

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ГИДРОКСИДА ЛАНТАНА С ХЛОРИДОМ АММОНИЯ ПРИ НАГРЕВАНИИ

С.В. Литовкин, К.В. Обмуч

Научный руководитель – к.х.н., доцент Н.Б. Егоров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, sergeylab@tpu.ru

В современной наукоемкой промышленности не обойтись без применения лантана. Он используется как легирующая добавка к алюминиевым, магниевым сплавам, для изготовления фотокатодов, люминофоров, оптических стекол.

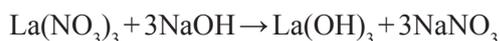
В практических способах получения металлического лантана, исходным сырьем служат его безводные хлориды. Безводные хлориды лантана получают хлорированием его оксидов различными хлорирующими агентами. В качестве таковых применяют хлористый водород, монохлорид серы, хлор в присутствии углерода, хлористый аммоний и др.

Наиболее предпочтительным хлорирующим агентом является хлорид аммония ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). Это связано с его экологической безопасностью, простотой транспортировки и хранения, возможностью его регенерации и повторного использования.

Для получения хлоридов лантана с использованием  $\text{NH}_4\text{Cl}$  хлорируют его оксиды. Опубликовано множество статей по исследованию взаимодействия оксида лантана с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  [1–3].

Для синтеза хлорида лантана при взаимодействии с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  можно использовать его гидроксид ( $\text{La}(\text{OH})_3$ ). Информация по взаимодействию  $\text{La}(\text{OH})_3$  с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  нами в литературе не найдена. В связи с этим была поставлена цель работы: исследовать взаимодействие  $\text{La}(\text{OH})_3$  с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  при нагревании.

Синтезировали  $\text{La}(\text{OH})_3$  по реакции обмена. К раствору нитрата лантана и добавляли трехкратный избыток (от стехиометрического соотношения) гидроксида натрия:



Полученный  $\text{La}(\text{OH})_3$  отфильтровывали, промывали дистиллированной водой и сушили при комнатной температуре. Процесс промывки вели до pH среды 6–7, величину pH проверяли лакмусовой бумажкой.

Для исследования взаимодействия  $\text{La}(\text{OH})_3$  с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  применяли термогравиметрический анализ (ТГА), который проводили на анализаторе SDT Q600 в диапазоне температур от 20 до 400 °С в воздушной атмосфере. Скорость нагре-

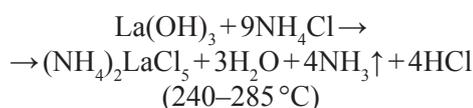
вания составляла 10 °С/мин. Анализ проводили с навесками  $\text{La}(\text{OH})_3 : \text{NH}_4\text{Cl}$ , смешанными в мольном соотношении равном 1:3, 1:6, 1:9, 1:12, 1:15, 1:18 и 1:21. Масса навески, для всех пропорций, составляла 10,0 мг.

На полученных термограммах наблюдаются три эндотермических эффекта. Было определено, что первый эндоэффект, при температуре 187 °С связан с фазовым переходом  $\text{NH}_4\text{Cl}$  в  $\alpha$ -форму; второй эндоэффект, в диапазоне температур от 240 до 285 °С, является результатом возгонки  $\text{NH}_4\text{Cl}$  и реакции хлорирования; третий эндоэффект, в диапазоне температур от 288 до 305 °С является результатом разложения комплексных соединений и образования хлорида лантана.

Идентификацию фазового состава исходной смеси и твердых продуктов взаимодействия  $\text{La}(\text{OH})_3$  с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  при нагревании, осуществляли с помощью рентгенофазового анализа (РФА). Шихтованные навески  $\text{La}(\text{OH})_3 : \text{NH}_4\text{Cl}$  в мольном соотношении 1:9, выдерживали в течение двух часов при температурах, соответствующих эндотермическим эффектам ТГА анализа. Анализ проводили на дифрактометре Rigaku-D/Max-2500/PC (CuK $\alpha$ -излучения,  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ), при комнатной температуре, в диапазоне углов  $2\theta = 10\text{--}80^\circ$ . Идентификация была выполнена с использованием каталогов PDF.

По данным РФА были идентифицированы следующие соединения: пентахлоролантанат аммония ( $(\text{NH}_4)_2\text{LaCl}_5$ , PDF 04-010-0397), оксихлорид лантана ( $\text{LaOCl}$ , PDF 00-019-0656) и безводный хлорид лантана ( $\text{LaCl}_3$ , PDF 00-012-0605).

Предположительный процесс взаимодействия  $\text{La}(\text{OH})_3$  с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  описывается уравнениями:



Таким образом, нагревание смеси  $\text{La}(\text{OH})_3$  с  $\text{NH}_4\text{Cl}$  в диапазоне температур от 240 до 285 °С приводит к образованию двойного хлорида

$(\text{NH}_4)_2\text{LaCl}_5$ , который разлагается при температуре 288–305 °С до безводного  $\text{LaCl}_3$ .

### Список литературы

1. Марковский Л.Я., Лесина Э.Я., Омельченко Ю.А. // Прикладная химия, 1974.– Т.47.– №2.– С.2392–2397.
2. Варфоломеев М.Б., Абрамец В.А., Шамрай Н.Б. // Журнал неорганической химии, 1982.– Т.27.– №7.– С.1697–1700.
3. Guo-cai ZHU, Fu-ping LI, Ming-gui XIAO // Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2003.– Vol.13.– №6.– P.1454–1458.

## ИССЛЕДОВАНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГИДРОЗОЛЕЙ НА ОСНОВЕ КИСЛОРОДСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

В.С. Макулова, К.А. Малышева, И.А. Белова, А.Г. Васин, И.В. Деркачева, Е.Д. Кузнецова  
Научный руководитель – к.х.н., доцент И.А. Белова

Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева  
125047, Россия, г. Москва, пл. Миусская 9

Для получения новых материалов с заданными улучшенными свойствами в таких отраслях, как медицина, атомная и лазерная техника, оптическое приборостроение, производство стекла и керамики используют высокодисперсные вещества на основе соединений редкоземельных элементов. Такие системы обладают рядом уникальных характеристик [1, 2]. Одним из таких свойств является возможность образования пространственных структур.

Были проведены реологические исследования при помощи ротационного вискозиметра «Реотест-2». Исследуемые нанодисперсные системы кислородсодержащих соединений (к.с.с.)

иттрия, самария и гадолиния были синтезированы методом прямой конденсации [3].

В результате исследований получены кривые течения и эффективной вязкости для гидрозолей к.с.с. иттрия, самария и гадолиния различных концентраций дисперсной фазы. В качестве примера на рис. 1 и 2 представлены реологические кривые для гидрозоля на основе к.с.с. самария. Аналогичные зависимости были получены для системы к.с.с. иттрия и гадолиния.

Уменьшение вязкости при увеличении скорости сдвига свидетельствует о том, что система обладает свойством псевдопластичности. При больших скоростях сдвига происходит практи-

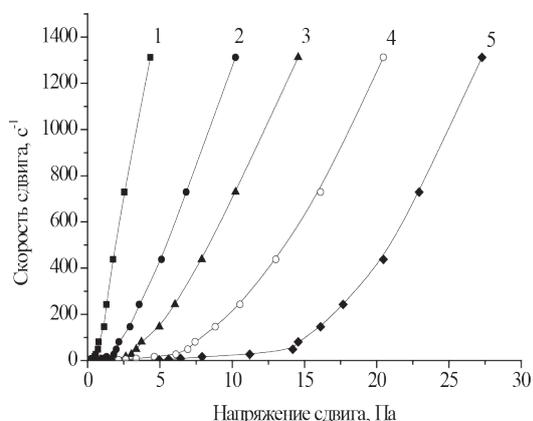


Рис. 1. Кривые течения гидрозоля к.с.с. самария при различных концентрациях дисперсной фазы: 1 – 12,5 г/л; 2 – 25 г/л; 3 – 27 г/л; 4 – 31 г/л; 5 – 35,3 г/л (в пересчете на оксид самария)

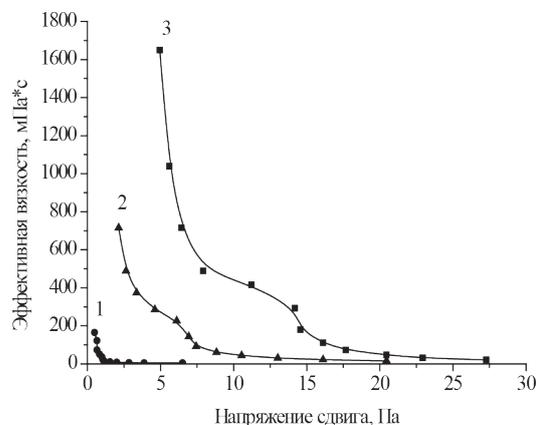


Рис. 2. Кривые эффективной вязкости гидрозоля к.с.с. самария при различных концентрациях дисперсной фазы: 1 – 20 г/л; 2 – 31 г/л; 3 – 35,3 г/л (в пересчете на оксид самария)