

рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD-7000, анализатор площади поверхности и пористости Micromeritics Gemini VII и сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM LA 6390 с энерго-дисперсионным анализатором JED-2300. Содержание кислорода в порошках устанавливалось методом восстановительного плавления в токе газа-носителя на газоанализаторе Horiba EMGA620 W/C.

Полученные результаты показали, что количество кислорода с уменьшением размера полученных частиц возрастает. Установлено, что с увеличением температуры отжига на поверхности частиц происходят химические процессы с участием кислорода, а именно образование оксидных фаз, впоследствии являющихся причиной укрупнения частиц порошка и образования фаз низших карбидов.

ГРАНУЛИРОВАНИЕ СООСАЖДЕННЫХ ГИДРОКСИДОВ

Ющенко А.К., Митюшова Ю.А., Султанова Д.Т., Рождественская А.,
Хорошавцева Н.В., Денисова Э.И., Карташов В.В.

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

*E-mail: alenayushenko97@mail.ru

COPRECIPITATED HYDROXIDES GRANULATION

Yushchenko A.K., Mityushova Y.A., Sultanova D.T., Rozhdestvenskaya A.V.,
Khoroshavtseva N.V., Denisova E.I., Kartashov V.V.

Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,
Yekaterinburg, Russia

The influence of coprecipitated hydroxides $ZrO(OH)_2 - Y(OH)_3 - Sc(OH)_3$ granulation on particle morphology of $ZrO_2 - Y_2O_3 - Sc_2O_3$ was studied. Powder grain size and surface area were defined. A comparative analysis of particle size was carried out on a microscope.

Изучали влияние условий гранулирования соосажденных гидроксидов $ZrO(OH)_2 - Y(OH)_3 - Sc(OH)_3$ на морфологию частиц оксида $ZrO_2 - Y_2O_3 - Sc_2O_3$.

Гидроксиды металлов, полученные соосаждением из солевых растворов, представляют собой вещества с рыхлой коагуляционной структурой, в пространственной сетке которых удерживается большое количество (до 100 % к массе осадка) связанной воды, практически не удаляющейся при фильтровании. Одним из способов ее удаления является вымораживание гидроксида, обеспечивающее глубокую дегидратацию и концентрирование осадка, а также сохранение высокой дисперсности частиц.

Вымораживание промытых и отфильтрованных гидроксидов осуществляли в морозильной камере при температуре -23 ± 2 °С (порошок № 1) и в среде жидкого азота (порошок № 2). После чего гидроксиды размораживали, фильтровали, сушили при 105 ± 2 °С и прокаливали при 800 °С. Для сравнения рассматривали порошки аналогичного состава, их гидроксиды были всего лишь высушены и прокалены (порошок № 3). Определили гранулометрические составы и величины удельной поверхности полученных оксидных порошков $ZrO_2 - Y_2O_3 - Sc_2O_3$.

Результаты показали, что самый мелкодисперсный – порошок № 2, т. к. при температуре кипения жидкого азота (-196 °С) зародилось большое количество центров кристаллизации воды внутри пор между частицами и в пространственной сетке гидроксида. При более высоких температурах (-23 ± 2 °С) замерзание воды происходило медленно.

Наибольшей агрегации подверглись частицы порошка № 3: ~23 % микрогранул имели размеры от 100 до 620 мкм (рис.1.). На микрофотографиях хорошо видна разница в размерах: в порошке № 3 почти все частицы в виде многочисленных крупных агломератов; в порошке № 1 размер агломератов ~20–30 мкм, также встречаются и одиночные частицы; в порошке № 2 много одиночных частиц до 5 мкм и немногочисленные агломераты размером <10 мкм.

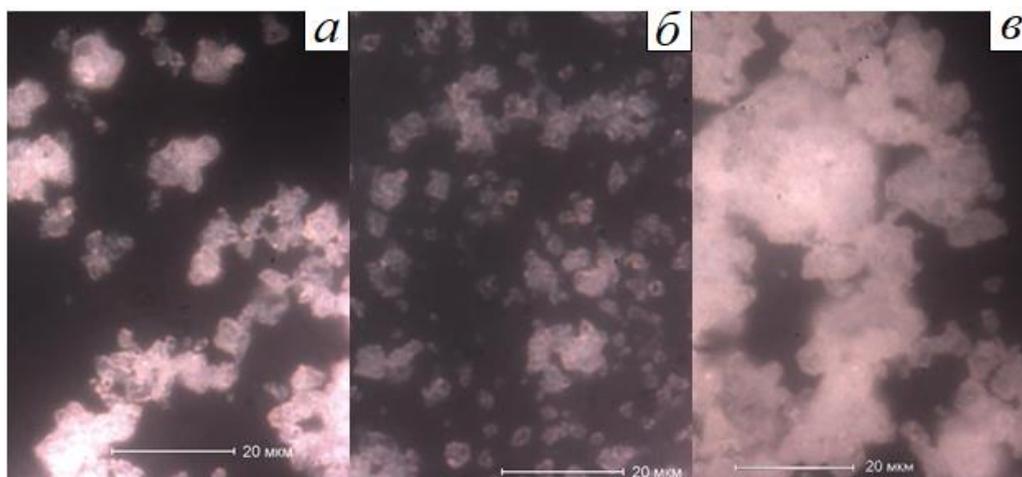


Рис. 1. Изображение микрогранул порошков с увеличением в 1000 раз:
a – порошок № 1; *б* – порошок № 2; *в* – порошок № 3

Вымораживание при криогенных температурах способствовало получению мелкодисперсных микроразмерных порошков с развитой поверхностью узкого фракционного состава.