

Получение ZrO_2 из микроволокон $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

А.А. Смороков

Научный руководитель – д.х.н., доцент Р.И. Крайденко

Томский политехнический университет

634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, wolfraum@yandex.ru

Актуальность данного исследования обусловлена потребностью получения диоксида циркония в форме микроволокон, так как волокнистые частицы позволяют создать плотноупакованную керамическую структуру с повышенными прочностными характеристиками в сравнении со сферическими частицами.

В ходе реализации исследования производилось прокаливание микроволокон $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, полученных осаждением из 25%-ного солянокислого раствора.

Для определения кинетических параметров процесса были проведены исследования зависимости скорости изменения массы прокаливаемого вещества от температуры процесса.

В каждом эксперименте навеску 1 грамма октагидрата оксидихлорида циркония в платиновом тигле помещали в печь с постоянной температурой 200, 300, 400, 500 °С и определяли зависимости уменьшения массы от времени.

Из исследований было установлено, что при температуре 200 °С идёт уменьшение до 55 % от первоначальной массы, что соответствует переходу $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{ZrOCl}_2$. При температуре 500 °С масса вещества уменьшается до 38 % от исходного, что соответствует переходу $\text{ZrOCl}_2 \rightarrow \text{ZrO}_2$. Обнаружилось, что в интервале температур (200–300) °С масса навески устанавливалась постоянной и составляла (38–55) %, что соответственно некоторой равновесной смеси $\text{ZrOCl}_2 \cdot \text{ZrO}_2$ и постепенному накоплению ZrO_2 в ZrOCl_2 с ростом температуры.

По стандартным методикам [1] была рассчитана кажущаяся энергия активации. Так как процесс включает две стадии – дегидратацию и непосредственно химическую реакцию разложения, то необходимо рассчитать две энергии активации, при температуре ниже и выше 300 °С.

Для процесса дегидратации энергия активации $E_a = 4,2$ кДж/моль, что указывает на диффузионный механизм процесса. При нагреве октагидрата оксидихлорида циркония до 200 °С происходит десорбция кристаллической воды. При температуре выше 300 °С преобладает внутренний диффузионный механизм с кажущейся энергией активации 12,8 кДж/моль, кривые обрабатывались по уравнению Яндера.

В данном случае имеет место смена механизма реакции с повышением температуры. При температурах меньше 300 °С происходит

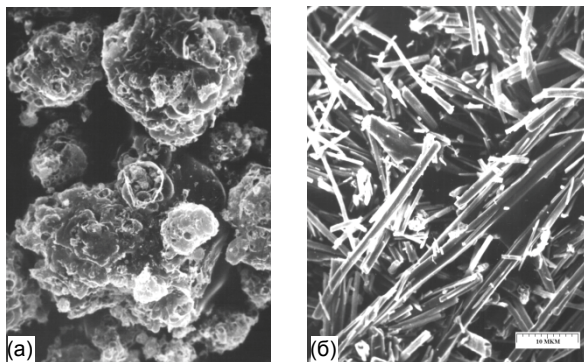


Рис. 1. Микрофотографии диоксида циркония, полученных по плазмохимической технологии (а) и высаливанием $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (б)

дегидратация $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. При температурах выше 400°C начинается реакция разложения $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ до ZrO_2 .

На рис. 1 представлены микрофотографии диоксида циркония. Съёмка проводилась на сканирующем электронном микроскопе с тысячекратным увеличением. На рис. 1а частицы диоксида циркония, полученного по плазмохимической технологии. Частицы отличаются сферической формой, что затрудняет их использование для производства керамики без предварительной обработки. На рис. 1б представлены частицы микроволокон диоксида циркония, полученные через стадию высаливания оксидхлорида. Видно, что полученные частицы имеют волокнистое строение, что позволяет создать плотноупакованную керамическую структуру с повышенными прочностными характеристиками.

Список литературы

1. Дьяченко А.Н. // Практикум по гетерогенной химической кинетике. Учебно-методическое пособие. – Томск: Изд. ТПУ, 2004. – 23 с.
2. Большаков К.А. // Химия и технология редких и рассеянных элементов. Ч. II. – М: «Высшая школа», 1976. – С.320.