

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЗНАЧЕНИЯ pH ГИДРОЛИЗА НА ИЗМЕНЕНИЕ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ ВО ВРЕМЯ ОСАЖДЕНИЯ И В ХОДЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Поливода Д.О.<sup>1</sup>, Машковцев М.А.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>) Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН

<sup>2</sup>) Уральский Федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.

Ельцина

E-mail: anotherchemist@yandex.ru

## INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF THE pH VALUE OF HYDROLYSIS ON THE CHANGE IN PARTICLE SIZE DURING PRECIPITATION AND DURING THERMAL TREATMENT

Polivoda D.O.<sup>1</sup>, Mashkovtsev M.A.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>) Institute of High Temperature Electrochemistry, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences

<sup>2</sup>) Ural Federal University

This paper present study of influence of the pH value of hydrolysis on the change in particle size during precipitation and during thermal treatment. The pH value of hydrolysis has a significant effect on particles of hydrated zirconia and on the behavior of powders during heat treatment.

Порошки из диоксида циркония используются для получения различного рода технической керамики – термобарьерных покрытий, функциональной и стоматологической керамики, биокерамики, а также ион-проводящей керамики, которая является одним из основных компонентов в твердооксидных электрохимических устройствах [1].

В качестве надежного, простого и позволяющего контролировать некоторые свойства порошков часто используется метод контролируемого двуструйного осаждения [1-3]. В данной работе особое внимание уделено поведению частиц в процессе осаждения и в ходе термической обработки.

Для получения гидроксида циркония проводили контролируемое двуструйное осаждение одновременным дозированием в реакционный объем солянокислого циркония и водного раствора аммиака при поддержании постоянного значения pH и перемешивании верхнеприводной мешалкой. В процессе осаждения отбирали пробы на 50, 70, 100, 130, 150, 170 и 200 минутах от начала осаждения для исследования изменения размеров частиц. Гидролиз проводили при значениях pH равных 5 и 8 (образцы pH5 и pH8). После осаждения осадок фильтровали, сушили при 40 °С и обжигали при 500 и 950 °С. Изменение размеров частиц в процессе осаждения и после термообработки исследовали методом лазерной дифракции с помощью анализатора частиц Analysette 22 NanoTec plus (Fritsch) с использованием ультразвука. На рисунке 1

представлены кривые количества частиц от диаметра в процессе осаждения и распределения частиц по размерам после обжига образцов.

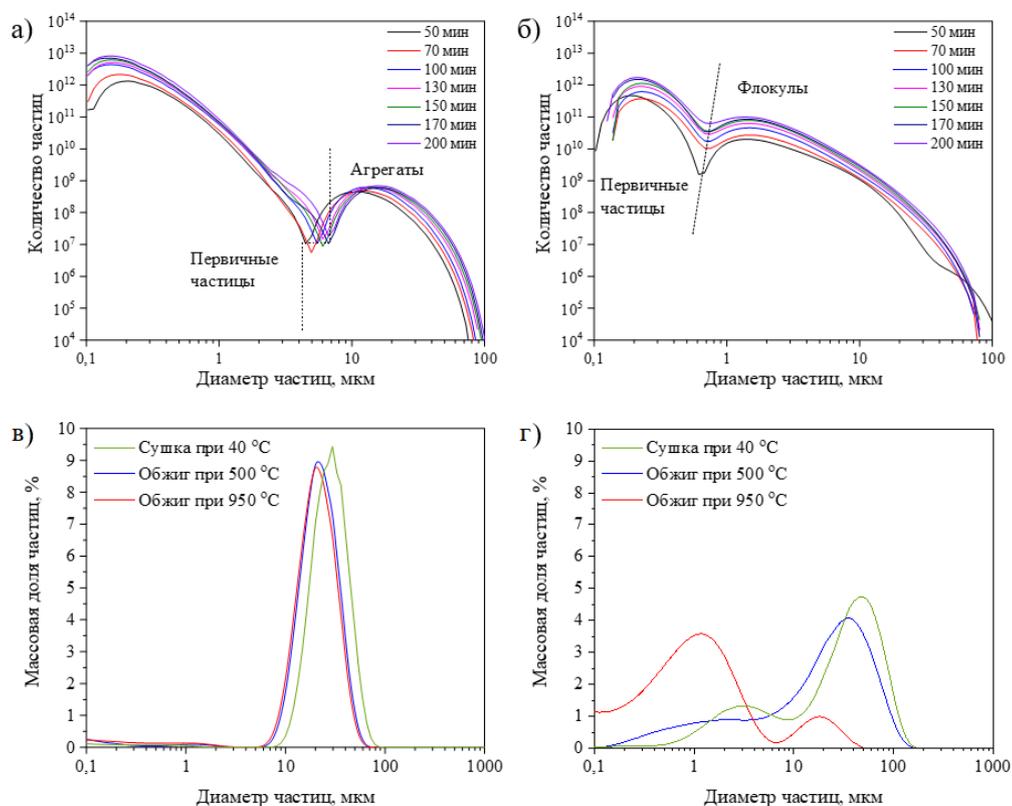


Рис. 1. Кривые количества частиц от диаметра в процессе осаждения образцов рН5 (а) и рН8 (б), а также распределения частиц по размерам после обжига образцов рН5 (в) и рН8 (г)

Показано, что для образцов характерно наличие как минимум двух популяций частиц (рисунок 1а и 1б). При этом вторая популяция (крупных частиц) образует основную массу осадка. У образца рН5 характерно смещение максимума крупных частиц в сторону увеличения диаметра, что может говорить об увеличении размеров существующей популяции за счет образующихся мелких частиц. В этом случае, вероятно, происходит агрегация и послойный рост частиц из-за чего в процессе обжига размер частиц изменяется незначительно (рисунок 1в). У образца рН8 количество крупных частиц увеличивается, а размер не изменяется. При этом новые образующие частицы не участвуют в наращивании. Это может указывать на образование флокул на начальных этапах осаждения, которые слабо связаны и в процессе обжига за счет тетрагонально-моноклинного перехода происходит сильная дезагрегация частиц (рисунок 1г). Таким образом, изменение значения рН гидролиза оказывает сильное влияние на формирование частиц гидратированного диоксида циркония, а также на поведение частиц в процессе термообработки.

1. Buinachev S. et al. A new approach for the synthesis of monodisperse zirconia powders with controlled particle size // International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – V. 46. – No. 32. – P. 16878-16887.
2. Aleshin D. K. et al. Evolution of layered yttrium hydroxide nitrate particles during controlled double-jet precipitation // Powder Technology. – 2020. – V. 376. – P. 12-21.
3. Mashkovtsev M. et al. Rationale for development of high surface zirconium hydroxide: Synthesis route and mechanism discussion // Powder Technology. – 2023. – P. 118299.