

Краткие сообщения

DOI: <https://doi.org/10.17308/kcmf.2020.22/3121>

Поступила в редакцию 10.12.2020

Принята к публикации 15.12.2020

Опубликована онлайн 25.12.2020

ISSN 1606-867X

eISSN 2687-0711

УДК 542.943:546.682'18

Микроволновый синтез наночастиц CaTiO_3 золь-гель методом

© 2020 В. Ф. Кострюков✉, А. Е. Игонина

Воронежский государственный университет,
Университетская пл., 1, Воронеж 394018, Российская Федерация

Аннотация

Предложена методика активированного микроволновым излучением синтеза нанопорошка титаната кальция. Микроволновое воздействие, применяемое в процессе синтеза образцов CaTiO_3 , при использовании в качестве осадителя карбоната натрия позволяет получать химически однородный нанопорошок при существенном сокращении времени проведения процесса.

Ключевые слова: золь-гель, микроволновый синтез, титанат кальция, наночастицы

Для цитирования: Кострюков В. Ф., Игонина А. Е. Микроволновый синтез наночастиц CaTiO_3 золь-гель методом. *Конденсированные среды и межфазные границы*. 2020; 22(4): 504–506. DOI: <https://doi.org/10.17308/kcmf.2020.22/3121>

For citation: Kostryukov V. F., Igonina A. E. Microwave synthesis of CaTiO_3 nanoparticles by the sol-gel Method. *Kondensirovannye sredy i mezhfaznye granitsy = Condensed Matter and Interphases*. 2020;22(4): 504–506. DOI: <https://doi.org/10.17308/kcmf.2020.22/3121>

1. Введение

В последние годы в материаловедении актуальными задачами стали разработка методов получения и исследования особенностей свойств наночастиц и наноструктурированных материалов различного химического состава, строения и морфологии.

Оксидные соединения со структурой перовскита находят широкое применение при изготовлении твердооксидных топливных элементов, катализаторов, магнитных материалов, химических сенсоров, электродов [1, 2].

Титанат кальция известен как перспективный материал с сегнето- и параэлектрическими свойствами, широко применяется в качестве активных элементов пьезоэлектрических преобразователей, оптических модуляторов, сегнетоэлектрических запоминающих устройств, конденсаторов с высокой диэлектрической постоянной, СВЧ устройств и фотокатализаторов [3].

✉ Кострюков Виктор Федорович, e-mail: vc@cnem.vsu.ru

Золь-гель технология хорошо зарекомендовала себя, как один из способов синтезе порошков различных соединений с частицами нанометрового диапазона [4, 5].

Целью работы явилось установление влияния микроволнового воздействия на процесс синтеза наночастиц CaTiO_3 золь-гель методом.

2. Экспериментальная часть

В работе в качестве прекурсоров были использованы: кристаллогидрат нитрата кальция $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (ЧДА CAS 10035-06-0), хлорид титана TiCl_4 (ОСЧ ТУ 6-09-4471-77), карбонат натрия Na_2CO_3 (ХЧ ГОСТ 4201-79).

Процесс синтеза наночастиц титаната кальция проводился в двух режимах – при наличии и отсутствии микроволнового излучения. Остальные параметры процесса выдерживались одинаковыми.

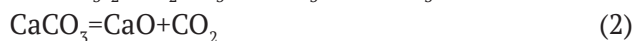
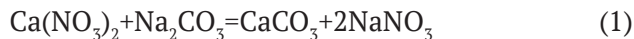
На первом этапе готовились исходные растворы: водный $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ и спиртовой TiCl_4 . Далее эти растворы смешивали, кипятили в те-



Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.

чение определенного времени и охлаждали до комнатной температуры. При этом происходило образование TiO_2 . На этом же этапе во второй серии экспериментов осуществляли микроволновое воздействие ($P_{\text{max}} = 700$ Вт, рабочая частота 2450 МГц). При наличии микроволнового воздействия время кипячения составляло 5 мин, при его отсутствии – 20 мин.

В качестве осадителя использовали карбонат натрия в количестве, достаточном для полного осаждения компонентов. Сформированный таким образом гель фильтровали, сушили на воздухе и затем отжигали в течение часа при температуре 750 °С. При этом протекали следующие реакции:



Для исследования фазового состава образцов использовали метод рентгенофазового анализа, рентгеновский дифрактометр ДРОН-3 с анодом Cu ($\lambda = 0.71075$ нм). Съемку проводили в интервале углов $2\theta = 0-80^\circ$ с шагом 0.1. Для идентификации фаз использовали [6, 7].

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 приведены дифрактограммы образцов, синтезированных без (а) и при наличии (б) микроволнового воздействия.

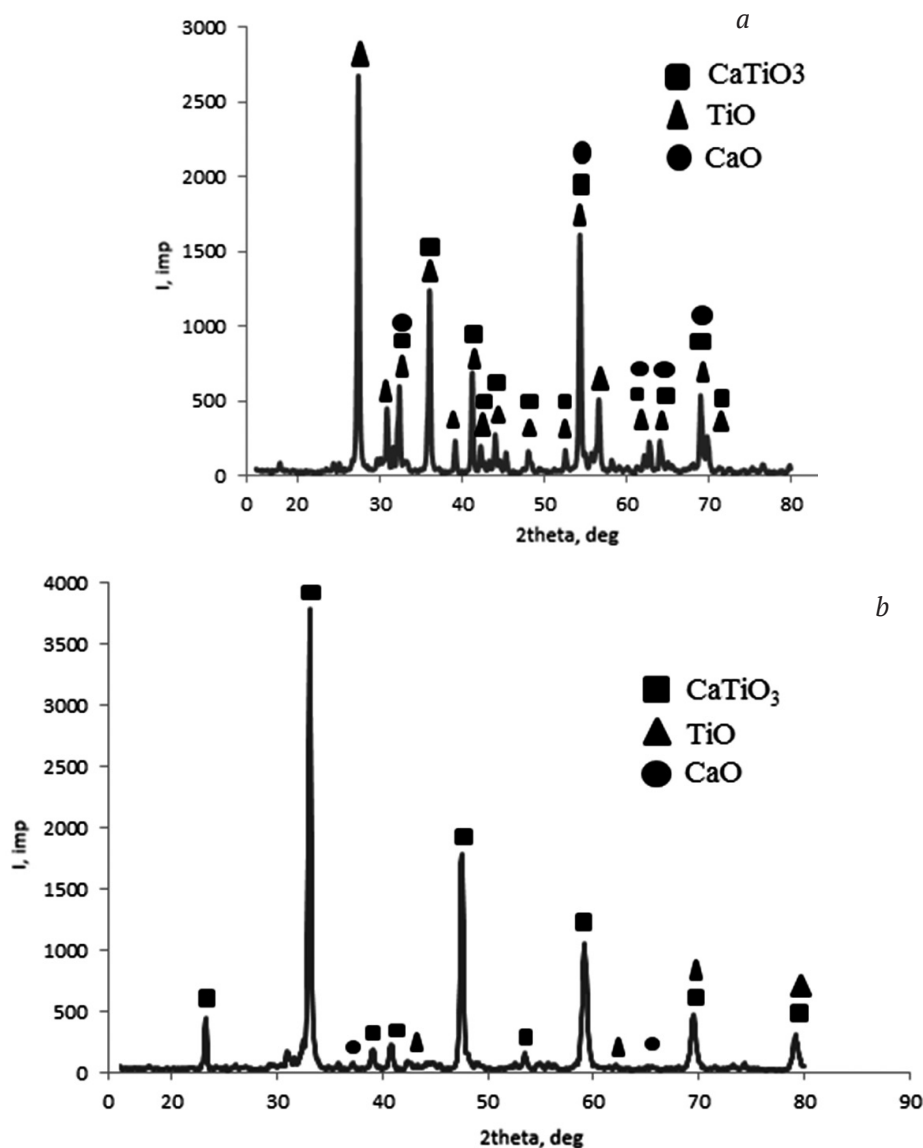


Рис. 1. Дифрактограмма порошка титаната кальция, полученного при отсутствии (а) и наличии (б) микроволнового воздействия

Для образца, полученного без микроволнового воздействия, наблюдаются ярко выраженные пики не прореагировавших исходных веществ – оксиды титана и кальция. Рефлексы, соответствующие целевому продукту – CaTiO_3 , также присутствуют, но выражены не столь отчетливо. Из чего следует, что при проведении синтеза в условиях отсутствия микроволнового воздействия добиться необходимой степени взаимодействия реагентов не удастся.

Дифрактограмма для образца, синтезированного под действием микроволнового излучения (рис. 1б) радикально отлична. Преобладающими и ярко выраженными являются пики, соответствующие титанату кальция, а пики, относящиеся к исходным реагентам присутствуют в небольшом количестве и обладают малой интенсивностью, особенно для оксида кальция.

4. Заключение

Таким образом, использование микроволнового воздействия в процессе синтеза нанокристаллического титаната кальция позволяет решить сразу две проблемы: в случае микроволнового синтеза порошок является не только более однородным по составу, с преобладанием требуемого соединения, но и имеет место существенная интенсификация процесса, заключающаяся в уменьшении времени синтеза.

Благодарности

Результаты исследований получены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием Воронежского государственного университета. URL: <http://ckp.vsu.ru>

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет известных финансовых конфликтов интересов или личных

отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в этой статье.

Список литературы

1. Zhang Q., Saito F. Effect of Fe_2O_3 crystallite size on its mechanochemical reaction with La_2O_3 to form LaFeO_3 . *Journal of Materials Science*. 2001;36(9): 2287–2290. DOI: <https://doi.org/10.1023/a:1017520806922>
2. Bayraktar D., Clemens F., Diethelm S., et al. Production and properties of substituted LaFeO_3 -perovskite tubular membranes for partial oxidation of methane to syngas. *Journal of the European Ceramic Society*. 2007;27(6): 2455–2461. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.10.004>
3. Резниченко В. А., Аверин В. В., Олюнина Т. В. Титанаты. *Научные основы, технология, производство*. М.: Наука; 2010. 72 с.
4. Суздальев И. П. *Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов*. М.: КомКнига; 2006. 592 с.
5. Гусев А. И. *Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии*. М.: Физматлит; 2007. 416 с.
6. *International Center for Diffraction Data*.
7. *X-ray diffraction data cards, ASTM*.

Информация об авторах

Кострюков Виктор Федорович, д. х. н., доцент, доцент кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет, Воронеж, Российская Федерация; e-mail: vc@chem.vsu.ru. ORCID iD: <https://orcid.org/0000-0001-5753-5653>.

Игонина Анастасия Евгеньевна, студентка кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет, Воронеж, Российская Федерация; e-mail: nstj.gnn@rambler.ru.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.