

Винахід відноситься до області хімічної технології та стосується отримання полікристалів термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення на базі ZrP_2O_7 , що може використовуватись як матеріал для дилатометричних досліджень.

Найбільш близьким за технічною суттю до винаходу є спосіб отримання матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення на базі полікристалів ZrP_2O_7 з розчин-розплаву системи $NH_4-H_2O-P_2O_5-ZrO(NO_3)_2[ZrOSO_4]$ /Chung-His Huang, Osvald Knop, David A. Others, Pyrophosphoric Acid of Tetravalent Element and a Mossbauer Study SnP_2O_7 Canadian Journal of Chemistry, 1975, Volume 53, 79-91/, що передбачає змішування фосфату амонію $(NH_4)_2HPO_4$ цирконієвмісного компоненту - сульфату цирконію з додаванням сульфатної кислоти при нагріванні отриманої суміші до $50^\circ C$ з подальшою обробкою нітратом амонію та повторним нагріванням в платиновому тиглі на протязі 12 год при $900^\circ C$.

Основними недоліками наведеного способу отримання матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення є тривалий час взаємодії, багатостадійність, необхідність використання оксонітрату та оксосульфату цирконію, що значно підвищує собівартість кінцевого продукту та низька технологічність процесу.

В основу винаходу покладено завдання такого удосконалення способу отримання матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення, при якому за рахунок додавання оксиду ванадію (V_2O_5) та метафосфату натрію, в пропонуваній кількості і внаслідок цього - проведення кристалізації з розплаву саме фосфатно-ванадатної системи $Na_2O-ZrO_2-V_2O_5-P_2O_5$ вдається значно знизити час взаємодії (в 3,5 рази), за рахунок використання як цирконієвмісного компоненту порівняно дешевого ZrO_2 вдається знизити собівартість отриманого кінцевого продукту при поліпшенні технологічності з підвищенням продуктивності процесу, а за рахунок реалізації пропонуваних режимів процесу додатково підвищити якість отриманого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення.

Означене завдання вирішується тим, що у способі отримання термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення, який передбачає змішування фосфату амонію $(NH_4)_2HPO_4$, та цирконієвмісного компоненту з наступним нагріванням отриманої суміші до температури кристалізації термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення, згідно винаходу при змішуванні до суміші додають метафосфат натрію ($NaPO_3$) в кількості (50-70% мас.) та оксид ванадію в кількості (10-20% мас.), як цирконієвмісний компонент використовують діоксид цирконію в кількості (0,8-2,5% мас.), а оптимальним режимом отримання термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення є витримка отриманого розплаву при температурі кристалізації на протязі 3-4 годин, з наступним охолодженням зі швидкістю 10-50 град/год до $600-750^\circ C$.

У запропонованому способі завдяки отриманню при нагріванні низькоплавкого фосфатно-ванадатного розплаву, як середовища для синтезу термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення, стає можливим отримання полікристалів за невеликі проміжки часу без використання вихідних матеріалів високої вартості.

Значне поліпшення технологічних умов синтезу пов'язане з особливостями фізико-хімічних процесів, що мають місце у багатокомпонентних розплавах, що містять оксиди ванадію та фосфору. Процес розчинення оксиду цирконію (ZrO_2) в системі значно прискорюється завдяки введенню в систему оксиду ванадію (V_2O_5).

Внаслідок значної різниці іонних радіусів катіонів: Zr^{4+} (0.92 \AA) та V^{5+} (0.48 \AA) гетеровалентне заміщення в даному структурному типі малоймовірно, а отже й концентрація V^{5+} в полікристалах термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення незначна. Використання кристалізації з фосфатно-ванадатного розплаву дозволяє вирощувати якісні полікристали термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення з виходом 35-50%, а реалізація пропонуваних режимів додатково забезпечує кристалізацію гомогенного за складом з мінімальною кількістю кристалографічних дефектів термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення.

Приклад.

Змішують фосфат амонію $(NH_4)_2HPO_4$ в кількості (2,27г), як цирконієвмісний компонент - діоксид цирконію в кількості (0,2г), метафосфат натрію ($NaPO_3$) в кількості (7,0г), оксид ванадію (V_2O_5) в кількості (1,56г) отриману суміш нагрівають до температури кристалізації термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення яка спостерігається при $850^\circ C$, а отриманий розплав витримують на протязі 3,5 годин, після чого охолоджують зі швидкістю 30 град/год до $700^\circ C$.

Отримані полікристали термостійкого матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення відмивають від залишків реагентів гарячою водою. Загальний вихід полікристалів по відношенню до кристалоутворюючого компонента (ZrO_2) складає 50%. Кількість оксиду ванадію (V_2O_5) та метаванадату натрію ($NaPO_3$) підібрано експериментально вона визначає в'язкість розплаву, що значною мірою впливає на якість отриманих полікристалів. Час, температура витримки та швидкість охолодження розплаву дозволяють отримувати полікристали зазначеного матеріалу з максимальним виходом.

При використанні запропонованого способу відбувається отримання якісних полікристалів матеріалу з негативним коефіцієнтом термічного розширення за незначні проміжки часу без включень компонентів флюсу без використання високовартісних вихідних компонентів.