

# **Влияние добавки силикагеля на фазовый состав конечного продукта, синтезированного растворным СВС**

## **The effect of the silica gel additive on the phase composition of the final product synthesized by solution SHS**

### **Кривинчук А.В.**

Студент Самарского государственного технического университета  
e-mail: krivinchukav@mail.ru

### **Krivinchuk A.V.**

Student of Samara State Technical University  
e-mail: krivinchukav@mail.ru

### **Кондратьева Л.А.**

Д-р техн. наук, профессор кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» Самарского государственного технического университета  
e-mail: schiglou@yandex.ru

### **Kondratieva L.A.**

Doctor of technical sciences, professor of the department of «Metal science, powder metallurgy, nanomaterials» of Samara state technical University  
e-mail: schiglou@yandex.ru

### **Аннотация**

Представлены результаты экспериментов, проведенные методом растворного СВС. Исследовано влияние добавки силикагеля в исходную шихту, состоящую из нитрата цинка и глицина, на фазовый состав конечного продукта.

**Ключевые слова:** растворный самораспространяющийся высокотемпературный синтез, оксид цинка, оксид кремния, силикагель.

### **Abstract**

The results of experiments conducted by the method of solution SHS are presented. The effect of the addition of silica gel to the initial charge consisting of zinc nitrate and glycine on the phase composition of the final product has been studied.

**Keywords:** self-propagating high-temperature solution synthesis, zinc oxide, silicon oxide, silica gel.

Целью работы являлось исследование влияния добавки  $\text{SiO}_2$  (силикагель) на фазовый состав синтезируемого СВС-продукта - оксида цинка.

В литературных источниках освещаются разные методы получения оксида цинка [1-5]. Одним из методов получения оксида цинка является метод растворного самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС-Р), заключающийся в протекании синтеза в смеси водного раствора нитрата металла (окислителя) и топлива, где реакционная жидкость контактирует с кислородом воздуха, а реакционная смесь нагревается внешним источником тепла [6-9].

Каждый компонент исходной смеси взвешивается отдельно от других. После взвешивания компоненты шихты пересыпаются в специальную колбу, где подготавливается раствор с дистиллированной водой, простым перемешиванием компонентов до их полного растворения без образования осадка, исключение составляет силикагель, который не растворяется в воде. Затем подготовленный к исследованию образец перемещают в турку (чашу) и включают нагревательную плитку (рис. 1), осуществляя нагрев реакционного раствора.



**Рис. 1.** Общий вид установки для проведения растворного СВС

В момент кипения раствора и испарения из него дистиллированной воды, происходит сгущение раствора и выделение газов. После выкипания части дистиллированной воды в турке (чаше) образуется гелеобразный продукт, который по мере повышения температуры самопроизвольно воспламеняется, происходит его сгорание (рис. 2) и образование высокопористого спека, который легко разрушается до состояния порошкового материала. Для разделения получившихся агломератов и уменьшения размера частиц полученного продукта, после проведенного синтеза используется ручной размол в керамической ступке [10].

Исследования проводились на образцах, состоящих из нитрата цинка, глицина и оксид кремния. Соотношение этих компонентов было таковым, что получалось, что нитрат цинка и глицин брались в одинаковом соотношении, а изменялось только соотношение количества  $\text{SiO}_2$  к исходной смеси:

- образец №1: соотношение смеси «нитрат цинка – глицин :  $\text{SiO}_2$ » - 1 : 1;
- образец №2: соотношение смеси «нитрат цинка – глицин :  $\text{SiO}_2$ » - 1 : 2;
- образец №3: соотношение смеси «нитрат цинка – глицин :  $\text{SiO}_2$ » - 2 : 1.

Рентгенофазовый анализ конечных продуктов, полученных в экспериментах, проведенных методом растворного СВС представлен на рис. 3.

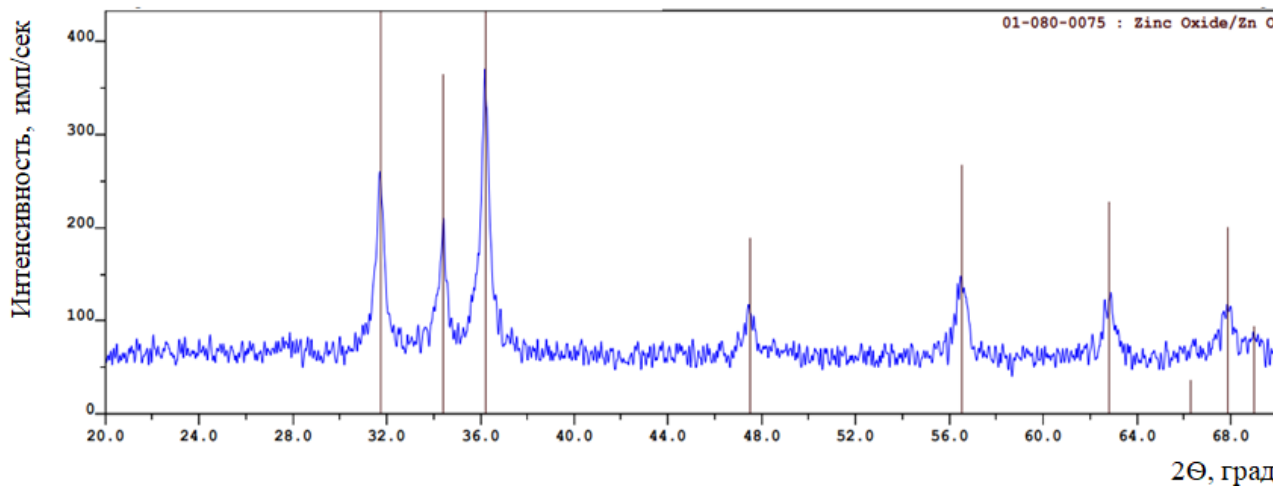


**Рис. 2.** Высокоэкзотермическая реакция в образце во время растворного СВС

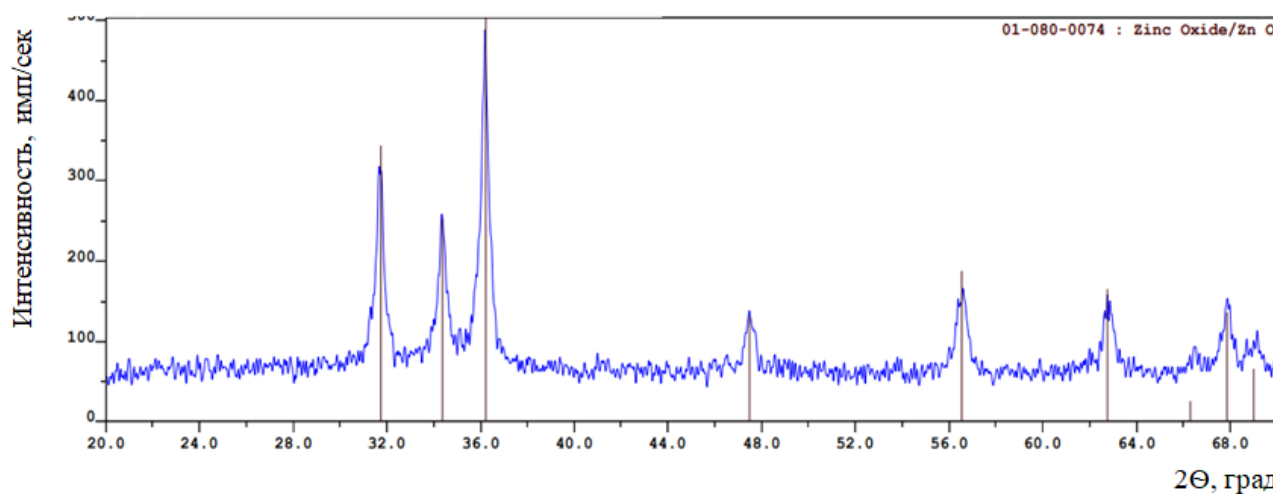
На рис. 3а и 3б видно, что фазовый состав продукта синтеза представляет собой чистый оксид цинка. Присутствие других фаз в продукте не зафиксировано, вследствие либо их низкого содержания (ниже порога чувствительности дифрактометра), либо вследствие их аморфной структуры. Обнаруженный в продуктах синтеза оксид цинка обладает средней степенью кристалличности – рефлексы на рентгенограмме обладают средней высотой и наблюдается их уширение в нижней части рефлексов, что указывает на наличие аморфной составляющей в синтезированных продуктах.

На рис. 3в видно, что фазовый состав продукта синтеза представляет собой смесь оксидов – оксида цинка  $ZnO$  и оксида кремния  $SiO_2$ . Исходя из соотношения высоты рефлексов на рентгенограмме, можно утверждать, что соотношение содержания оксидов  $ZnO / SiO_2$  в продуктах горения равно примерно 2:1. Структура синтезированного порошкового продукта характеризуется низкой степенью кристалличности – на рентгенограмме наблюдаются низкие и широкие рефлексы относительно общего уровня фона. При этом низкие и широкие пики могут характеризовать полученный продукт, как материал, содержащий значительное количество аморфной фазы или материал с наноразмерной характеристикой частиц.

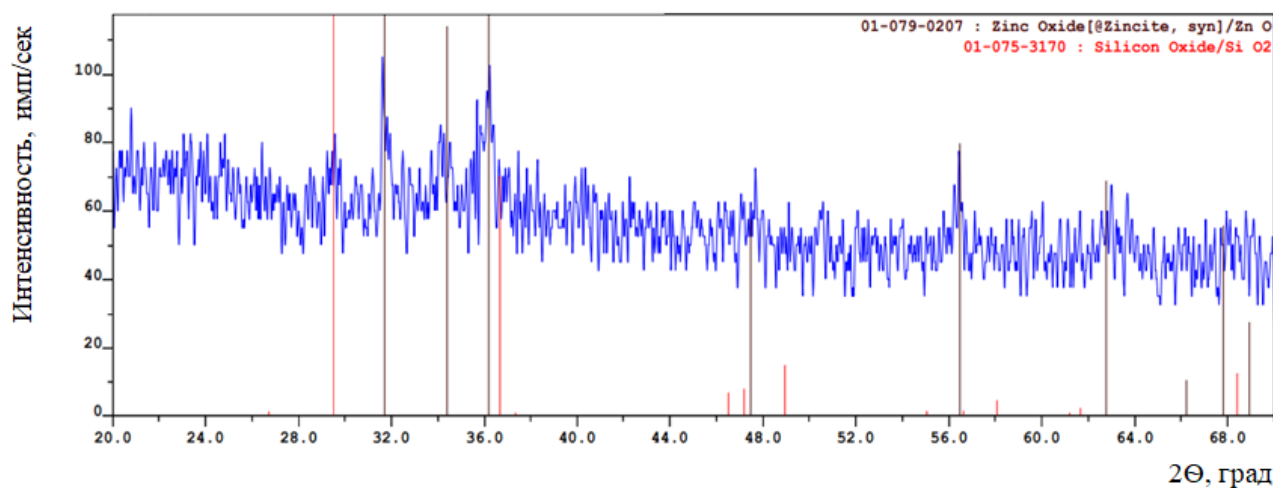
Таким образом, в результате проведенных экспериментальных исследований было установлено, что добавка в исходную смесь силикагеля не влияет на фазовый состав конечного продукта. Однако результаты исследований показали, что чем больше по молярным массам соотношение в исходной смеси «нитрата цинка – глицин :  $SiO_2$ » - 2:1, тем более аморфным становится конечным продукт, приближаясь к частицам нанометрового размера [10].



а)



б)



в)

**Рис. 3.** Рентгенофазовый анализ конечного продукта, синтезированного раствором СВС из смеси «нитрат цинка – глицин :  $\text{SiO}_2$ » с разным соотношением исходных компонентов:  
а) 1 : 1; б) 1 : 2; в) 2 : 1

## Литература

1. Varma A., Mukasyan A.S., Rogachev A.S., Manukyan K.V. Solution combustion synthesis of nanoscale / *Frontier Materials & Technologies*. 2023. no.2. P. 29.
2. Hwang C.-C., Wu T.-Yu. Synthesis and characterization of nanocrystalline ZnO powders by a novel combustion synthesis method // *Materials Science and Engineering B*, 2004. Vol. 111, no.2-3. P. 197-206.
3. Riahi-Noori N., Sarraf-Mamoory R., Alizadeh P., Mehdikhani A. Synthesis of ZnO nano powder by a gel combustion method // *Journal of Ceramic Processing Research*, 2008. Vol. 9, no. 3. P. 246-249.
4. Zak A.K., Abrishami M.E., Majid W.H.A., Yousefi R., Hosseini S.M. Effects of annealing temperature on some structural and optical properties of ZnO nanoparticles prepared by a modified sol-gel combustion method // *Ceramics International*, 2011. Vol. 37, no. 1. P. 393-398.
5. Khaliullin S.M., Zhuravlev V.D., Ermakova L.V., Buldakova L.Y., Yanchenko M.Y., Porotnikova N.M. Solution combustion synthesis of ZnO using binary fuel (glycine + citric acid) / *International Journal of SelfPropagating High-Temperature Synthesis*, 2019. Vol. 28, no. 4. P. 226-232.
6. Новиков В.А., Титов А.А., Крюков Н.А., Качкин Е.М. Режимы горения геля нитрата цинка с различными горючими при синтезе нанопорошка оксида цинка // *Современные материалы, техника и технологии*, №2 (41), 2022. С. 17-39.
7. Amosov A.P., Novikov V.A., Kachkin E.M., Kryukov N.A., Titov A.A., Sosnin I.M. The formation of highly dispersed zinc oxide powder during combustion of zinc nitrate with glycine mixture and its application for photocatalytic phenol decomposition // *Frontier Materials & Technologies*. 2023, no. 2. P. 9-30.
8. Amosov A.P., Novikov V.A., Kachkin E.M. et al. The formation of highly dispersed zinc oxide powder during combustion of zinc materials. // *Chemical Reviews*, 2016. Vol. 116, no. 23. P. 14493-14586.
9. Amosov A.P., Novikov V.A., Kachkin E.M., Kryukov N.A., Titov A.A., Sosnin I.M., Merson D.L. The solution combustion synthesis of ZnO powder for the photodegradation of phenol // *Ceramics*, 2022. Vol. 5, no. 4, P. 928-946.
10. Кривинчук А.В., Кондратьева Л.А. Влияние добавки силикагеля на структуру оксида цинка, полученного методом растворного СВС // *Современные материалы, техника и технологии*, №6 (51), 2023. С.22-28.