет воздействия внешней механической работы. Для повышения эффективности диспергирование проводят в жидкой среде. В данном методе используют различные мельящие тела разных размеров. Данный метод имеет как плюсы, так и минусы. К плюсам можно отнести отсутствие химических добавок. Минусами являются длительность перемешивания, возможность изменения структуры исходного материала [2, 4].

Все результаты были получены с помощью лазерного анализатора размеров частиц SALD-7101.

### Результаты и обсуждение

Первым этапом проведения эксперимента по диспергированию было приготовление суспензий нановолокон оксида алюминия  $Al_2O_3$ .

В работе готовили раствор на основе дистиллированной воды. В качестве ПАВ использовали водный раствор цитрата натрия с концентрацией 0,2% ( $Na_3C_6H_5O$  (Водный р-р) 0,002М) и этиловый спирт ( $C_2H_5OH$ ). Навеску нановолокон взвешивали с помощью аналитических весов (Acculab ALC-210D4, Germany, погрешность  $\pm 0,0001$  г) и добавляли в готовый раствор. Концентрация суспензий составляла 0,25 мас. %

После приготовления суспензий, начался этап диспергирования, который заключался в ультразвуковом воздействии. Готовые образцы были помещены в ультразвуковую ванну на 30 минут. Размеры частиц после УЗ-диспергирования, полученные методом лазерной дифракция, представлены в Таблице 1.

Таблица 1.

РАЗМЕРЫ ВОЛОКОН ПОСЛЕ УЗ-ДИСПЕРГИРОВАНИЯ

Измерения	$H_2O$ Дист	$Na_3C_6H_5O$ (Водный р-р) 0,002М
$\langle D \rangle$ , мкм	9,259	19,739
Стд. Откл., мкм	0,384	0,387
$D_{10}$ , мкм	2,614	5,681
$D_{50}$ , мкм	10,264	23,519
$D_{90}$ , мкм	26,861	54,184

Размер структурных элементов, определенный методом лазерной дифракции, волокон после уз-воздействия в течении 30 мин. в воде составляет 9,25 мкм, тогда как в  $H_2O + Na_3C_6H_5O$  размер равен 19,7 мкм.

Конструктивно валковая лабораторная мельница представляет собой раму, сваренную из стального профиля, на которой установлены два покрытых специальной термостойкой резиной вала.

Один из валков является приводным, он жестко закреплен на раме мельницы и связан с двигателем посредством клиновидного ремня. Второй валок свободно вращается в подшипниковых опорах. Привод вращения валка осуществляется электрическим двигателем.

Размер волокон в спиртовой суспензии не удалось получить по техническим причинам.

Дальнейшее диспергирование суспензий проводилось с использованием шаровой мельницы (Таблица 2).

Обработка образцов на шаровой мельнице производилась в течение 15 часов. В качестве мелющих тел были выбраны шарики из оксида циркония  $ZrO_2$  диаметром 3 мм, а также бисер из оксида циркония  $ZrO_2$ . Массовое соотношение суспензия-мелющие тела 1:1. Помимо диспергирования волокон  $Al_2O_3$ , также было задачей не допустить измельчения исходной морфологии волокон, поэтому скорость вращения мельницы была минимальна, 50 об/мин.

Таблица 2.  
РАЗМЕР ВОЛОКОН В ЗАВИСИМОСТИ ОТ СРЕДЫ И УСЛОВИЙ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ

Измерения	Mean V, мкм	Std Dev, мкм	$D_{10}$ , мкм	$D_{50}$ , мкм	$D_{90}$ , мкм	Мелющие тела
$H_2O$ Дист.	12,823	0,386	3,598	14,599	35,917	Бисер $ZrO_2$
$Na_3C_6H_5O$ (Водный p-p) 0,002M	31,124	0,335	9,655	36,361	72,972	
$C_2H_5OH$	5,881	0,839	0,116	12,092	30,178	
$H_2O$ Дист.	14,951	0,42	3,803	17,443	45,899	Шары 3 мм $ZrO_2$
$Na_3C_6H_5O$ (Водный p-p) 0,002M	33,488	0,314	12,463	38,305	74,532	
$C_2H_5OH$	7,17	0,406	1,96	7,949	23,195	

#### Выводы

Из результатов, полученных методом лазерной дифракции, видны зависимости:

1. применение бисера  $ZrO_2$  способствует более эффективному диспергированию в независимости от дисперсионной среды;
2. наименьший размер частиц наблюдается после диспергирования в среде этилового спирта (5,9 мкм), в дистиллированной воде — 12,8 мкм;
3. наибольший размер частиц наблюдается при использовании в качестве среды водного раствора цитрата натрия с концентрацией 0,2%. Объяснение этому следует искать в морфологических и структурных особенностях объекта исследования.

#### Список литературы:

1. Агранат Б. А. Основы физики и техники ультразвука. М.: Книга по Требованию, 2012. 352 с.
2. Ivanov R., Hussainova I., Aghayan M., Drozdova M., Pérez Coll D., Rodríguez M. A., Rubio Marcos F. Graphene-encapsulated aluminium oxide nanofibers as a novel type of nanofillers for electroconductive ceramics // J Eur Ceram Soc. 2015. No. 35: P. 4017–4021
3. David McKinney, Wolfgang Sigmund, Handbook of Advanced Ceramics (Second Edition) Materials, Applications, Processing, and Properties. 2013. P. 911-926.
4. Hussainova I., Drozdova M., Perez-Coll D., Rubio-Marcos F., Jasiuk I., Soares J.A.N.T., Rodrihuez M.A. Electroconductive composite of zirconia and hybrid graphene/alumina nanofibers // Journal of the European Ceramic Society, 2017, V.37, I. 12, p. 3713-3719.

#### References:

1. Agranat, B. A. (2012). Fundamentals of ultrasound physics and technology. Moscow: The book on Demand, 352.
2. Ivanov, R., Hussainova, I., Aghayan, M., Drozdova, M., Pérez-Coll, D., Rodríguez, M. A., & Rubio-Marcos, F. (2015). Graphene-encapsulated Aluminium Oxide Nanofibers as a Novel Type of Nanofillers for Electroconductive Ceramics. Journal of the European Ceramic Society, 35 (14), 4017–4021. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2015.06.011.
3. McKinney, D., & Sigmund, W. (2013). Handbook of Advanced Ceramics. Materials, Applications, Processing, and Properties. 911-926.

4. Hussainova, I., Drozdova, M., Perez,-Coll D., Rubio-Marcos, F., Jasiuk, I., Soares, J.A.N.T., & Rodrihuez, M. A. (2017). Electroconductive composite of zirconia and hybrid graphene/alumina nanofibers. *Journal of the European Ceramic Society*, 37(12), 3713-3719.

Работа поступила  
в редакцию 16.08.2018 г.

Принята к публикации  
20.08.2018 г.

---

Ссылка для цитирования:

Васильев Д. С. Диспергирование нановолокон оксида алюминия // Бюллетень науки и практики. 2018. Т. 4. №9. С. 142-147. Режим доступа: <http://www.bulletennauki.com/vasilyev-d> (дата обращения 15.09.2018).

Cite as (APA):

Vasilyev, D. (2018). Nano-fibers dispersion of aluminum oxide. *Bulletin of Science and Practice*, 4(9), 142-147.