**Смотраєв Роман Васильович. Одержання діоксиду цирконію золь-гель методом з використанням карбаміду : Дис... канд. наук: 05.17.01 – 2002**

|  |  |
| --- | --- |
| |  | | --- | | **Смотраєв Р.В.** Одержання діоксиду цирконію золь-гель методом з використанням карбаміду. – Рукопис.  Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за фахом 05.17.01. – технологія неорганічних речовин. – Український державний хіміко-технологічний університет, Дніпропетровськ, 2002.  Захищаються результати теоретичних і експериментальних досліджень, виконаних для розробки технологічного процесу одержання високодисперсного діоксиду цирконію методом гомогенного гідролізу неорганічних солей цирконію з використанням карбаміду. Досліджені кінетичні характеристики процесу гомогеного гідролізу оксихлориду й оксинітрату цирконію у присутності карбаміду. Визначено умови одержання і концентрування стабільних золів. Досліджений процес витягу гідроксиду цирконію з золів за допомогою карбамідоформальдегідних полімерів і залежності впливу технологічних параметрів на вихід і якість одержуваного діоксиду цирконію. Розроблені технологічний режим і технологічна схема процесу одержання високодисперсного діоксиду цирконію.  Матеріал дисертації викладений у 9 друкованих роботах. | |
| |  | | --- | | 1. У дисертації наведене теоретичне обгрунтування і нове вирішення наукової задачі, що виявляється в розробці золь-гель методу одержання високодисперсного діоксиду цирконію гомогенним гідролізом неорганічних солей цирконію з використанням карбаміду. 2. Експериментально визначені граничні умови утворення й існування золів гідроксиду цирконію, отриманих гомогенним гідролізом неорганічних солей цирконію з використанням карбаміду: час гелеутворювання 28,5-263 хв для досліджуваного проміжку концентрацій (СZr=5-40 г/л, СК=5-250 г/л), при цьому максимальній вихід гідроксиду цирконію 81-86,4 %. 3. Експериментально встановлено: – реакція гомогенного гідролізу солей цирконію з використанням карбаміду описується кінетичним рівнянням першого порядку; – лімітуючою стадією є стадія гідролізу карбаміду; –кінетичні константи гідролізу солей цирконію: енергія активації – Е = 126802 Дж/моль; передекспоненційний множник – К0=2,371.1013 с-1. Виведені рівняння залежності часу гелеутворювання і виходу діоксиду цирконію від температури та вихідної концентрації реагентів. 4. Встановлено, що процес утворення та росту частинок золів гідроксиду цирконію протікає у три стадії, які характеризуються різною швидкістю росту розмірів частинок, при цьому для першої стадії одержане напівемпіричне рівняння залежності діаметра частинок від часу та вихідної концентрації реагентів. 5. Встановлена можливість одержання золів з заданим розміром частинок у межах від 5 до 35 нм. Визначені умови одержання стабільних (протягом 3-16 місяців), концентрованих (8,9-25,5 мас. % по ZrO2) золів гідроксиду цирконію: СZr=20–80 г/л, nK:nZr=1,5-3, тривалість синтезу золів ~4 години, тривалість випарювання 7-12 годин, при цьому золі складаються з рентгеноаморфних частинок. Основний вплив на стабільність золів мають такі чинники: концентрація твердої фази в розчині, термін термічної обробки золів, розмір частинок золів. 6. Рекомендовані такі технологічні параметри, одержання золів гідроксиду цирконію: мольне співвідношення карбаміду до цирконію nК:nZr=1,5, термін гідролізу 4 години. 7. Розроблений спосіб вилучення з золів високодисперсного порошку діоксиду цирконію з використанням карбамідоформальдегідних полімерів. Порошок діоксиду цирконію має такі дисперсні характеристики: середній діаметр частинок 0,445 мкм, основна фракція складається із частинок діаметром 0,4-0,5мкм (92%). 8. Для одержання високодисперсного діоксиду цирконію з максимальним ступенем витягу гідроксиду цирконію з золів процес витягу необхідно проводити в дві стадії: – готування розчину передполімеру при рН=5,5 і температурі 30 оС, протягом 1 години і мольному співвідношенні формальдегіду до карбаміду 1:1; – витяг гідроксиду цирконію при рН=3 і температурі 55 оС,протягом 2 годин і масовому співвідношенні КФП:Zr1,5, при цьому необхідно додавати золь гідроксиду цирконію в розчин КФП. 9. Визначений температурний режим прожарювання порошку КФП-ZrО(OH)2: температура 700 оС, термін 2 години. 10. Отриманий діоксид цирконію може бути використаний для виробництва конструкційної цирконієвої і муліто-цирконієвої кераміки. 11. За результатами лабораторних досліджень розроблені технологічний режим і технологічна схема одержання діоксиду цирконію методом гомогенного гідролізу неорганічних солей цирконію з використанням карбаміду. 12. За допомогою порівняльної оцінки різних методів виробництва діоксиду цирконію обгрунтована економічна доцільність методу гомогенного гідролізу солей цирконію для одержання високодисперсного діоксиду цирконію. | |