

КАЛЬЦИЕТЕРМИЧЕСКОЕ ВОССТАНОВЛЕНИЕ ОКСИДНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЦИРКОНИЯ

Крыжанов М.В., Орлов В.М.

*Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья
им. И.В. Тананаева ФИЦ КНЦ РАН,*

184209, Мурманская обл., Апатиты, Академгородок, 26а, e-mail: kryzhanov@chemy.kolasc.net.ru

Кальциетермическое восстановление ZrO_2 является одним из промышленных способов получения порошков циркония. Процесс ведут при 900-1300 °С. Для снижения содержания кислорода в порошках используют большой избыток кальция, длительные выдержки (1-5 ч) и добавку $CaCl_2$ для растворения образующегося при восстановлении CaO ^{1,2}.

Термодинамический анализ с использованием программного комплекса TERRA позволил рассчитать адиабатические температуры кальциетермического восстановления ZrO_2 и $CaZrO_3$ (1252 и 767 °С соответственно) и показал возможность проведения процесса при температуре ниже температуры плавления Ca. В данной работе исследовано получение порошков Zr при температуре не более 850 °С.

Исходными материалами для восстановления служили порошки ZrO_2 с удельной поверхностью 0,7 и 35 м²/г; а также порошок цирконата $CaZrO_3$ (0,45 м²/г). Избыток восстановителя, в качестве которого использовали гранулы Ca с размером частиц 0,04-2,0 мм, составлял 25-50 % от стехиометрии.

Восстановление проводили в реторте из жаропрочной стали, в которой размещали ниобиевые контейнеры с подготовленной шихтой. Схема и описание установки приведены в работе³. Реактор вакуумировали, заполняли аргоном и нагревали до 700-850 °С, после чего проводили выдержку 1-3 ч. Для удаления избытка Ca и образовавшегося CaO продукты восстановления обрабатывали раствором соляной кислоты.

В результате экспериментально определены условия, позволяющие получить порошок циркония с низким содержанием кислорода при температуре 700-750 °С. Восстановлением ZrO_2 и $CaZrO_3$ при 700 °С получены порошки соответственно с удельной поверхностью на уровне 0,6 и 1,5 м²/г, с содержанием кислорода 0,7 и 1,5 % соответственно.

Литература

1. Касимцев А.В., Левинский Ю.В. Гидридно-кальциевые порошки металлов, интерметаллидов, тугоплавких соединений и композиционных материалов. – М.: Изд-во МИТХТ, 2012. – 248 с.
2. Abdelkader A.M., El-Kashi E. ISIJ International, 2007, 47, 25.
3. Орлов В.М., Крыжанов М.В. Металлы, 2015, 4, 93.