

ПОЛУЧЕНИЕ ПОЛЕЗНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЦИРКОНИЯ ИЗ ЕГО КАРБОНАТА

А. А. Шалафанова, Ю. В. Передерин, И. О. Усольцева

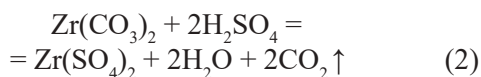
Научный руководитель – к.т.н., доцент Ю. В. Передерин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

aas307@tpu.ru

Чистый цирконий и его сплавы широко используют во многих отраслях промышленности, от ядерной энергетики и химического аппаратостроения до производства медицинского инструмента и ювелирного дела. В качестве конструкционного материала применяется для изготовления труб, слитков, листов, фольги. Для специальных технологических покрытий и приготовления многокомпонентных смесей используют порошок циркония [1]. Наиболее важными соединениями циркония в процессе производства являются его хлориды и сульфаты.

Цель работы заключалась в получении сульфата (ZrSO_4) и хлорида циркония (ZrCl_4). Исходным веществом является карбонат циркония. Экспериментальных данных об этом соединении очень мало, однако по имеющимся термодинамическим параметрам есть возможность предположить протекание следующих реакций:



Согласно термодинамическим расчетам, энергия Гиббса для каждого из опытов имеет от-

рицательное значение, следовательно, все реакции возможны даже при комнатной температуре.

В качестве первого эксперимента порошок карбоната циркония массой 10 г был растворен в соляной концентрированной кислоте объемом 7,4 мл при комнатной температуре. На практике данная реакция не протекала, растворение карбоната не произошло. Для второго опыта 10 г карбоната циркония было растворено в серной кислоте объемом 6,5 мл. Порошок полностью растворился. Стакан с раствором нагрелся. Полученный раствор сульфата циркония был помещен в тигель для упаривания и оставлен при комнатной температуре для испарения воды. Через неделю в тигле образовался плотный белый осадок. Чтобы удалить остаток влаги и подготовить порошок к необходимым анализам, тигель нагревался на электрической плите в течение 20–30 минут. Далее порошок был измельчен в ступке, были проведены термический и рентгенофлуоресцентный анализы.

Рентгенофлуоресцентный анализ позволил установить элементный состав полученного порошка. Термический анализ позволил получить более полное представление о составе образца.

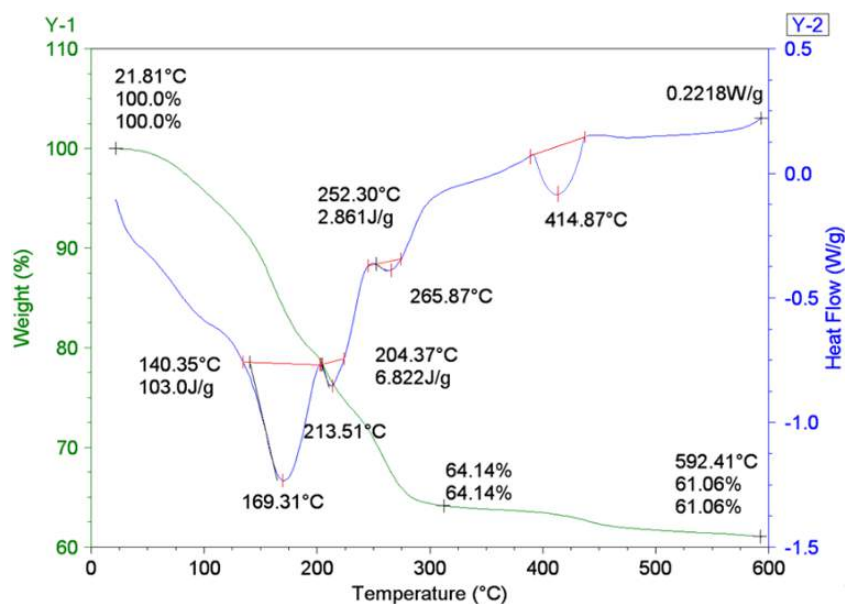


Рис. 1. Термические кривые, полученные при анализе образца сульфата циркония

Кривые дифференциальной сканирующей калориметрии представлены на рисунке 1.

Температура начала термического анализа 21 °С. Нагревание производилось до температуры 600 °С. На данном температурном интервале выделено 4 тепловых эффекта (4 пика). На участке температур от 21 °С до 140 °С происходит поглощение тепла в процессе нагревания образца, а также испарение оставшейся воды – масса образца уменьшается. При температуре 140,3 °С наблюдается первый тепловой эффект – предположительно плавление карбоната циркония, оставшегося после реакции получения сульфата. Согласно справочным данным, тем-

пература плавления карбоната циркония составляет 135 °С. Тепловой эффект, наблюдаемый при температуре 213,5 °С, связан с удалением межслоевой (связной воды). При температуре 265,9 °С наблюдается третий тепловой эффект – испарение остатков серной кислоты. Согласно справочным данным температура испарения серной кислоты концентрации 98 % составляет 279 °С. При температуре 414,9 °С наблюдается четвертый тепловой эффект – плавление сульфата циркония. Согласно справочным данным, температура плавления сульфата циркония составляет 410 °С.

Список литературы

1. Миллер Г.Л. *Производство металлического циркония*. – М. : Государственное издательство иностранной литературы, 1955. – 392 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПОРОШКОВ ГИДРИДОВ СПЛАВОВ РЗМ–Fe–В ПОСЛЕ ПРОЦЕССА ТОНКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ

М. И. Якубова, Д. К. Грачева, И. К. Кикенина, В. М. Илекис
Научный руководитель – инженер-исследователь Е. К. Грачев

Северский технологический институт НИЯУ МИФИ
636036, г. Северск, Томской обл., пр. Коммунистический, 65
shachnevamr@yandex.ru

В настоящее время ежегодно растущий спрос на высококоэрцитивные магнитные материалы, играющие важную роль для промышленности, экологии и экономики многих страны, вызывает необходимость внедрения оптимальной технологии рециклирования отработавших магнитных сплавов. Метод тонкого помола является одним из этапов технологии рециклирования магнитных материалов на основе РЗМ. Данный метод представляет собой механический способ измельчения, в результате которого получается мелкодисперсный порошок, обеспечивающий требуемые высокие магнитные свойства. Процесс тонкого помола порошков гидридов вторичных магнитных сплавов позволяет получать порошки мелкой фракции размером от 3 до 5 мкм. Свойства конечных магнитов напрямую зависят от гранулометрического состава тонкоизмельченного порошка и таких его свойств, как насыпная плотность, слипаемость, гигроскопичность и взрываемость.

В данной работе исследовался метод тонкого помола порошков гидридов отработавших магнитных сплавов на планетарной шаровой мельнице. Данный процесс необходим в технологии рециклирования, так как в результате процесса водородного охрупчивания, даже с предварительной термообработкой, невозможно получить порошки с размером частиц 3–5 мкм.

Процесс измельчения порошков гидридов проводится в органических растворителях, способствующих повышению эффективности процесса, а именно препятствует распылению материала, коагуляции частиц и уменьшает трение между размольными телами, чем уменьшает вероятность образования намола в измельченных образцах в виде мелких частиц из размольного материала. В качестве размольных тел применялись шары различного диаметра из конструкционной стали марки ШХ-15, что обеспечивает практически полное отсутствие сколов от соударений размольных тел в конечных образцах.