

ВЛИЯНИЕ ЗНАЧЕНИЯ pH НА СВОЙСТВА ГИДРОКСИДА ЦИРКОНИЯ В ХОДЕ КОНТРОЛИРУЕМОГО ДВУХСТРУЙНОГО ОСАЖДЕНИЯ ИЗ ХЛОРИДНЫХ РАСТВОРОВ

Буйначев С.В.¹, Поливода Д.О.¹

¹⁾ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
E-mail: iammaggot55@yandex.ru

INFLUENCE OF THE pH VALUE ON THE PROPERTIES OF ZIRCONIUM HYDROXIDE DURING CONTROLLED DOUBLE-JET PRECIPITATION FROM CHLORIDE SOLUTIONS

Buinachev S.V.¹, Polivoda D.O.¹

¹⁾ Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin

In this work, precipitates of zirconium hydroxide were obtained from zirconium chloride by the controlled double-jet precipitation method. A comparison was made with precipitation from nitric acid solutions at constant pH values.

Метод контролируемого двухструйного осаждения (КДО) нашел широкое применение для синтеза кристаллических осадков с контролируемыми свойствами. Метод нашел применение для производства галогенидов серебра [1], комплексных и смешанных гидроксидов [2], а также слоистых гидроксонитратов РЗЭ [3]. В основе метода - контролируемое смешение реагентов при постоянном значении pH и концентрации компонентов в реакционной зоне. За счет этого возможно контролировать распределение размеров частиц, форму, фазовый состав, что позволяет получать материалы с различными свойствами. Целью данной работы является исследование влияния значения pH на свойства частиц гидроксида циркония при контролируемом двухструйном осаждении из хлоридных растворов.

Осаждение проводили в 3-х литровом реакторе, в качестве прекурсора использовали раствор хлорида циркониила с концентрацией 1 моль/л. Дозирование раствора осуществляли перистальтическим насосом со скоростью 5 мл/мин. Перемешивание осуществляли верхнеприводной мешалкой, в качестве осадителя использовали 10% аммиак. Осаждение проводили при постоянных значениях pH=3, 5 и 8 (далее образцы Zr-pH3, Zr-pH5 и Zr-pH8 соответственно). В ходе осаждения отбирали пробы суспензии для анализа гранулометрического состава и формы частиц методами лазерной дифракции и оптической микроскопией соответственно.

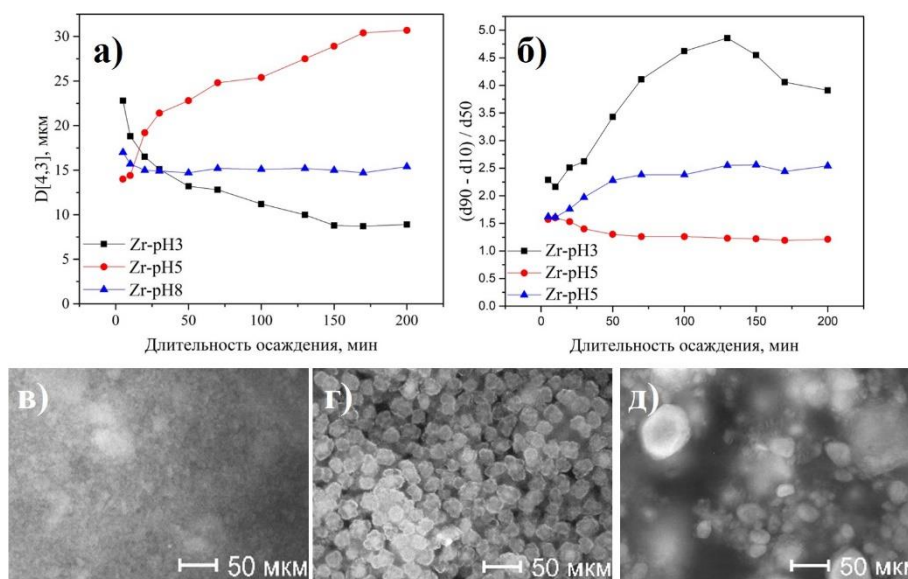


Рис. 1. Изменение среднего диаметра частиц в ходе КДО – а); изменение дисперсии размеров в ходе КДО – б); оптические изображения частиц на финальном этапе КДО для образцов Zr-pH3, Zr-pH5 и Zr-pH8 – в), г) и д) соответственно.

На рисунке 1-а показано, что для образца Zr-pH3 характерно постоянное снижение среднего диаметра частиц, для образца Zr-pH5 наблюдается постоянное увеличение среднего диаметра частиц, тогда как для образца Zr-pH8 изменение среднего диаметра практически не происходит. Для образца Zr-pH5 характерно получение однородных узкодисперсных сфероидальных частиц, как видно на рисунке 1-б, г. С начальных минут осаждения происходит формирования первичных агрегатов, которые увеличиваются в размерах за счет послойной агрегации. Образцы, полученные при значениях pH=3 и 8 характеризуются образованием частиц с широким распределением размеров, которые отличаются неоднородной формой (рис. 1-б, в, д). Для этих образцов наблюдается увеличение дисперсии размеров на всем протяжении осаждения. В работе [4] было показано влияние значения pH на свойства частиц гидроксида циркония в ходе КДО из нитратного раствора. В рамках этой работы показано, что использование в качестве прекурсора солянокислого раствора циркония существенно не оказывает влияние на свойства частиц. Таким образом, при формировании частиц гидроксида циркония методом КДО самым важным параметром в первую очередь является значение pH осаждения.

1. H. Muhr, R. David, J. Villiermaux, P.H. Jezequel, *Chemical Engineering Science* 50(2), 345–355, (1995).
2. Gareth R Williams, Dermot O'Hare, *Journal of Materials Chemistry* 16, 3065–3074 (2006).
3. D.K. Aleshin, M.A. Mashkovtsev, Y.A. Kuznetsova, V.N. Rychkov, A.F. Zatsepin, E.V. Gordeev, *Journal of Alloys and Compounds* 805, 258–266, (2019).
4. S. Buinachev, M. Mashkovtsev, N. Zhirenkina, D. Aleshin, A. Dankova, *International Journal of Hydrogen Energy* 46(32), 16878–16887 (2021).