
Метод синтеза сложных оксидов на основе $\text{Pr}_2\text{NiO}_{4+\delta}$ из низкотемпературных расплавов*

С. А. Баратов¹, А. П. Тарутин^{1,2}, Д. А. Медведев^{1,2}

¹Уральский федеральный университет

им. первого Президента России Б. Н. Ельцина

²Институт высокотемпературной электрохимии

Уральского отделения Российской академии наук

На сегодняшний день существует множество методик получения сложных оксидов с необходимыми функциональными свойствами. Наиболее распространен в промышленности твердофазный метод синтеза, заключающийся в перемешивании исходных оксидов или карбонатов с последующими отжигами. Данный метод легко осуществим как в лабораторных, так и промышленных условиях, однако существенным его недостатком является необходимость длительных отжигов для достижения однородности состава по объему. В лабораторном синтезе для получения сложных оксидов широкое применение получил цитрат-нитратный метод Печини. Метод заключается в растворении стехиометрической смеси солей металлов, входящих в состав получаемого оксида, с добавлением лимонной кислоты в качестве топлива и упаривании полученного раствора до гелеобразной массы. Реакционную смесь нагревают до температуры $\sim 350^\circ\text{C}$ для ее самовоспламенения. В процессе горения температура смеси достигает в пике $\sim 750^\circ\text{C}$. По окончании процесса горения продукт реакции измельчают и подвергают отжигу для завершения диффузионных процессов. Полученный таким образом материал характеризуется высокой дисперсностью (средний радиус частиц — 14 нм [1]) и однородностью химического состава по объему, однако процесс получения порошковых материалов таким способом трудно масштабировать.

В настоящей работе рассмотрен способ получения сложного оксида $\text{Pr}_2\text{Ni}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{O}_{4+\delta}$ в качестве электродного материала для твердооксидных топливных элементов с применением низкотем-

* Работа выполнена при финансовой поддержке фонда «Талант и успех».

пературных расплавов нитратов. В ходе работы были исследованы термические свойства индивидуальных нитратов, а также их стехиометрической смеси (ТГ-ДСК), проведено сравнение глубины фазообразования (РФА), а также однородности микроструктуры полученных сложных оксидов (СЭМ), изготовленных цитрат-нитратным, твердофазным и предложенным методами.

Материал был получен путем плавления стехиометрической смеси нитратов празеодима, никеля и кобальта при температуре 60–70 °С при перемешивании. Перемешивание расплава позволило быстро достичь однородности состава по объему смеси, что необходимо для достижения однофазности конечного продукта. Образец отжигали при 1150 °С в течение 5 ч на воздухе до получения однофазного оксида.

Установлено, что процесс синтеза $\text{Pr}_2\text{Ni}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{O}_{4+\delta}$ из расплава нитратов включает в себя три основные стадии. На первой стадии (60–90 °С) наблюдается плавление кристаллогидратов без их разложения. При дальнейшем нагревании реакционной смеси происходит отщепление кристаллизационной воды и термическое разложение нитратов с образованием оксидов. Данный процесс заканчивается при температуре ~460 °С [1]. На третьем этапе ($T > 460$ °С) происходит нагрев смеси оксидов и их взаимная диффузия.

Методом сканирующей электронной микроскопии, совмещенной с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией, установлено, что спеченный образец характеризуется однородностью химического состава, а также высокой пористостью вследствие интенсивного газовыделения в процессе синтеза. Дисперсность образца, полученного из низкотемпературных расплавов, сопоставима с дисперсностью образца, полученного цитрат-нитратным способом (средний радиус частиц — 15 нм [1]), что делает данный метод эффективным для получения электродных материалов с высокоразвитой поверхностью.

Несмотря на ограниченный выбор исходных солей, предложенный метод хорошо подходит для получения порошковых материалов на основе $\text{Pr}_2\text{NiO}_{4+\delta}$ и сочетает в себе достоинства как растворных, так и твердофазного методов синтеза. Предполагается, что данный

метод применим для получения сложных оксидов, содержащих катионы La, Nd, Pr, Fe, Ni, Co, Cu.

Список источников

1. Tarutin A. P., Baratov S. A., Medvedev D. A. Modernized Synthesis Technique of $\text{Pr}_2\text{NiO}_{4+8}$ -Based Complex Oxides Using Low-Temperature Salt Melts // Materials. 2022. Vol. 15. P. 6148.

Влияние значения pH контролируемого двухструйного осаждения на свойства цирконата гадолиния

С. В. Буйначев, Е. С. Баженова, И. М. Сазонов

*Уральский федеральный университет
им. первого Президента России Б. Н. Ельцина*

Оксидные материалы на основе цирконатов редкоземельных элементов находят широкое применение в различных отраслях промышленности. Так, такие материалы используются для создания термобарьерных покрытий, кислород проводящих твердых электролитов, а также для иммобилизации ядерных отходов. На сегодняшний день цирконаты РЗЭ получают преимущественно методом обратного осаждения гидроксидов циркония и РЗЭ с последующей термообработкой. Зачастую полученные порошки измельчают в шаровой мельнице с последующей грануляцией методом распылительной сушки с получением сфероидальных частиц. Гранулирование порошков цирконатов РЗЭ необходимо для создания термобарьерных покрытий методом атмосферного плазменного напыления. Такой способ формирования порошков сложен, многостадийен и дорогостоящ. Таким образом, поиск новых подходов для синтеза цирконатов РЗЭ является актуальной задачей. В работе был синтезирован цирконат гадолиния со сфероидальной формой частиц методом контролируемого осаждения при постоянном значении pH.