

СИНТЕЗ МИНЕРАЛОПОДОБНЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА ПРИМЕРАХ ФОСФАТНЫХ И СЛОЖНООКСИДНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Михайловская З.А.^{1,2}, Айрбабянц Ю.А.², Богданова Л.И.^{1,2}

¹ *Институт геологии и геохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия, zozoikina@mail.ru*

² *Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия, limon0521@mail.ru*

Минералоподобные соединения с одной стороны, являются эффективным инструментом для изучения природных соединений и служат базой для экспериментальной минералогии, а с другой стороны представляют собой основу для получения новых природоподобных функциональных материалов. Наиболее доступными для рядовых исследователей методами синтеза поликристаллических образцов минералоподобных соединений на сегодня остается стандартная керамическая технология, низкотемпературный (до 200 °С) гидротермальный синтез и разнообразные методики с использованием жидких прекурсоров (соосаждение, золь-гель, вариации пиролизных методик, микроэмульсионные технологии и др.).

При кажущейся внешней простоте указанных техник («смешение исходных реагентов → температурная обработка → результат»), каждый из указанных методов в действительности обладает целым арсеналом средств, влияющих на состав, кристаллическую структуру и морфологию продукта. В частности, на результат синтеза по керамической технологии прямо или косвенно влияет природа прекурсоров, режимы отжига и закалок, состав атмосферы в печи, продолжительность и способ перетирания порошков, пеллетирование порошков и т.д. При использовании методик с жидкими прекурсорами значимым параметром является природа прекурсоров и вспомогательных веществ, концентрация и температура рабочих растворов, способы и последовательности смешения компонентов, кислотность активационной процедуры и др.

В настоящей работе рассмотрены примеры оптимизации синтеза фосфатов LnPO_4 со структурой монацита и ряда шеелитоподобных молибдатов со структурой шеелита; аттестация продуктов проведена методами рентгеновской дифракции и электронной микроскопии. Для синтеза однофазных

образцов монозамещенных фосфатов LnPO_4 методом соосаждения или золь-гель методом рекомендовано проведение синтеза из оксидов металлов с растворением в азотной кислоте с избытком 0–5% (за исключением $\text{Ln}=\text{Ce}$) при $\text{pH}=2\text{--}2.5$ (время осаждения не менее 40 мин, старение осадка не более одного дня в растворителе с заданной кислотностью). При синтезе полизамещенных фосфатов смешение растворов катионов должно осуществляться до осаждения (аппаратное перемешивание не менее получаса).

Выявлено, что при получении замещенных фосфатов из-за различия кислотно-основных свойств осаждаемых ионов металлов подбор pH может быть затруднен, и в этом случае для сохранения заданной стехиометрии следует осуществлять сушку реакционной смеси без отделения фильтрата. Конечная температура отжига для получения однофазных образцов со структурой монацита – не менее 1200 °С; формирование целевой фазы начинается при 800–1000 °С. Ультразвуковая обработка суспензий в ходе синтеза приводит к более раннему началу формирования целевой фазы, что способствует снижению конечной температуры синтеза, однако при этом возможно загрязнение образца материалом ультразвукового зонда.

В качестве альтернативной методики может быть использовано смешение аналогичных сухих прекурсоров в планетарной мельнице с последующими отжигами.

Для шеелитоподобных материалов на основе Nd/Sm/Eu замещенных $(\text{Ca/Sr})\text{MoO}_4$ проведено сравнение образцов, полученных методом соосаждения и по стандартной керамической технологии, выявлены оптимальные температуры конечных отжигов продукта (600–900–1050 °С), pH осаждения (6–6.5) и продолжительность отжигов.

Работа выполнена в рамках Госзадания ИГГ УрО РАН, тема № 124020300057-6.