

Синтез сложного оксида циркония и иттербия с применением механоактивации

Кузьменков О.А., студент 4 курса группы Хб16о-1 АФ МГТУ

Научный руководитель:

Калинкин А.М., д.х.н., профессор



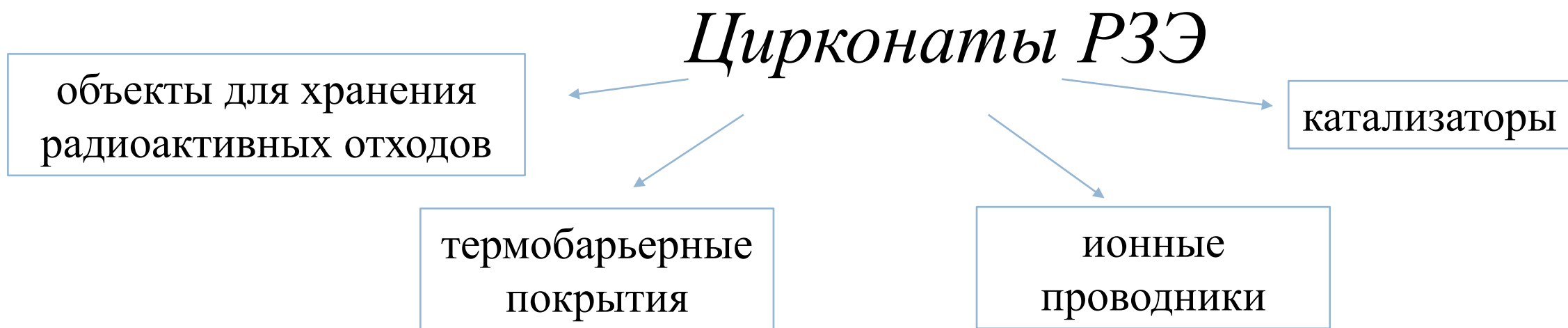
Цель и задачи работы

Цель данной работы – изучение влияния предварительной механоактивации (МА) прекурсора, полученного соосаждением гидроксидов иттербия и циркония, и режима его термической обработки на синтез цирконата иттербия $Yb_4Zr_3O_{12}$.

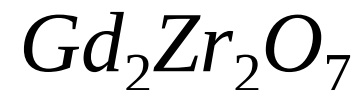
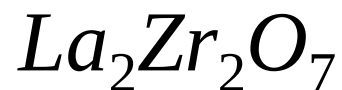
Для достижения данной цели будут рассмотрены следующие *задачи*:

- Получить гидроксидный прекурсор цирконата иттербия
- Провести механоактивацию полученного прекурсора
- Идентифицировать цирконат иттербия с помощью различных методов
- Исследовать процессы, протекающие при термообработке исходного и МА-прекурсора.

Цирконаты РЗЭ

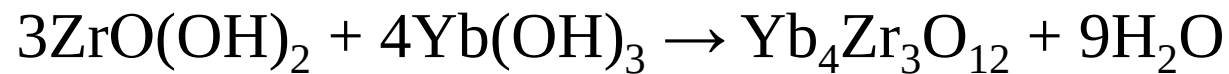
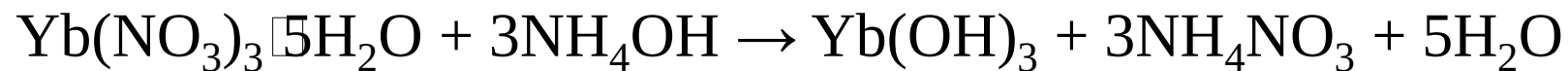
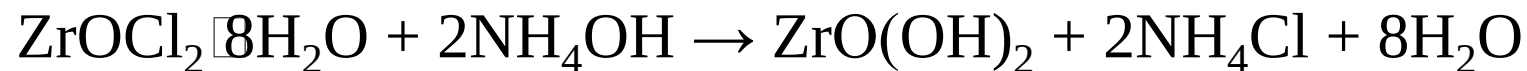
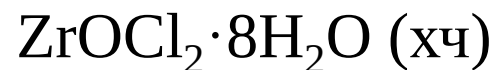
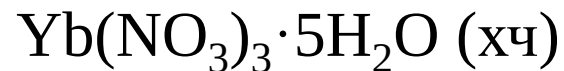


Керамика, изготовленная из нанокристаллического порошка $Ln_2Zr_2O_7$ имеет ряд преимуществ по сравнению с крупнозернистой керамикой из-за своих термических, механических и других характеристик.



Синтез $Yb_4Zr_3O_{12}$

Метод соосаждения гидроксильных форм циркония и иттербия



Осадок сушат при $110^\circ C$ в течение 12 часов

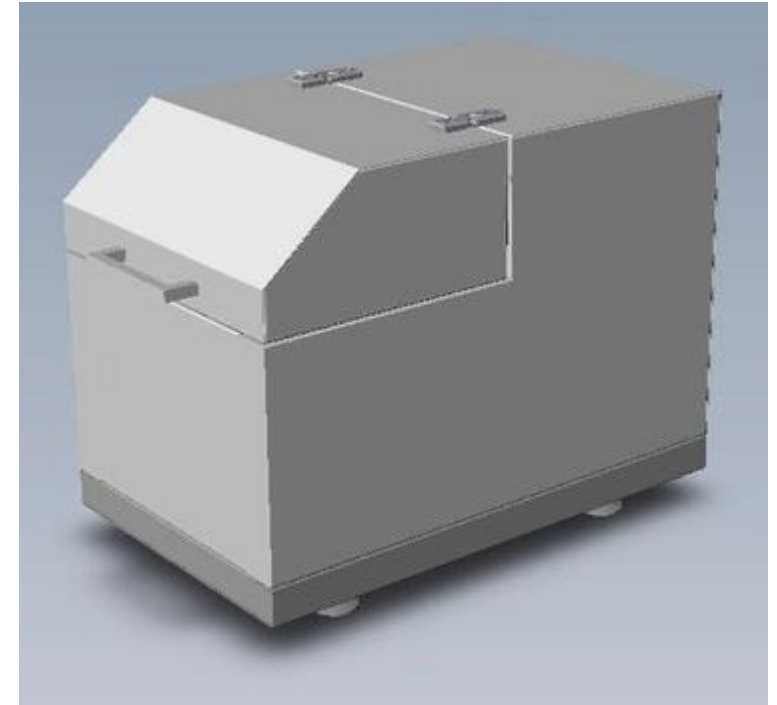
Механоактивация прекурсора $Yb_4Zr_3O_{12}$

Механическая активация полученного прекурсора проводилась на планетарно–шаровой мельнице АГО–2 при центробежном факторе $20g$ с использованием барабанов и шаров, изготовленных из оксида циркония.

Диаметр шаров 5 мм.

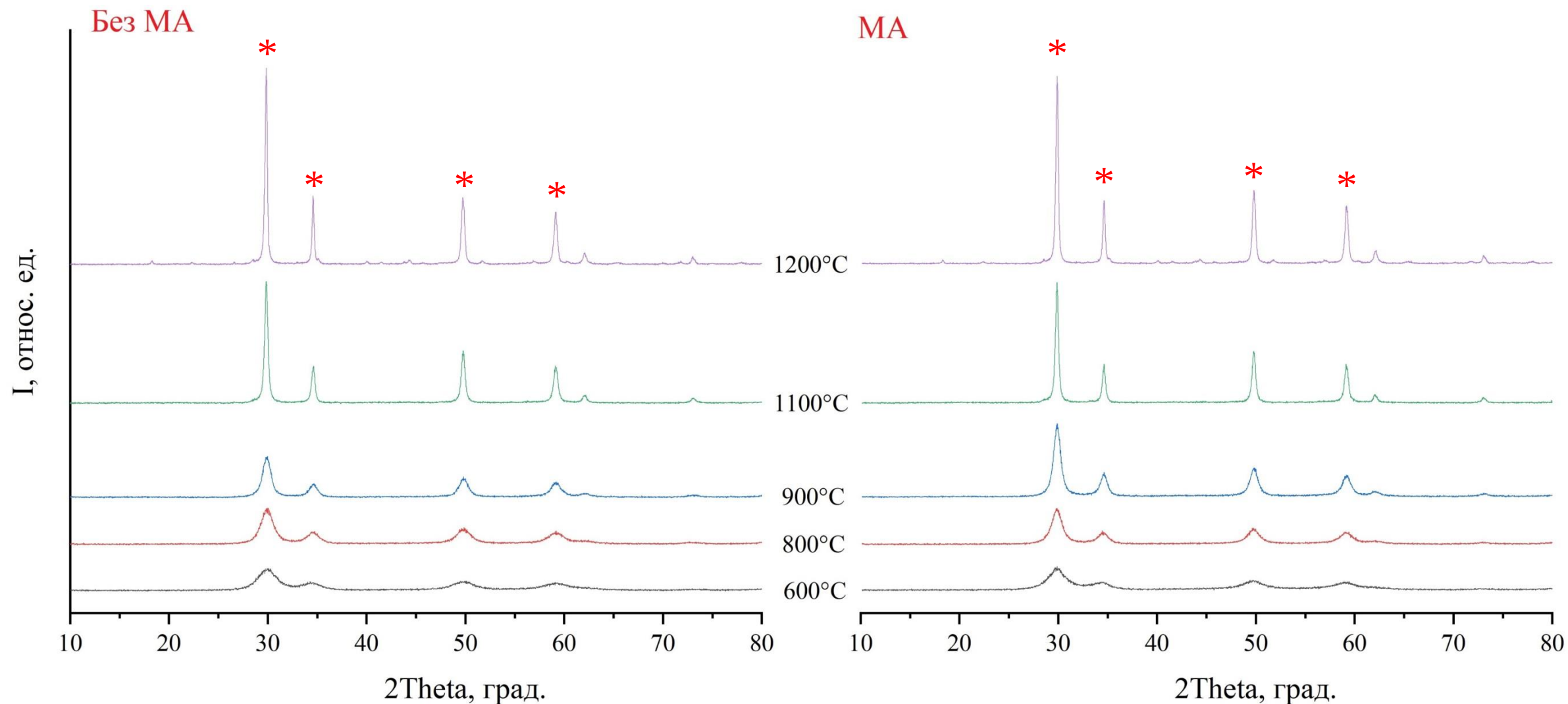
Загрузка барабанов производилась в соотношении:

$$\frac{\text{вещество}}{\text{шары}} = \frac{1}{20}$$

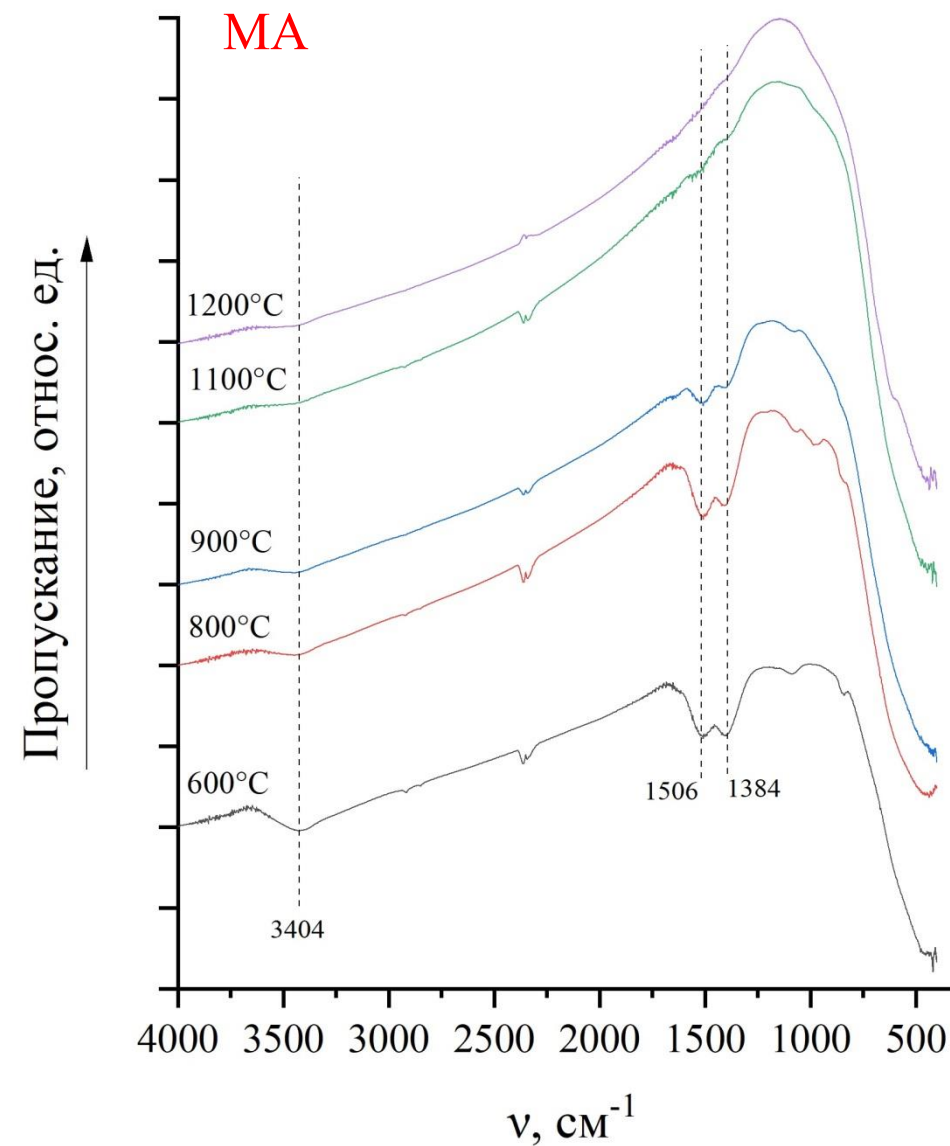
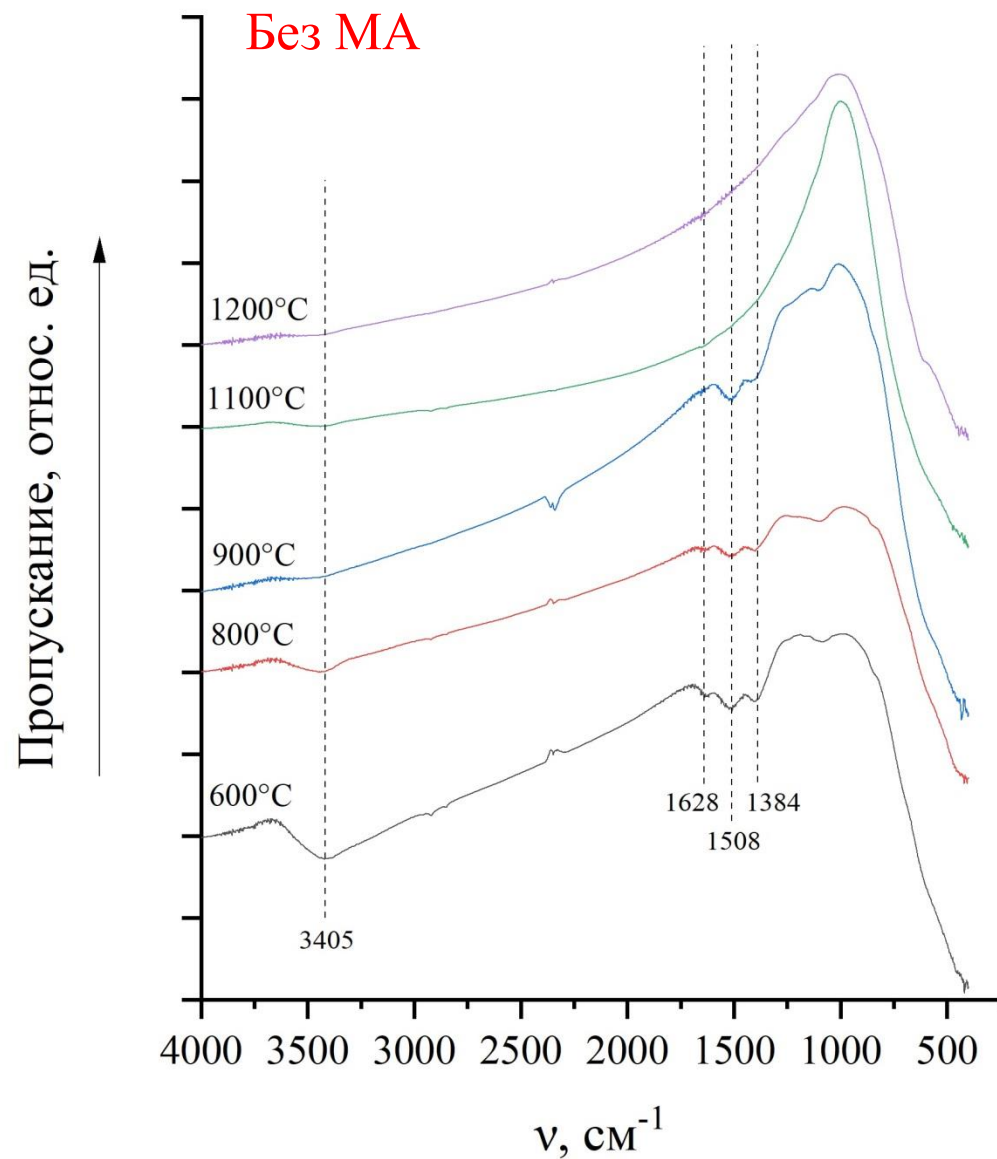


Планетарно–шаровая
мельница АГО–2

Рентгенофазовый анализ

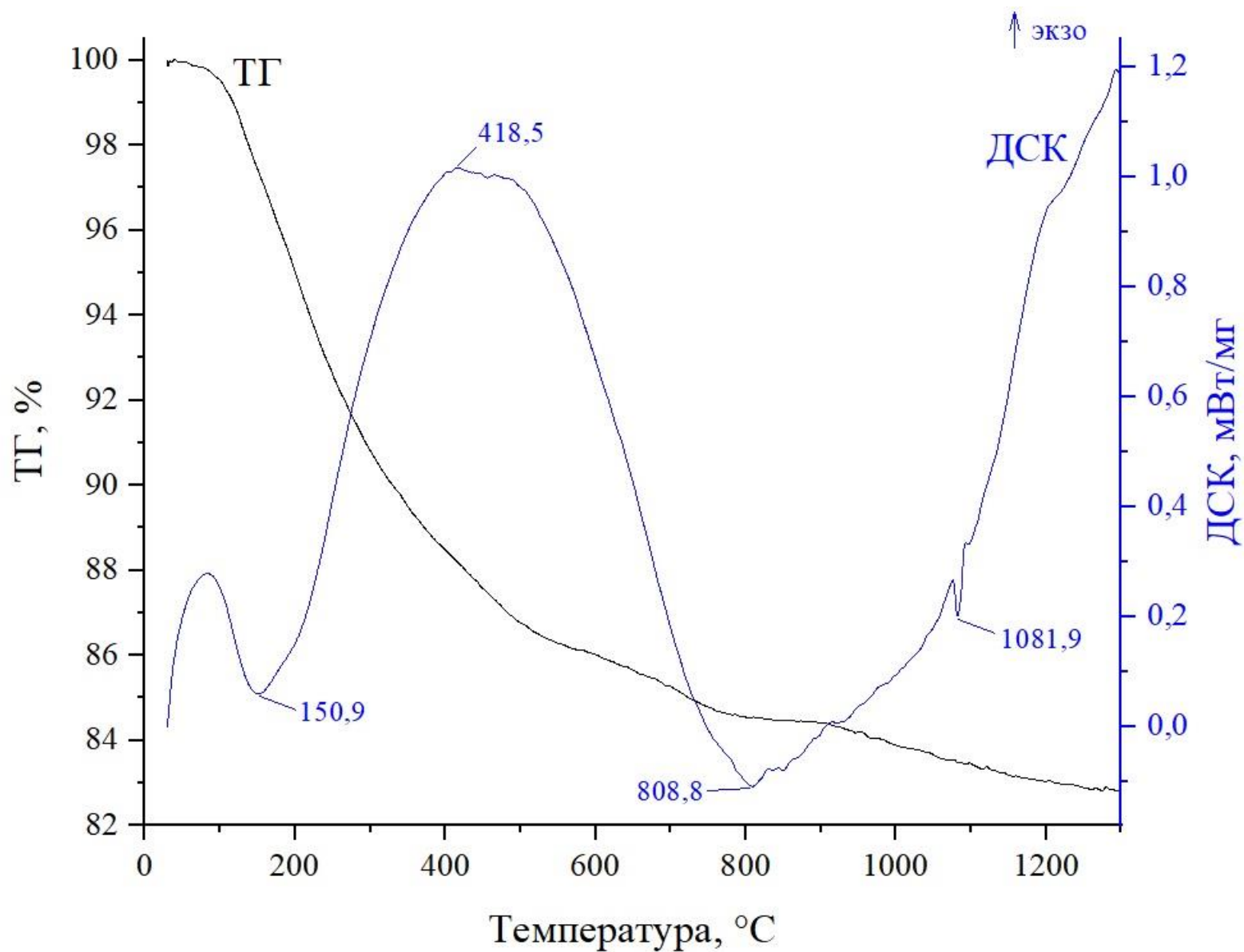


ИК–спектроскопия



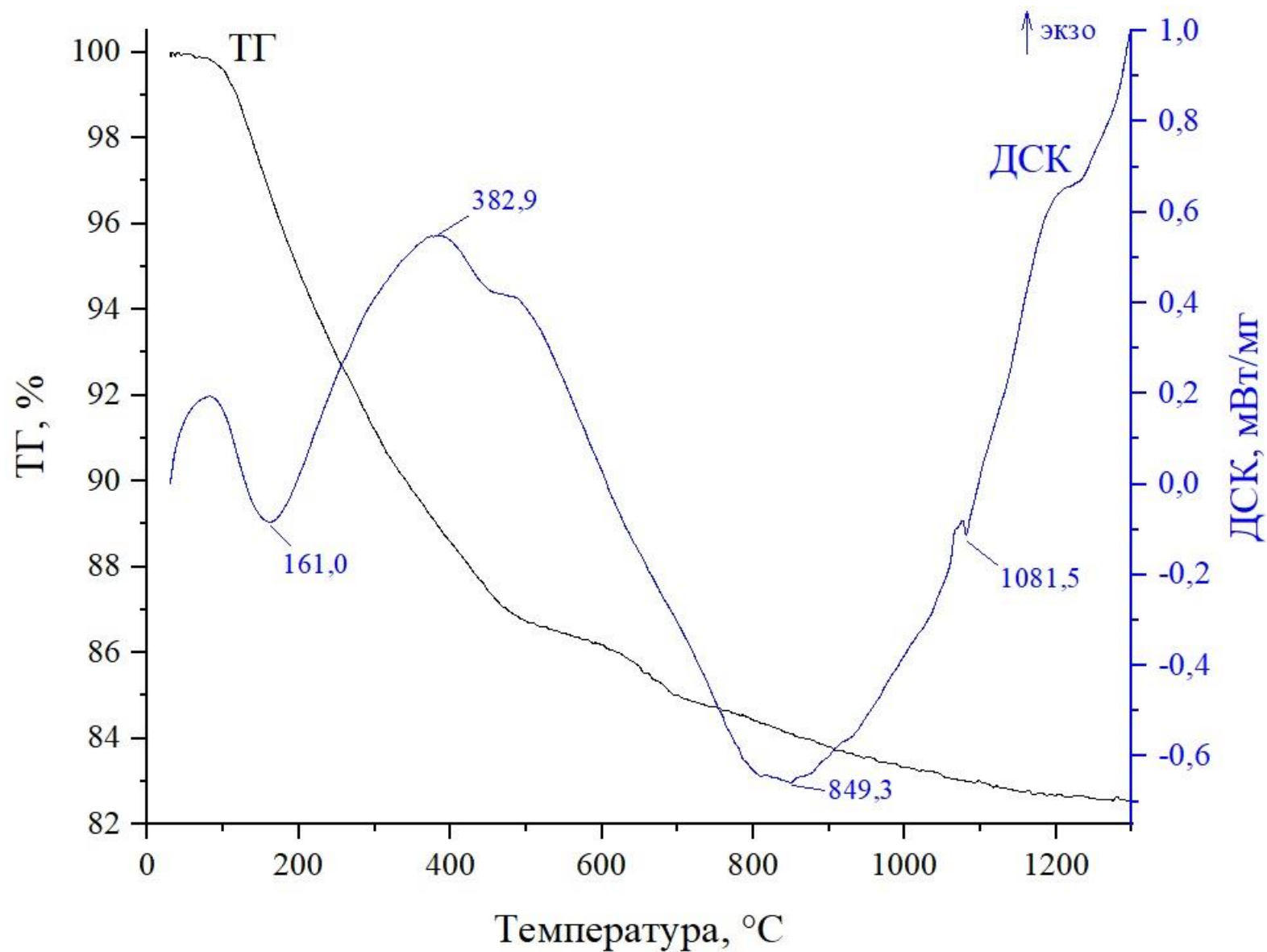
Термический анализ

Без МА



Термический анализ

МА



Размеры кристаллитов $Yb_4Zr_3O_{12}$

Эффективный размер кристаллитов D (нм) был оценен по уширению линии дифракционного пика (111) ($2\theta = 29,90^\circ$) с использованием формулы Шеррера:

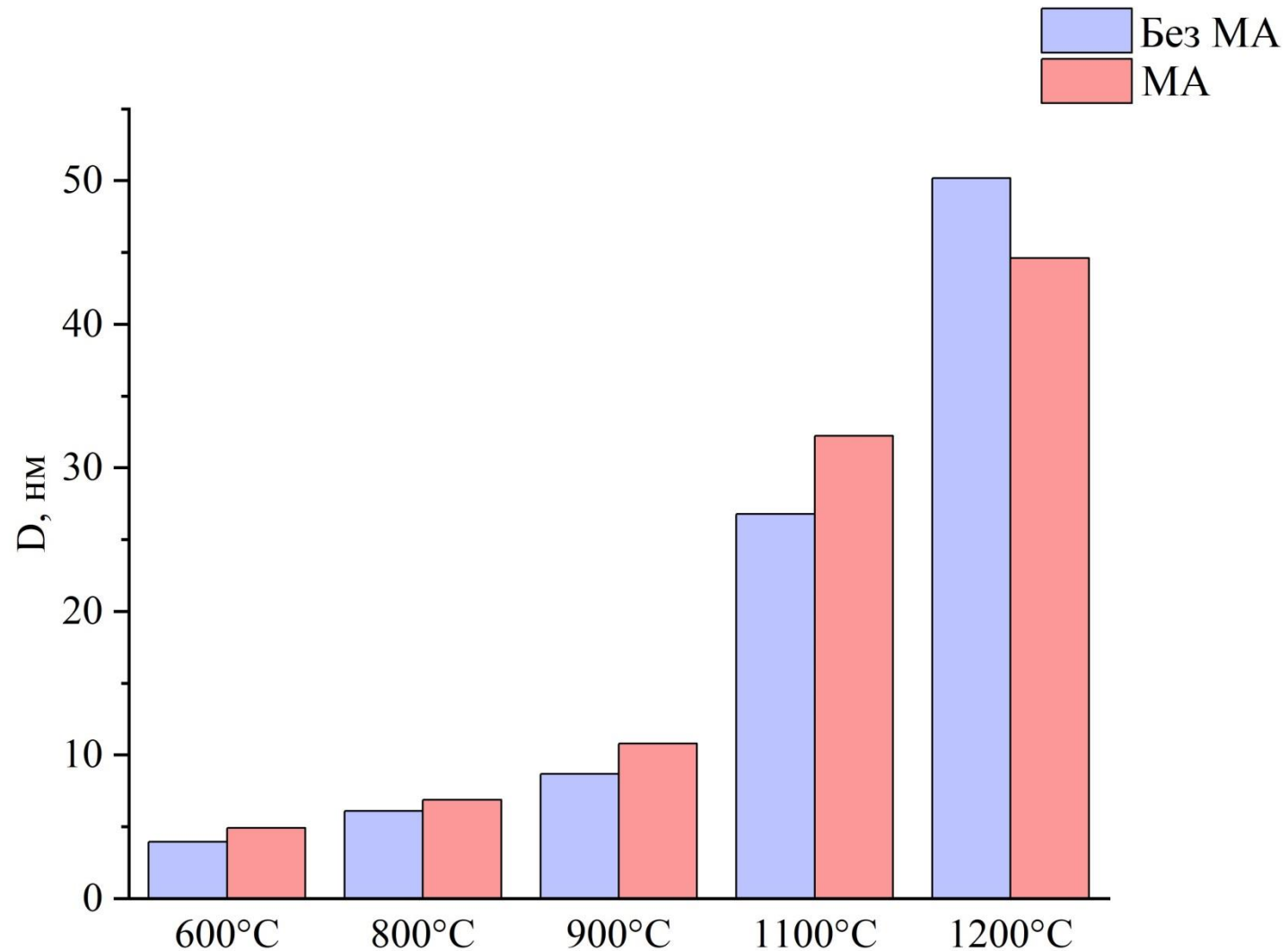
$$D = \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$

λ — длина волны излучения, нм;

B — интегральная ширина отражения (в 2θ);

θ — угол дифракции максимума линии, град.

Размеры кристаллитов $Yb_4Zr_3O_{12}$



Энергия активации

Энергию активации процесса роста кристаллитов $Yb_4Zr_3O_{12}$ можно рассчитать по формуле:

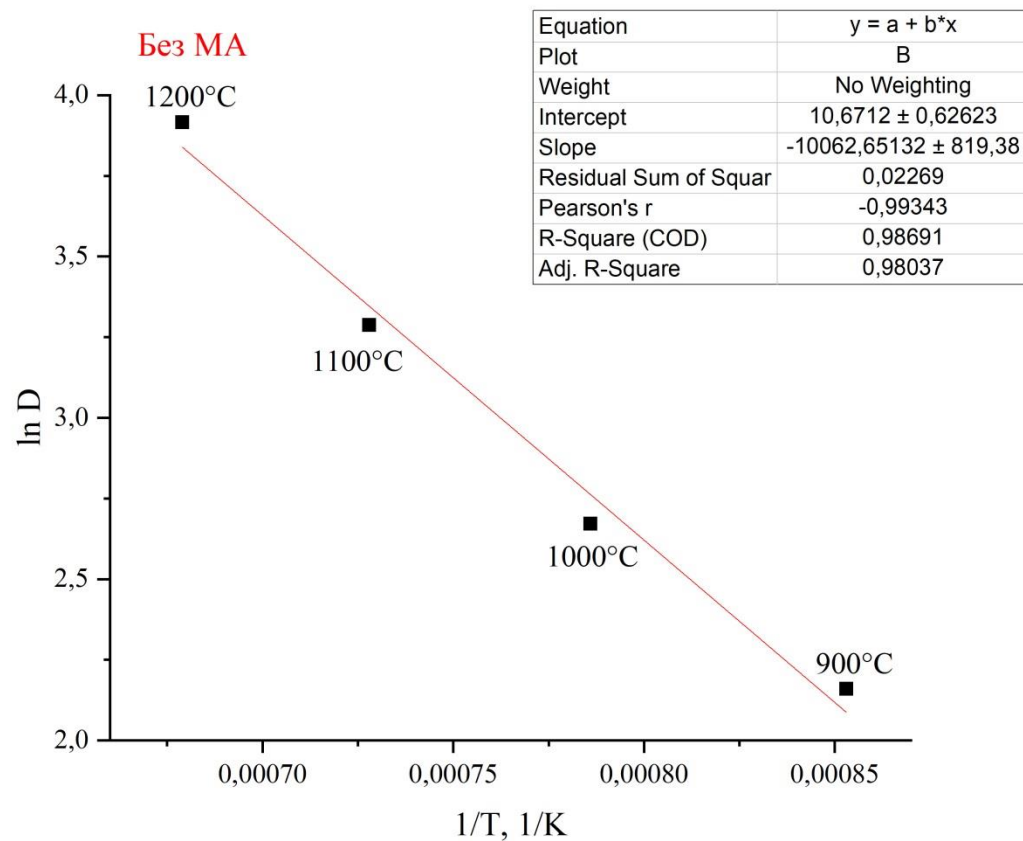
$$E_a = -tg\alpha \cdot R$$

R – универсальная газовая постоянная, Дж·моль⁻¹·К⁻¹;

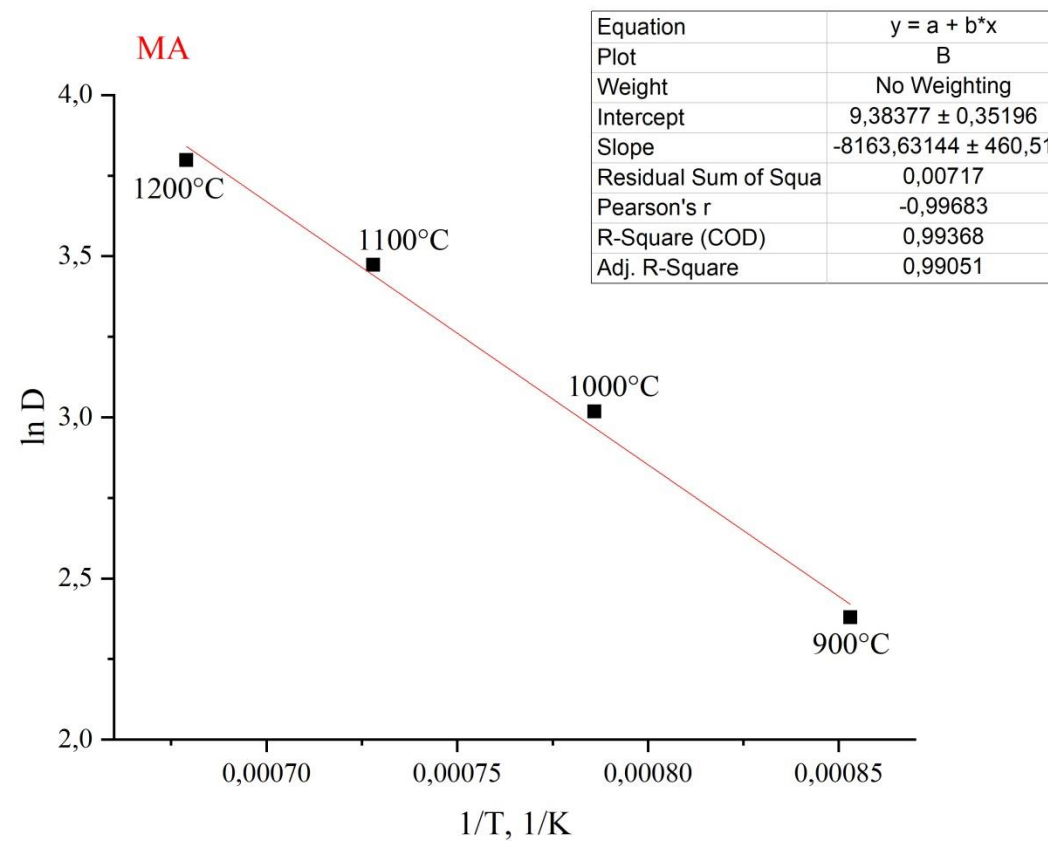
α – угол наклона прямой, в координатах $\ln D = f(1/T)$, град;

T – температура прокали, К.

Энергия активации

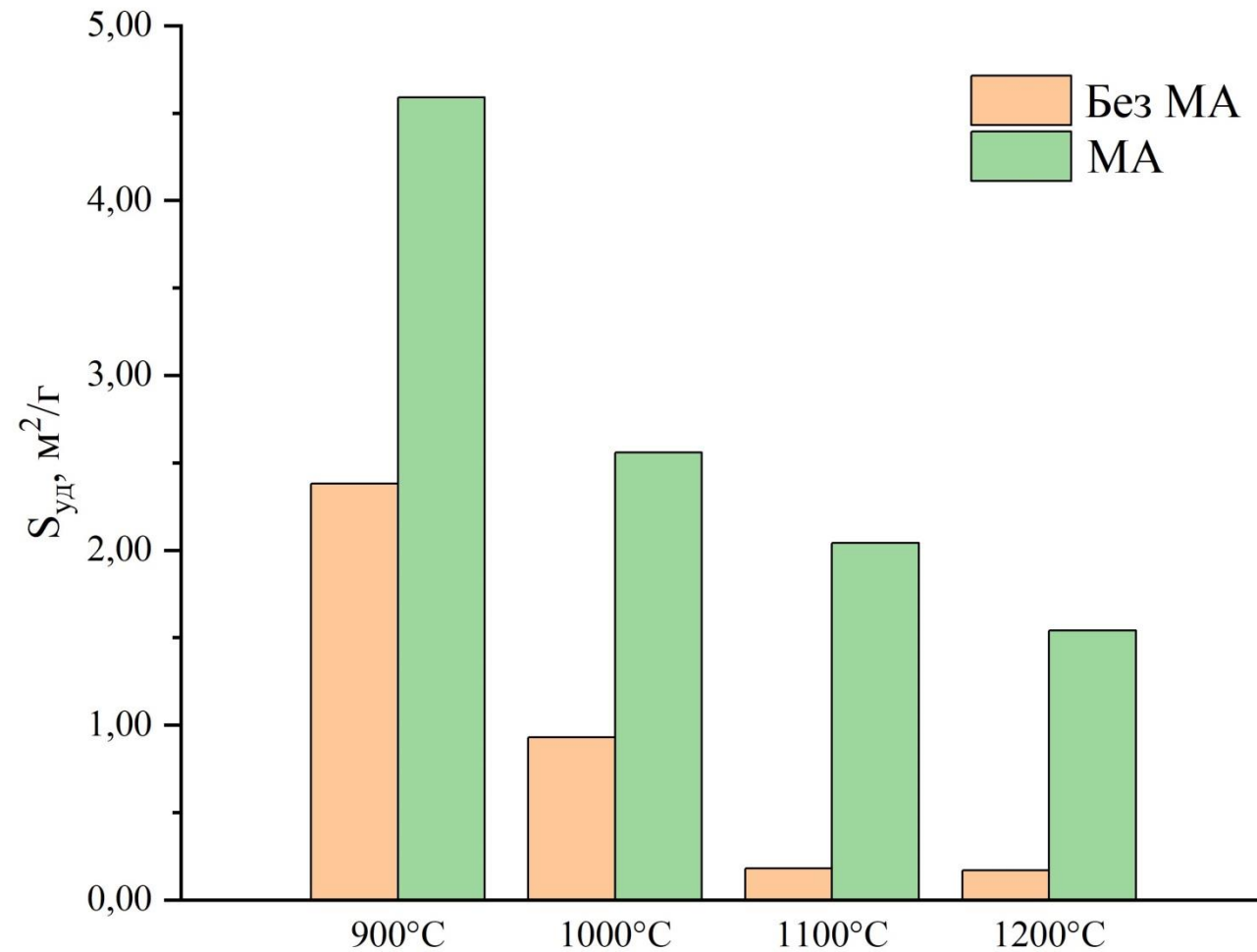


$$E_a = (83.7 \pm 7.0) \text{ кДж/моль}$$



$$E_a = (67.9 \pm 4.0) \text{ кДж/моль}$$

Удельная поверхность порошков цирконата иттербия



Средний размер частиц $Yb_4Zr_3O_{12}$

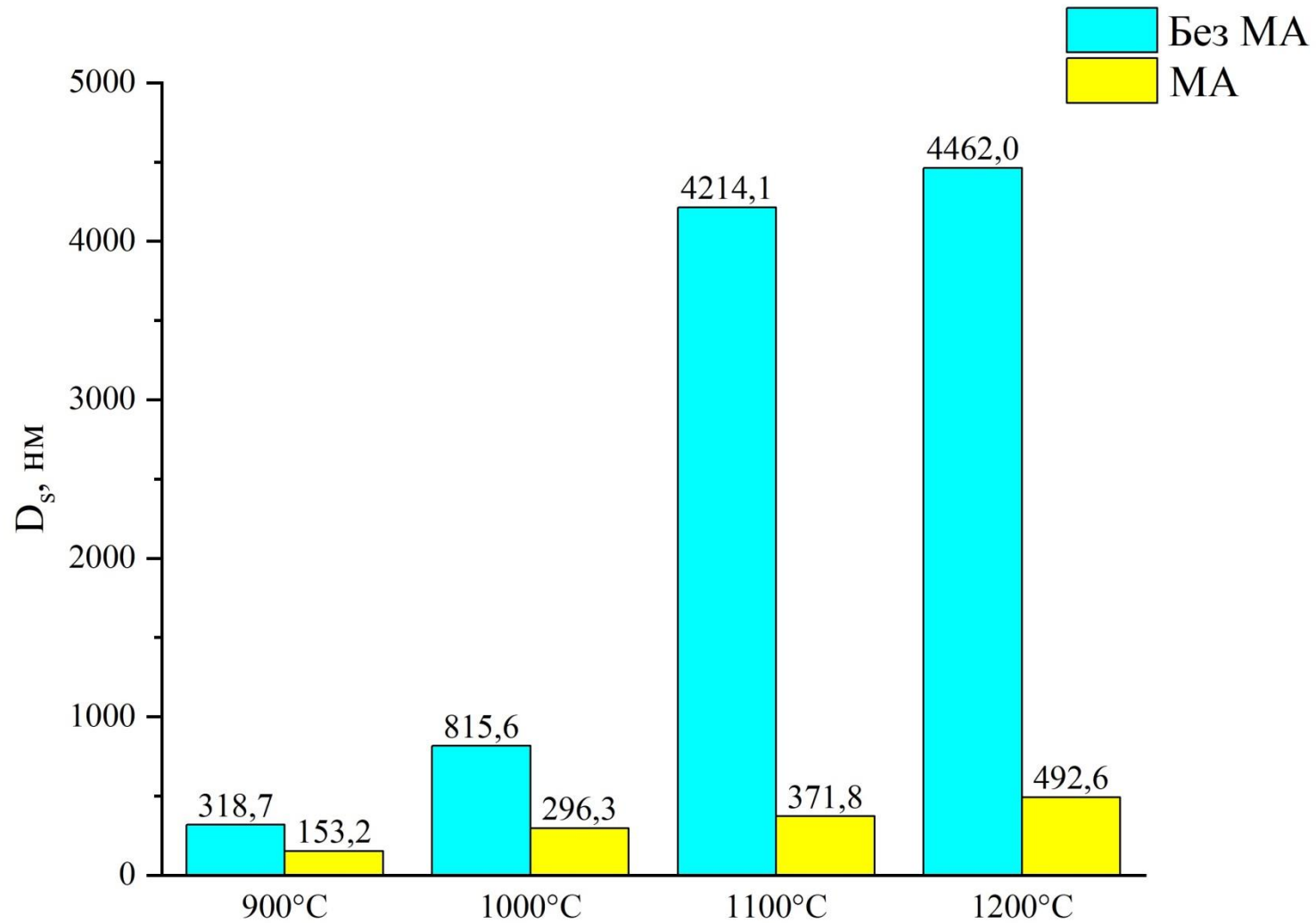
Из значений удельной поверхности можно определить средний размер частиц D_S (нм) по формуле:

$$D_S = \frac{6000}{\rho S_{уд}}$$

$\rho = 7.91 \text{ г/см}^3$ – плотность $Yb_4Zr_3O_{12}$;

$S_{уд}$ – удельная площадь поверхности, $\text{м}^2/\text{г}$.

Средний размер частиц $Yb_4Zr_3O_{12}$



Выводы

В ходе работы был синтезирован прекурсор $Yb_4Zr_3O_{12}$ методом соосаждения гидроксидных форм соответствующих металлов.

Была проведена механическая активация приготовленного прекурсора в лабораторной планетарной шаровой мельнице АГО–2 в течение 30 минут.

С помощью комплексного термического анализа и ИК–спектроскопии были исследованы процессы карбонизации и декарбонизации в ходе синтеза цирконата иттербия.

По данным удельной поверхности, размеров кристаллов, среднего размера частиц и энергии активации процесса роста кристаллов было изучено влияние механоактивации на процесс образования нанокристаллического $Yb_4Zr_3O_{12}$.

Благодарности

Научному руководителю, д.х.н., профессору и и.о. заведующего «Отделом технологии силикатных материалов» ИХТРЭМС ФИЦ КНЦ РАН Калинкину А.М. за помощь в обработке данных.

Сотрудникам аналитического отдела ИХТРЭМС ФИЦ КНЦ РАН за проведение анализов образцов.

Спасибо за внимание!