

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ АМОРФНЫХ НИОБАТА И ТАНТАЛАТА ЛИТИЯ

Вьюгин Н.А.^(1,2), Хохлов В.А.^(1,2), Докутович В.Н.⁽¹⁾, Боброва К.О.^(1,2)

⁽¹⁾ Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН

620137, г. Екатеринбург, ул. Академическая, д. 20

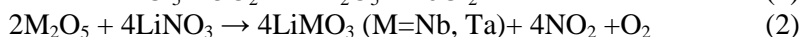
⁽²⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Одной из основных задач при разработке методов синтеза сложных оксидов является снижение температуры по сравнению с классическим твердофазным методом, что позволяет снизить энергозатраты и открывает возможности получения малоразмерных частиц. Помимо этого, представляет интерес получение и исследование соединений в метастабильном неравновесном состоянии, что было проделано в данной работе.

Для получения аморфного вещества необходима высокая скорость реакции. В данном случае она достигается использованием в качестве реагента жидкости – расплава нитрата лития ($T_{пл}=255\text{ }^{\circ}\text{C}$) – и разлагающихся пентахлоридов ниобия и тантала. Технически синтез очень прост: в расплав нитрата лития при температуре 270–300 °С при перемешивании добавляют небольшие порции пентахлорида ниобия или тантала, после расплав остужают и растворяют в воде, осадок промывают и отделяют фильтрованием.

На основе визуальных наблюдений предложен следующий механизм реакции:



при контакте с расплавом пентахлорид начинает разлагаться с выделением светлого газа (1), затем образованный по реакции 1 оксид взаимодействует с расплавом нитрата с выделением бурого газа (2).

Полученные образцы исследовались методами рентгеновской дифракции, колебательной спектроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), гранулометрии и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Диффрактограммы продуктов представляют собой «гало», типичное для аморфных веществ. Полосы спектров КР полученных веществ соответствуют полосам спектров кристаллических ниобата и танталата лития, но заметно отличаются по интенсивности, что подтверждает по крайней мере качественный состав продукта. Гранулометрия и СЭМ показали, что образцы представляют собой шарообразные частицы размерами порядка 200–300 нм. На графике ДСК присутствует широкий экзо-эффект с максимумом при температуре около 500 °С, соответствующий релаксации системы с образованием стабильных кристаллических фаз.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-03-00475а).