

УДК 546.05

DOI: 10.17223/24135542/20/1

Д.А. Гурьянов^{1, 2}, Г.А. Воронова^{2, 3}

¹ *Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск, Россия)*

² *Национальный исследовательский Томский политехнический университет (г. Томск, Россия)*

³ *Национальный исследовательский Томский государственный университет (г. Томск, Россия)*

Получение керамических пористых мембран на основе оксида алюминия

Объектом исследования является пористый материал для мембран на основе оксида алюминия, полученный методом прямого химического осаждения в водном растворе с различными порообразующими добавками.

Осуществлен синтез порошка Al_2O_3 методом прямого химического осаждения в водном растворе с различными добавками (цитратным методом) с добавлением органических стабилизаторов разной молекулярной массы. В процессе исследования проводились фазовый анализ полученных образцов методом рентгенофазового анализа, термический анализ методами ТГ/ДСК, исследование процессов спекания при помощи дилатометрии. После прессования и спекания полученного порошка исследовались пористая структура методом ртутной порозиметрии и морфология поверхности методом атомно-силовой микроскопии.

В результате исследования получены микро- и наноразмерные порошки оксида алюминия. Путем прессования и спекания порошков получены мембраны с общей пористостью до 52% и твердостью, достаточной для их применения в процессе микрофильтрации.

Ключевые слова: *алюмооксидная керамика, мембрана, микрофильтрация, пористая керамика, химическое осаждение.*

Введение

В настоящее время процессы катализа и сепарации в органическом синтезе, микро- и ультрафильтрации, газоразделения, аэрации, обогащения сырья, очистки промышленных отходов невозможно проводить без применения пористых материалов. Пористые элементы для фильтров могут быть получены из самого разнообразного сырья (керамика и металлокерамика, стекло- и графитопласты, ацетаты целлюлозы, ароматические полиамиды, полисульфонамид, полиэтилен, полипропилен, металлы) [1]. Химическая стабильность полимерных мембран лимитируется в отношении сильных кислот и органических жидкостей. По этой причине в последнее время усиливается интерес к менее традиционным материалам, в частности к оксидной керамике, преимущества которой заключаются в химической инертности и стабильности при высоких температурах, т.е. в условиях, когда полимерные мембраны неприемлемы.

Из-за уникальных свойств оксидную керамику выбирают как материал для получения мембран [2]. Проницаемая пористость керамических материалов может составлять от 50 до 95%. В сравнении с иными материалами керамика обладает повышенной химической и термической стойкостью. Из этого следует, что керамические мембраны можно применять в работе с высокими температурами при протекании химических реакций. Пористый алюмооксидный материал может использоваться практически при любых рН среды и в любых растворителях, вследствие чего для его регенерации допускаются к использованию практически все виды регенерирующих кислотных и щелочных сред, в том числе и термическая регенерация. Справедливо предположить, что при определенных условиях керамические изделия выдерживают больше рабочих циклов, чем их полимерные аналоги.

Существует следующая классификация по типу мембранного процесса, в котором используются мембраны:

- мембраны для микрофльтрации (размер пор 0,1–1 мкм);
- мембраны для ультрафльтрации (размер пор 10–100 нм);
- мембраны для нанофльтрации (размер пор 1–10 нм);
- мембраны для обратного осмоса (размер пор < 1 нм).

В настоящее время наибольшее применение в промышленности получили процессы микро- и ультрафльтрации. Размеры частиц или молекул разделяемых веществ определяют необходимый размер пор и распределение пор по размерам.

Анализ условий службы керамических мембран показывает, что оксидную керамику объединяет требование высокой проницаемой пористости и регулируемой структуры пор, обеспечивающих высокую производительность и селективность изделий. При этом поровое строение тела оказывает решающее влияние на все основные свойства материала. Одновременная оптимизация структуры и состава материала позволит получать прочные, химически и термически стойкие изделия в широком диапазоне значений их проницаемой пористости.

Из химических методов получения пористой керамики перспективным является цитратный метод (метод Печини) [3], который позволяет использовать доступные реагенты, не требует высокотехнологичного оборудования, в процессе синтеза формируются однородные пористые системы. Метод позволяет регулировать пористость системы, варьируя концентрацию органических порообразующих добавок. Однако в литературе сведения о влиянии добавок на пористость достаточно разрозненны и не систематизированы [4].

Цель работы – получение керамических мембран на основе Al_2O_3 с контролируемой пористостью и исследование их свойств. Для достижения цели поставлены следующие задачи: получение порошка оксида алюминия цитратным методом с добавлением органических стабилизаторов разной молекулярной массы для оценки влияния стабилизатора на структуру и свойства конечного материала; исследование порошка методами БЭТ, РФА, ДСК; определение оптимальных условий синтеза, термообработки

и прессования порошка оксида алюминия для получения механически прочных пористых мембран.

Экспериментальная часть

Получение оксида алюминия методом цитратного геля

Для синтеза порошка Al_2O_3 использовали метод химического осаждения нитрата алюминия в водном растворе лимонной кислоты. Цитратный метод является низкотемпературным способом получения ультрадисперсных, однородных, высоко реакционноспособных порошков оксидов металлов [3]; в качестве комплексообразующего агента используется лимонная кислота $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ при соотношении компонентов $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 : \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 = 1 : 1$.

В работе использовали 0,5 М водный раствор нитрата алюминия, после приготовления в него добавляли лимонную кислоту и выдерживали сутки. Полученный раствор медленно выпаривали, в результате чего образовывался желтый гелеобразный осадок. Осадок сушили, разделяли на 3 части и подвергали термообработке при температурах 500, 700, 900°C в течение 4 ч. В процессе отжига происходит разложение прекурсоров и образование порошка. Реакцию можно представить в виде уравнения:



Таким же образом готовили еще два раствора нитрата алюминия и лимонной кислоты с тем отличием, что в один добавляли этиленгликоль ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$), а во второй полиэтиленгликоль с молекулярной массой 2 000 (ПЭГ-2000). Отношение добавки к лимонной кислоте было 1 : 4. В данном случае ионы алюминия оказываются захваченными в органическую матрицу, образованную этерификацией между хелатообразователем и многоатомным спиртом, в которой они слабо связаны [Там же]. После приготовления растворы выпаривали, сушили и подвергали термообработке, описанной выше.

Полученные порошки подвергались холодному одноосному прессованию при давлениях 200, 500, 800 МПа на прессе ИП-500М-авто. При прессовании не использовались дополнительные связки и пластификаторы. Спрессованные образцы для придания механической прочности спекали на воздухе 2 ч при 1 600°C.

Методы исследования

Рентгенофазовый анализ образцов проводили с помощью рентгеновского дифрактометра XRD-7000S Shimadzu (Япония).

Измерение величины удельной поверхности на приборе Sorbi®-М (Россия) проводили по БЭТ-методу.

Термический анализ проводили на приборе синхронного термического анализа (дериватографе) STA 409 PC LUXX®.

Исследование процессов спекания проводили на высокотемпературном вакуумном dilatометре NETZSCH DIL 402 C механического типа.

Определение пористости образцов проводили на приборе для анализа размеров пор методом ртутной порометрии Quantachrome Poremaster 33 (США).

Для исследования микротвердости использовали прибор типа ПМТ-3, разработанный М.М. Хрущевым и Е.С. Берковичем [5, 6], стандартным методом измерения твердости по Виккерсу HV (ГОСТ 2999–75).

Результаты и их обсуждение

В ходе проведения работы были получены порошки оксида алюминия с добавлением органических стабилизаторов разной молекулярной массы (этиленгликоль, ПЭГ-2000) и без, с разными температурами отжига (500, 700, 900°C). Результаты рентгенофазового анализа образцов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты рентгенофазового анализа образцов порошков Al₂O₃

Порообразующая добавка	Т отжига, °С	Размер ОКР, нм	Фаза Al ₂ O ₃
Отсутствует	500	–	Аморфная
	700	–	Аморфная
	900	9,28	γ, аморфная
Этиленгликоль	500	–	Аморфная
	700	–	Аморфная
	900	8,97	γ, аморфная
ПЭГ-2000	500	–	Аморфная
	700	–	Аморфная
	900	9,45	γ, аморфная

В табл. 2 представлены значения удельной поверхности образцов, полученной методом газовой десорбции, и диаметра пор, который рассчитывали по формуле

$$d = \frac{6}{S \cdot \rho},$$

где S – удельная поверхность, м²/г; ρ – плотность порошка, г/см³. Для образцов, отожженных при 500 и 700°C, для расчета пористости плотность непористого аморфного Al₂O₃ принималась 2,2 г/см³, а для образцов, прокаленных при 900°C, средняя плотность между аморфным Al₂O₃ и γ-Al₂O₃ – 2,94 г/см³. Из табл. 2 видно, что образцы, полученные как с добавкой органического стабилизатора, так и без, имеют значительную удельную поверхность. Приведены данные только для порошков, отожженных при 900°C, так как при других температурах появляется большая ошибка определения и данные не воспроизводятся. Стоит отметить, что при увеличении температуры термообработки происходит уменьшение удельной поверхности образцов, а добавление стабилизатора приводит к незначительному ее увеличению.

На рис. 1 представлены кривые ТГ/ДСК для образцов Al₂O₃, полученных методом цитратного геля и подвергнутых термообработке при температурах 500, 700 и 900°C. Как видно из ТГ-кривой, с увеличением темпе-

ратуры предварительной термообработки уменьшается потеря массы. Для образцов, обработанных при 500, 700 и 900°C, потери составляют 7,96, 5,07 и <1% соответственно. На всех трех кривых ДСК в области 50–200°C наблюдается эндотермическая реакция. Это может быть связано с выделением физически адсорбированной воды и начавшимся выделением CO₂, образующегося при разложении лимонной кислоты. Согласно литературным данным [3, 7], процесс выгорания начинается при 200°C и продолжается вплоть до 900°C. Данным фактом можно объяснить наличие экзотермического пика в области 850–900°C у образцов, подвергнутых термообработке при 500 и 700°C. У образца, подвергнутого термообработке при 900°C, данный пик не проявляется. Также у всех трех образцов наблюдается экзотермический пик в области 1 150°C, что свидетельствует об образовании α-Al₂O₃.

Таблица 2

Величины удельной поверхности и диаметра частиц порошков Al₂O₃, отожженных при 900°C

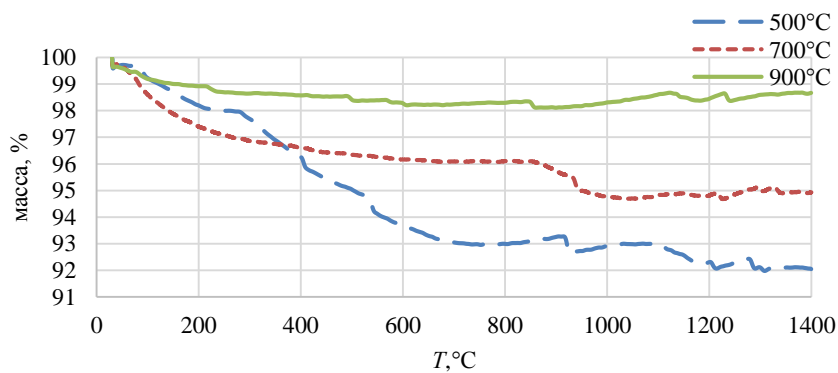
Порообразующая добавка	S , м ² /г	d , нм
Отсутствует	34,04	59,95
Этиленгликоль	40,44	50,46
ПЭГ-2000	43,59	46,81

Полученные порошки прессовали одноосным холодным прессованием на испытательном прессе ИП-500М-авто без добавления связок и пластификаторов (давления прессования 200, 500, 800 МПа). В табл. 3 представлены данные прессования: m – масса, h – высота, ρ_n – плотность, Π – общая пористость, все значения указаны после прессования. Образцы обозначены следующим образом: на первом месте стоит буква С; затем буква, указывающая на добавку (Е – этиленгликоль, Р – ПЭГ; если второй буквы нет, значит добавка отсутствует); первая цифра означает температуру предварительного отжига (5 – 500°C, 7 – 700°C, 9 – 900°C); цифра после дефиса указывает на давление прессования (МПа). Диаметр всех полученных образцов 10 мм. Для расчета общей пористости использовалась формула

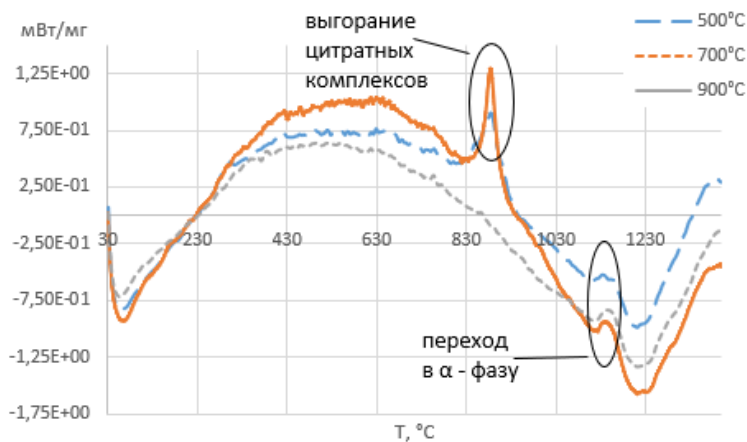
$$\Pi = \left(1 - \frac{\rho_n}{\rho}\right) \times 100\%,$$

где ρ_n – плотность пористого материала, г/см³; ρ – истинная плотность материала, г/см³; ρ_n рассчитывалась на основании известных массы и объема каждого образца.

Из табл. 3 видно, что образцы, имеющие бóльшую исходную температуру отжига (СЕ9-200, СР9-200, СР5-200), имеют и наибольшую пористость (до 46%). Также наибольшая пористость достигается при добавлении ПЭГ-2000 у образцов СР5-200, СР7-200 и СР9-200 и составляет 39, 36 и 46% соответственно. Общая пористость Π является максимальной для образца СР9-200 (46%).



а



б

Рис. 1. Результаты термического анализа: ТГ- (а) и ДСК-кривые (б) Al₂O₃, полученного методом цитратного геля, отжиг при 500, 700 и 900°C

Таблица 3

Плотность и пористость образцов после прессования

Образец	<i>m</i> , г	<i>h</i> , мм	ρ_n , г/см ³	П, %
C5-200	0,26	2,014	1,644	25,248
C5-500	0,253	1,818	1,772	19,418
C5-800	0,226	1,519	1,895	13,849
CE5-200	0,266	2,326	1,456	33,781
CE5-500	0,26	2,053	1,613	26,668
CE5-800	0,281	2,081	1,720	21,811
CP5-200	0,28	2,66	1,340	39,048
CP5-500	0,223	1,882	1,509	31,389
CP5-800	0,283	2,226	1,619	26,384
C7-200	0,318	2,452	1,652	24,904
C7-500	0,275	1,962	1,785	18,840
C7-800	0,238	1,588	1,909	13,217
CE7-200	0,247	1,951	1,612	26,692

Образец	m , г	h , мм	ρ_n , г/см ³	Π , %
CE7-500	0,264	1,915	1,756	20,174
CE7-800	0,262	1,765	1,890	14,046
CP7-200	0,251	2,258	1,416	35,633
CP7-500	0,246	2,051	1,527	30,549
CP7-800	0,311	2,431	1,629	25,923
C9-200	0,26	1,649	2,008	33,048
C9-500	0,212	1,324	2,039	32,008
C9-800	0,251	1,466	2,181	27,297
CE9-200	0,289	2,047	1,798	40,050
CE9-500	0,222	1,17	2,417	19,429
CE9-800	0,265	1,313	2,571	14,298
CP9-200	0,237	1,866	1,617	46,068
CP9-500	0,291	1,935	1,915	36,141
CP9-800	0,258	1,533	2,143	28,536

Дилатометрические кривые (рис. 2) показали, что у образцов, отожженных при меньших температурах, область интенсивного спекания сдвигается в сторону меньших температур (для образцов без органических стабилизаторов). Так, у образцов, отожженных при 500°C, область интенсивного спекания 517–1207°C, при 700° – 772–1 600°C; при 900°C – 1 027–1 600°C. На кривых происходит излом при достижении 1 162°C для 500°C, 1 147° – для 700°C, 1 117° – для 900°C. Вероятно, это связано с началом образования α -Al₂O₃. По характеру кривых видно, что процесс спекания не завершился, поэтому принято решение использовать дополнительно двухчасовую выдержку всех образцов при 1 600°C на воздухе в муфельной печи для завершения спекания и придания механической прочности.

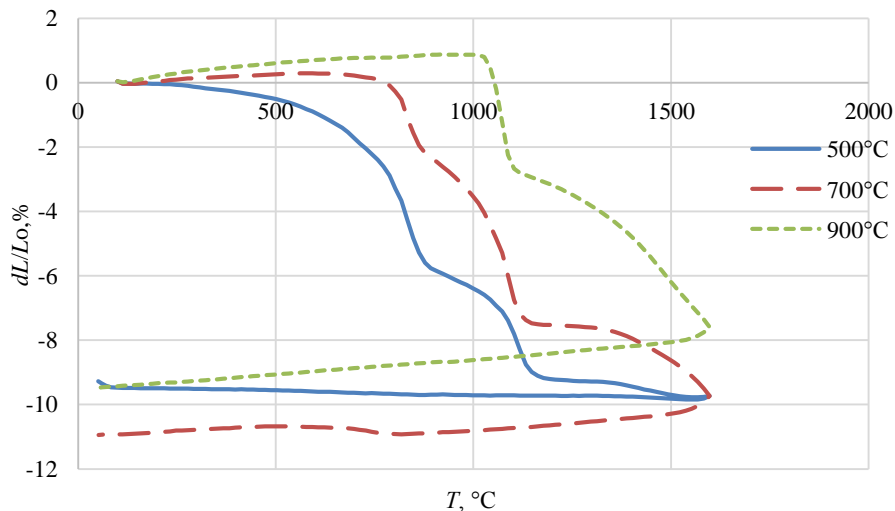


Рис. 2. Дилатометрический анализ образцов, спрессованных при 200 МПа и отожженных при 500, 700, 900°C

На рис. 3 представлены dilatометрические кривые для образцов С9, спрессованных при 200, 500, 800 МПа. Как видно из характера кривых, выбор давления прессования не оказывает такого сильного влияния на процесс спекания, как выбор режима предварительной термообработки. Скорость спекания образцов возрастает с увеличением давления прессования, а финальное значение усадки у них выше. Это объясняется большей плотностью образцов и, следовательно, большим числом межчастичных контактов [8–10].

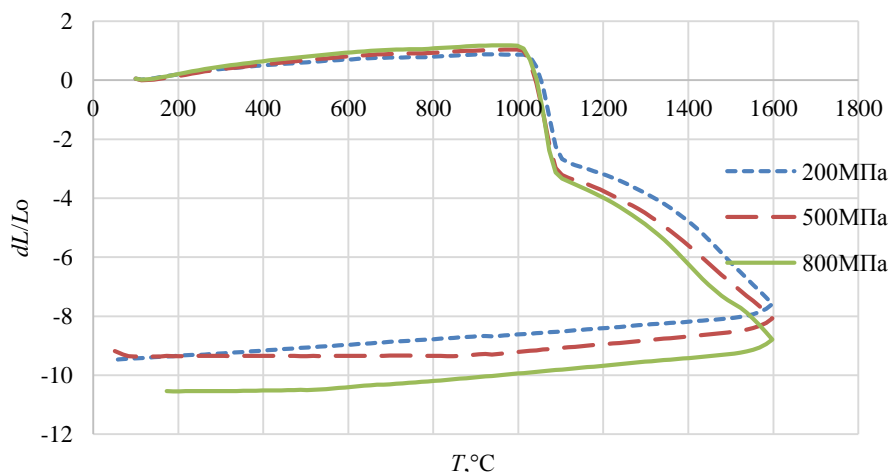


Рис. 3. Dilатометрические кривые образцов отожженных при 900°C и спрессованных при 200, 500, 800 МПа

Как известно, пористость бывает открытой и закрытой. Закрытая пористость является нежелательной, так как, во-первых, ухудшает механические свойства материала, во-вторых, снижает доступность образцов по объему. Поэтому спеченные образцы исследовали на пористость методом ртутной порометрии. Данные о пористости спеченного оксида алюминия, в ходе синтеза которого не добавляли высокомолекулярные стабилизаторы, представлены в табл. 4.

Таблица 4

Влияние давления прессования и температуры отжига на пористость образцов

Давление прессования, МПа	Температура предварительного отжига, °C	Общая пористость, %	% открытой пористости (от объема образца)	% открытой пористости (от общей)	Средний диаметр пор, мкм
200	500	62,66	33,50	53,46	4
	700	59,4	89*	*	*
	900	53,38	35,58	66,64	5,5
500	500	58,4	98*	*	*
	700	56,14	19,22	34,23	3
	900	46,12	22,45	48,6	2

Окончание табл. 4

Давление прессования, МПа	Температура предварительного отжига, °С	Общая пористость, %	% открытой пористости (от объема образца)	% открытой пористости (от общей)	Средний диаметр пор, мкм
800	500	52,38	39,84	75,70	1
	700	47,62	38,34	73,19	0,7
	900	52,63	22,99	48,27	0,5

* ошибка определения.

Лучшие значения открытой пористости 75,7 и 73,2% показывают образцы, спрессованные при 800 МПа и отожженные при 500 и 700°С соответственно.

Так как ранее было установлено, что процесс спекания не завершается, была подготовлена еще одна партия образцов, спеченных на воздухе при 1 600°С в течение 2 ч. Данные после спекания представлены в табл. 5.

Таблица 5

Данные о плотности и пористости образцов после спекания

Образец	Масса, г	Высота, мм	Диаметр, мм	Плотность, г/см ³	Пористость, %
C5-200	0,221	1,758	8,85	2,044	48,755
C5-500	0,228	1,576	8,84	2,358	40,894
C5-800	0,2	1,33	8,83	2,456	38,423
CE5-200	0,236	1,98	8,82	1,951	51,082
CE5-500	0,246	1,742	8,58	2,443	38,755
CE5-800	0,255	1,778	8,54	2,505	37,215
CP5-200	0,256	2,226	8,51	2,022	49,299
CP5-500	0,213	1,592	8,57	2,320	41,838
CP5-800	0,259	1,879	8,49	2,436	38,945
C7-200	0,3	2,183	8,97	2,175	45,469
C7-500	0,25	1,734	8,98	2,277	42,918
C7-800	0,217	1,414	9,01	2,408	39,644
CE7-200	0,213	1,709	8,9	2,004	49,764
CE7-500	0,245	1,669	8,87	2,376	40,431
CE7-800	0,232	1,546	8,85	2,440	38,828
CP7-200	0,23	1,983	8,83	1,895	52,505
CP7-500	0,222	1,849	8,8	1,975	50,499
CP7-800	0,29	2,155	8,79	2,218	44,392
C9-200	0,233	1,522	9,21	2,299	42,379
C9-500	0,21	1,212	9,1	2,665	33,197
C9-800	0,241	1,308	9,02	2,884	27,697
CE9-200	0,272	1,896	9,31	2,108	47,156
CE9-500	0,18	1,052	9,12	2,620	34,321
CE9-800	0,209	1,155	9,05	2,814	29,461
CP9-200	0,216	1,741	9,1	1,908	52,166
CP9-500	0,26	1,739	8,94	2,383	40,274
CP9-800	0,219	1,455	8,88	2,431	39,058

Из табл. 5 видно, что наибольшее значение пористости (52,5%) показывает образец CP7-200.

На рис. 4 представлены значения средней пористости в зависимости от параметров синтеза.

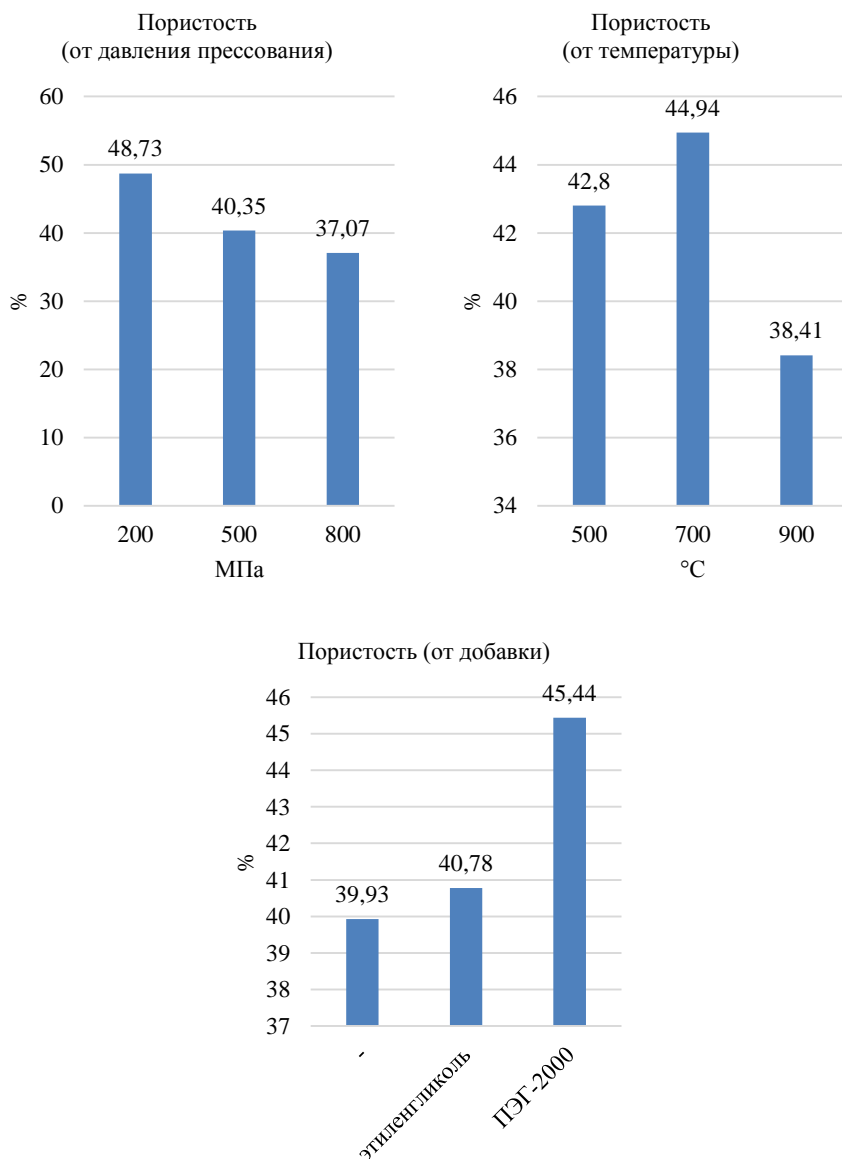


Рис. 4. Влияние параметров синтеза на пористость Al₂O₃

Обобщая полученные данные, можно сказать следующее:
– для достижения максимального значения пористости необходимо в раствор лимонной кислоты и нитрата алюминия добавлять высокомолекулярный органический стабилизатор;

– предварительный отжиг не должен превышать температуру, при которой цитратные комплексы полностью выгорают, благодаря этому при спекании будет образовываться поровая структура.

Измеренные экспериментально значения микротвердости образцов лежат в диапазоне 1,8–3 ГПа. Данное значение является достаточным для керамики, на 50% состоящей из пор, так как в процессах микрофльтрации не применяются давления более 2 бар.

На рис. 5, 6 приведены АСМ-изображения поверхностей двух образцов.

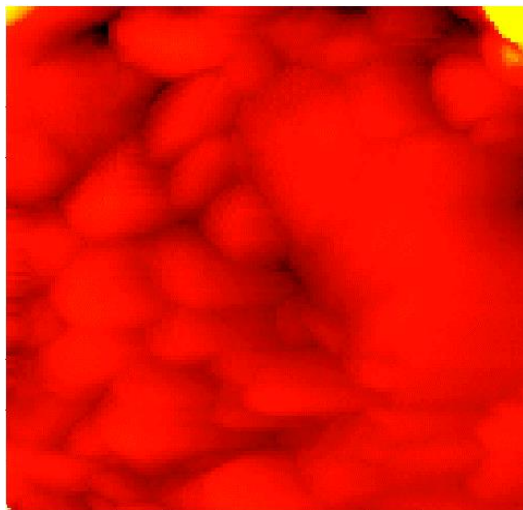


Рис. 5. АСМ-изображение образца с добавлением этиленгликоля, отожженного при 500°C и спрессованного при 500 МПа (разрешение 5×5 мкм)

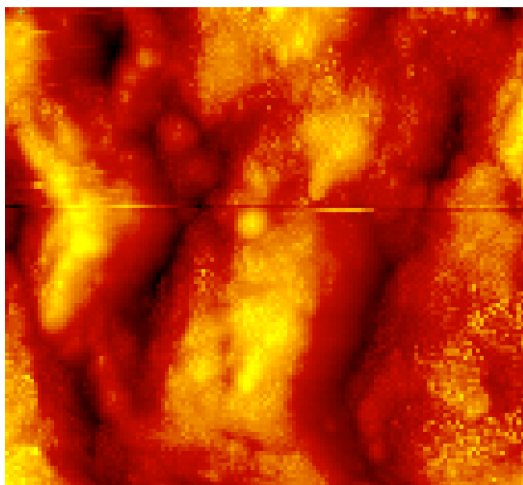


Рис.6. АСМ-изображение образца без добавок, отожженного при 900°C и спрессованного при 800 МПа (разрешение 10×10 мкм)

Поверхность образцов состоит из вытянутых зерен, которые, в свою очередь, состоят из сферических субзерен, что соответствует литературным данным [11]. Поры имеют щелевидную форму длиной до 3 мкм, шириной от 0,1 до 1 мкм.

Выводы

В ходе выполнения работы достигнуты следующие результаты:

1. Разработан подход к получению пористого материала (керамики) на основе оксида алюминия, заключающийся в получении порошка Al_2O_3 цитратным методом, последующей термообработке, прессовании и спекании.

2. Для завершения процесса спекания керамики из порошков, полученных в данной работе, и придания ей механической прочности необходимо выдерживать спрессованные образцы в течение 2 ч при 1 600°C. Выбор давления прессования не оказывает заметного влияния на процесс спекания.

3. Установлено влияние параметров синтеза на общую пористость:

4. Введение высокомолекулярных добавок увеличивает пористость: у образцов без добавок средняя пористость составляла 39,9%, с этиленгликолем – 40,8%, с ПЭГ-2000 – 45,44%. Температура отжига дает следующие значения средней общей пористости: 42,8% при 500°C, 44,9% при 700°C и 38,4% при 900°C. Давление прессования закономерно уменьшает пористость: 48,7% при 200 МПа, 40,4% при 500 МПа и 37,1% при 800 МПа.

5. Наибольшие значения пористости достигнуты у следующих образцов: добавка ПЭГ-2000, температура отжига 700°C, давление прессования 200 МПа – общая пористость 52,5%; добавка ПЭГ-2000, температура отжига 900°C, давление прессования 200 МПа – общая пористость 52,2%; добавка этиленгликоль, температура отжига 500°C, давление прессования 200 МПа – общая пористость 51,1%.

Литература

1. Свитцов А.А. Мембранные технологии в России // The Chemical Journal / Химический журнал. 2010. № 10. С. 22–26.
2. Монин А.В., Земцова Е.Г., Швейкина Н.Б., Смирнов В.М. Синтез микро- и наночастиц оксида алюминия золь-гель методом // Вестник СПбГУ. 2010. Т. 4, № 3. С. 154–157.
3. Ростокина Е.Е. Получение особо чистых ультрадисперсных порошков алюмоиттриевого граната золь-гель методом : дис. ... канд. хим. наук. Н. Новгород, 2015. 147 с.
4. Qiu F., Pu X., Li J., Liu X., Pan Y., Guo J. Thermal behavior of the YAG precursor prepared by sol-gel combustion process // Ceramics International. 2005. V. 31. P. 663–665.
5. Хрущев М.М., Беркович Е.С. Микротвердость, определяемая методом вдавливания. М. : Изд-во Акад. наук СССР, 1943. 193 с.
6. Хрущев М.М., Беркович Е.С. Приборы ПМТ-2 и ПМТ-3 для испытания на микротвердость. М. : Изд-во Акад. наук СССР, 1950. 63 с.
7. Kilgus M., Gepert V., Dinges N. et al. Palladium coated ceramic hollow fibre membranes for hydrogen separation // Desalination. 2006. V. 200 (1). P. 95–96.
8. Тимашев С.Ф. Физикохимия мембранных процессов. М. : Химия, 1980. 232 с.
9. Хванг С.Т., Каммермейер К. Мембранные процессы разделения : пер. с англ. М. : Химия, 1981. 464 с.

10. Мулдер М. Введение в мембранную технологию : пер. с англ. М. : Мир, 1999. 513 с.
11. Андрианов А.П. Исследование и оптимизация работы установок очистки воды методом ультрафильтрации : автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 2003. 22 с.

Информация об авторах:

Гурьянов Денис Андреевич, аспирант Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета (Томск, Россия). E-mail: desa-93@mail.ru

Воронова Гульнара Альфридовна, канд. хим. наук, доцент, Национальный исследовательский Томский государственный университет, доцент Отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета (Томск, Россия). E-mail: voronova@tpu.ru

Tomsk State University Journal of Chemistry, 2020, 20, 6–19. DOI: 10.17223/24135542/20/1

D.A. Gurianov^{1,2}, G.A. Voronova^{2,3}

¹ *Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS (Tomsk, Russia)*

² *National Research Tomsk Polytechnic University (Tomsk, Russia)*

³ *National Research Tomsk State University (Tomsk, Russia)*

Obtaining of ceramic porous alumina membranes

The object of research is a porous alumina material for membranes, obtained by direct chemical deposition in an aqueous solution with various pore-forming additives.

The synthesis of Al₂O₃ powder was carried out by the method of direct chemical precipitation in an aqueous solution with various additives (citrate method) with the addition of organic stabilizers of different molecular weights. The phase analysis of the obtained samples was carried out by X-ray phase analysis, thermal analysis by TG / DSC methods, and the study of sintering processes using dilatometry. The resulting powders were pressed and sintered, and the porous structure was investigated by mercury porosimetry, the surface morphology was studied by atomic force microscopy.

As a result of the study, micro- and nano-sized alumina powders were obtained. By pressing and sintering the powders, membranes with a total porosity of up to 52% and a hardness sufficient for their use in the microfiltration process were obtained.

Keywords: *alumina ceramics, membrane, microfiltration, porous ceramics, chemical deposition.*

References

1. Svitcov, A.A. Membrannyetehnologii v Rossii [Membrane technologies in Russia] // The Chemical Journal / Himicheskij zhurnal. 2010. № 10. P. 22–26. In Russian.
2. Monin, A.V., Zemtsova E.G. et al. Sintez micro- i nanochastits oksida aluminija zol-gel metodom [Synthesis of micro-and nanoparticles of aluminum oxide by sol-gel method] // Vestnik CИПГУ. 2010. V. 4, № 3. P. 154–157. In Russian.
3. Rostokina, E.E. Poluchenie osobo chistyh ultradisperstnyh poroshkov alumoitrievogo granata zol-gel metodom [Obtaining of especially pure ultrafine powders of aluminum-trium garnet by sol-gel method]: dis. of the candidate of chem. sciences. Nizhniy Novgorod, 2015. 147 p. In Russian.
4. Qiu, F., Pu, X., Li, J., Liu, X., Pan, Y., Guo, J. Thermal behavior of the YAG precursor prepared by sol-gel combustion process // Ceramics International. 2005. V. 31. P. 663–665.

5. Khrushchev, M.M., Berkovich E.S. Mikrotverdost', opredeljaemaja metodom vдавlivanija [Microhardness determined by the indentation method]. M.: Publishing House of the USSR Academy of Sciences, 1943. 193 p. In Russian.
6. Khrushchev, M.M., Berkovich E.S. Pribory PMT-2 i PMT-3 dlja ispytaniya na mikrotverdost' [PMT-2 and PMT-3 devices for microhardness testing]. M.: Publishing House of the USSR Academy of Sciences, 1950. 63 p. In Russian.
7. Kilgus M., Gepert V., Dinges N. et al. Palladium coated ceramic hollow fibre membranes for hydrogen separation // Desalination. 2006. V. 200 (1). P. 95–96.
8. Timashev, S.F. Fizikohimija membrannyh processov [Physical chemistry of membrane processes]. M.: Himija, 1980. 232 p. In Russian.
9. Hvang, S.T., Kammermejer K. Membrannye processy razdelenija [Membrane separation processes]: per. s angl. M.: Himija, 1981. 464 p. In Russian.
10. Mulder, M. Vvedenie v membrannuju tehnologiju [Introduction to membrane technology]: per. s angl. M.: Mir, 1999. 513 p. In Russian.
11. Andrianov, A.P. Issledovanie i optimizacija raboty ustanovok oчитki vody metodom ul'trafil'tracii: avtoref. dis. [Research and optimization of the operation of water purification plants by ultrafiltration: abstract. dissertations]. M., 2003. 22 p. In Russian.

Information about the authors:

Gurianov Denis Andreevich, PhD student, National Research Tomsk Polytechnic University (Tomsk, Russia). E-mail: desa-93@mail.ru

Voronova Gulnara Alfridovna, assistant professor, PhD, National Research Tomsk State University, National Research Tomsk Polytechnic University (Tomsk, Russia). E-mail: voronova@tpu.ru