

В рамках глицерин-нитратной технологии в смесь исходных компонентов, содержащую нитрат алюминия и нитрат кальция, добавили необходимое количество глицерина для восстановления нитрат-ионов до элементарного азота и медленно выпаривали до начала саморазвивающейся реакции. Полученный порошок, сначала обжигали при температуре 1000°C, после помола в этиловом спирте при 1100°C, прессовали таблетки и обжиг при 1200°C. Общее время синтеза около 100 часов.

Фазовый состав синтезированных образцов контролировали рентгенофазовым анализом. Исследование проводили с помощью дифрактометра Equinox 3000 (Inel, France) в Cu Ka –излучении.

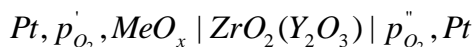
### **КОНСТРУИРОВАНИЕ УСТАНОВКИ ДЛЯ КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ**

*Камаев Т.С., Серeda В.В., Цветков Д.С.*

Уральский федеральный университет  
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Большинство свойств сложных оксидов, таких как диффузия кислорода, магнитные свойства и электронная проводимость, во многом определяется отклонения их состава от стехиометрического. Оксиды, обладающие смешанной ионно-электронной проводимостью перспективны в качестве материалов высокотемпературных электрохимических устройств.

Для изучения отклонения состава твердых оксидов от стехиометрического используется метод кулонометрического титрования. Реализация метода заключается в построении электрохимической ячейки с твердым кислород-проводящим электролитом:

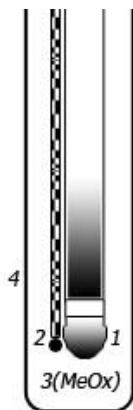


При этом разность между начальным  $p_{O_2}^{(n-1)}$  и конечным  $p_{O_2}^{(n)}$  парциальными давлениями кислорода определяет изменение кислородной нестехиометрии следующим образом:

$$\Delta\delta = \left[ \frac{It}{2F} - \frac{2V}{RT} (p_{O_2}^{(n-1)} - p_{O_2}^{(n)}) \right] \frac{M_{oxide}}{m_{sample}}$$

где  $V$  – объем свободного пространства ячейки,  $I$  – сила пропущенного тока,  $M(\text{oxide})$  – молярная масса исследуемого оксида,  $m(\text{sample})$  – исходная масса образца в ячейке.

Целью работы было конструирование установки для кулонометрического титрования. Схема установки изображена на рисунке 1.



*Рис.1 – Схема установки:*

- 1- электролит YSZ с нанесенными платиновыми электродами;*
- 2- термомпара;*
- 3- образец;*
- 4- кварцевая трубка.*

Установка автоматизирована благодаря применению регулятора Zirconia Zr-318. Для обработки экспериментальных данных использовалась программная среда LabView.