

546.824, 546.46

¹А. С. Скачкова, ¹Е.В. Третьяченко, ¹М.А. Викулова, ²С.И. Саунина
¹(СГТУ имени Гагарина Ю.А., г. Саратов, Россия)
²(Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия)

СИНТЕЗ МАГНИЙСОДЕРЖАЩИХ ТИТАНАТОВ

Нанокompозитные материалы на основе титанатов магния нашли широкое применения в качестве в различных областях современных технологий. Так $MgTiO_3$ является очень эффективным и недорогим фотокатализатором. Из-за низких диэлектрических потерь и высокой термостабильности на высоких частотах титанат магния используют в качестве материала для керамических конденсаторов и резонаторов для электронной промышленности [1 - 3].

Для получения титанатов магния часто используют твердофазный синтез [1], метод золь-гель технологий [4]. В качестве прекурсора для синтеза титаната магния может быть использован полититанат калия (ПТК), представляющий собой слоистые наночастицы чешуйчатой формы, имеющие толщину 10–30 нм и эффективный диаметр 100–800 нм. Большие расстояния между слоями титан-кислородных октаэдров в ПТК позволяют легко проводить интеркаляцию в его структуру молекул и ионов.

Целью данной работы является сравнение титанатов магния, полученных методом твердофазной реакции и методом модификации полититаната калия в водном растворе нитрата магния.

Твердофазный синтез проводили при соотношении компонентов $TiO_2: KOH: KNO_3: Mg(NO_3)_2 = 30 : 30 : 30 : 10$ масс. в алундовом тигле при температуре 500 °С в течение 3 часов. Полученный материал промывали дистиллированной водой до значения $pH = 11$ и сушили при температуре 60 °С. Высушенный образец перетирали в агатовой ступке до мелкодисперсного состояния.

Модифицирование полититаната калия проводилось в водном растворе нитрата магния при концентрации 0,01 моль соли/10 г ПТК и значениях $pH = 11$ при постоянном перемешивании в течение 4 часов. Полученная суспензия дважды промыта дистиллированной водой методом декантации. Продукт высушен при температуре 60 °С.

Фазовый состав полученных продуктов исследован методом рентгеновской фазовой дифракции на рентгеновском дифрактометре ARL X'TRA Thermo Fisher Scientific (Швейцария). Рентгеновские дифрактограммы представлены на рисунке 1.

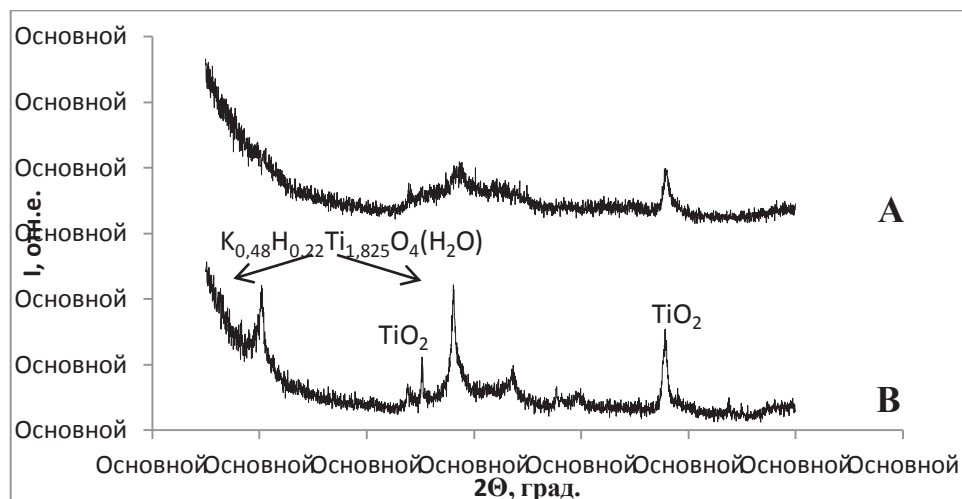


Рисунок 1 – рентгеновские дифрактограммы магнийсодержащих титанатов калия, полученных методом: А – модифицирования ПТК водным раствором $Mg(NO_3)_2$; В – твердофазного синтеза

Образец, полученный методом модифицирования ПТК водным раствором $Mg(NO_3)_2$ является рентгеноаморфным с небольшими включениями фазы TiO_2 . Для образца, полученного методом твердофазного синтеза характерна более высокая степень кристалличности.

Химический состав магнийсодержащих титанатов калия, полученных различными методами приведен в табл. 1.

Таблица 1. Химический состав магнийсодержащих титанатов калия

Метод синтеза	Содержание оксидов в продукте, масс %		
	K_2O	TiO_2	MgO
Твердофазный синтез	15,2	84,5	0,3
Модифицирование ПТК	12,5	87,3	0,2

Отмечено, что образцы магнийсодержащих титанатов калия, полученные разными методами содержат примерно одинаковое количество магния. Однако количество калия в образце, полученном методом твердофазного синтеза несколько выше. Видимо это связано с тем, что в процессе модификации полититаната калия в водном растворе нитрата магния происходит частичная замена ионов калия на ионы магния в межслойном пространстве ПТК.

Гранулометрический состав образцов, полученных разными методами определяли на лазерном анализаторе размера частиц Analysette 22. Результаты определения распределения частиц по размерам показали, что в исходном модифицированном полититанате

калия можно выделить три типа частиц: субмикроразмерные частицы со средним размером менее 1 мкм, частицы с размером 1-10 мкм, и частицы, размер которых более 10 мкм (рис. 2).

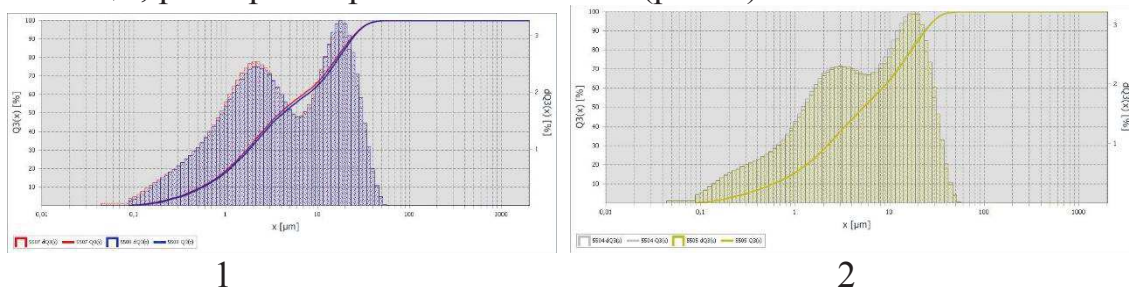


Рисунок 2 – Интегральные и дифференциальные кривые распределения частиц по размерам магнийсодержащих титанатов калия, полученных методом: 1 – твердофазного синтеза; 2 – методом модифицирования ПТК водным раствором $Mg(NO_3)_2$

Далее полученные образцы подвергали термообработке при $900^\circ C$ в течение 4 часов. Рентгеновские дифрактограммы термообработанных образцов представлены на рисунке 3.

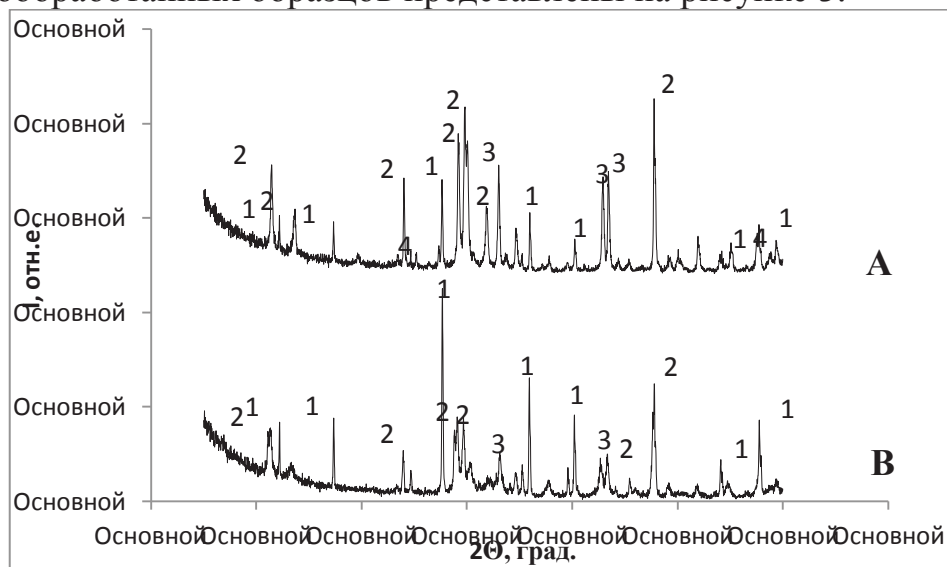
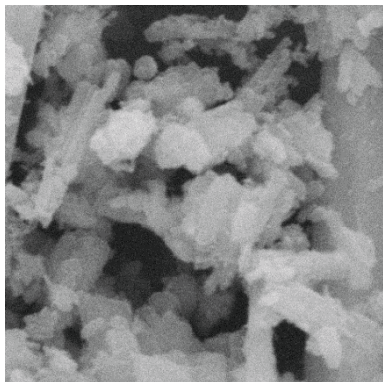


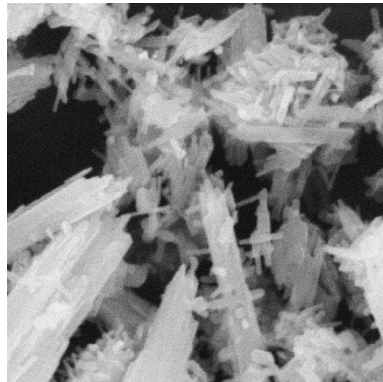
Рисунок 3 – рентгеновские дифрактограммы магнийсодержащих титанатов калия, полученных методом: А – модифицирования ПТК водным раствором $Mg(NO_3)_2$; В – твердофазного синтеза после термообработки при $900^\circ C$ (1 - $Mg_{0,77}Ti_{7,23}O_{16}$, 2 - $K_2Ti_6O_{13}$, 3 – MgO , 4 - TiO_2).

Отмечено, что термообработанные образцы представляют собой твердые растворы сложного состава, основными фазами в которых являются голландит $Mg_{0,77}Ti_{7,23}O_{16}$, гексатитанат калия $K_2Ti_6O_{13}$ с примесями MgO и TiO_2 .

Увеличение степени кристалличности образцов после термообработки подтверждается методом электронной микроскопии (рис. 4).



а



б

Рисунок 4 - Электронные микрофотографии образцов магнийсодержащих титанатов калия до термообработки (а) и после термообработки (б).

Таким образом, изменяя условия синтеза и последующей термообработки можно получать нанокompозитные материалы различного состава.

ЛИТЕРАТУРА

1. Zhongmei Yang,. Solid-State, Low-Cost, and Green Synthesis and Robust Photochemical Hydrogen Evolution Performance of Ternary TiO_2 / MgTiO_3 /C Photocatalysts. *iScience*. 2019.
2. Supriya.D.M., Rajani. M. R., A. R. Phani. Synthesis of CCTO and Doped CCTO Nanopowders and its Applications in the Field of Electronics. *Materials today: proceedings*. 2016.
3. Ling Wang, Guorui Yang, Shengjie Peng. Fabrication of MgTiO_3 nanofibers by electrospinning and their photocatalytic water splitting activity. *International Journal of Hydrogen Energy*. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2017.
4. Huifang Lou, Liqiu Wang. A novel method to synthesize well-dispersed MgTiO_3 nanoplatelets. Huifang Lou, Liqiu Wang. A novel method to synthesize well-dispersed MgTiO_3 nanoplatelets. 2015.