

СИНТЕЗ НАНОПОРОШКА ОКСИДА ЛАНТАНА (+3) ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

Целью работы являлось получение нанопорошка оксида лантана (+3) золь-гель методом и исследование его свойств.

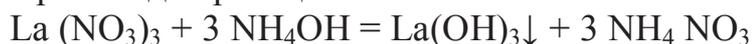
Наиболее перспективным направлением исследований в нанотехнологии является разработка и внедрение различных методик для получения наноструктурных материалов. Полученные материалы должны обладать новыми качественными характеристиками, которые зависят, в том числе и от размеров. В настоящее время наибольшее применение для нанопорошков редкоземельных металлов нашлось в композитных смесях. Благодаря тому, что все редкоземельные металлы образуют оксиды состава R_2O_3 , а часть из них имеет полиморфные модификации, что делает их устойчивыми к высоким температурам и востребованными в получении сверхпроводящей керамики [1]. Одним из приоритетных направлений использования нанопорошков является «лантановая» оптика, которая отличается такими свойствами, как химическая устойчивость, высокая температура стеклования, высокая твердость стекол.

Для синтеза нанопорошков редкоземельных металлов наибольшее внимание уделяется химическим методам, т.к. они сочетают в себе простоту исполнения синтеза, низкие экономические затраты, большой выход продукта с небольшим процентом примесей [2]. Из химических методов наиболее перспективными представляются золь-гель синтез, который предусматривает осаждение солей исходных компонентов гидроксидами, последующим превращением золя в гель дегидратацией. К недостаткам метода относится то, что синтез не обеспечивает монодисперсности частиц, так как контролировать размер и форму частиц в процессе сушки и термообработки невозможно [2]. Но в тоже время следует отметить достоинства этого метода в виде возможности получения порошков различного состава, в некоторых случаях даже тех, которые не могут сосуществовать в истинных растворах (бораты и силикаты) [3]. При этом сами порошки обладают высокой чистотой частиц. Эти преимущества позволяют внедрить его как в лаборатории, так и на предприятии.

Образцы оксида лантана (+3) получали методом осаждения в кипящем водном 0,5 М раствора нитрата лантана (+3) (ч.д.а). В

качестве осадителя использовался водный раствор аммиака (ч.д.а). К 300 мл кипящей воды приливали 20 мл 0,5 М раствора нитрата лантана (+3). После введения соли кипячение продолжали ещё 2-3 минуты. Полученный золь охлаждали до комнатной температуры, а затем к нему при перемешивании добавляли 8%-ный раствор гидроксида аммония в количестве, необходимом для полного осаждения катионов La^{3+} . При осаждении образуется мутный осадок с частичками геля.

При этом происходит реакция:



Осажденный гель перемешивали в течение 30 минут. После фильтрации гелевидные осадки промывали несколько раз дистиллированной водой до отсутствия ионов Cl^- (тест на AgNO_3) и высушивали до постоянной массы при комнатной температуре.

Конечный продукт (порошок) подвергали дополнительной термообработке обезвоженного осадка на воздухе при различных температурах от 650°C до 950°C в течение 1-5 часов.

Для определения размера полученного порошка использовали метод динамического рассеяния света с оптикой неинвазивного состояния на анализаторе размера частиц Zetasizer Nano ZSP.

Результаты измерения размера частиц оксида, приведенные на рис.1, указывают на максимальное количество частиц с размером 99,3 нм. В этом случае на порошок оксида был синтезирован гель-золь методом и нагревался при температуре 950°C в течение 1 ч.

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 1209	Peak 1: 99.3	100.0	20.76
Pdl: 0.857	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 1.06	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

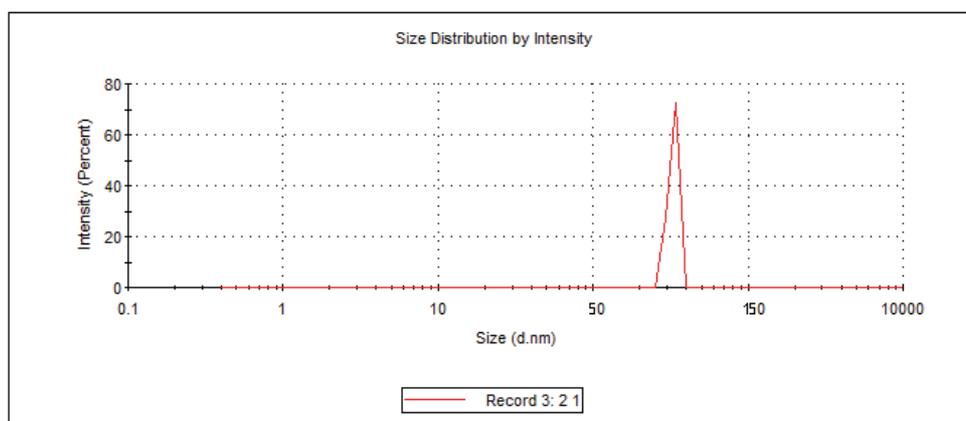


Рис.1– Размер частиц порошка оксида лантана (+3), полученного гель-золь методом, с дополнительной термообработкой при 950°C

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 2141	Peak 1: 100	100.0	18.00
Pdl: 1.000	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 1.25	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

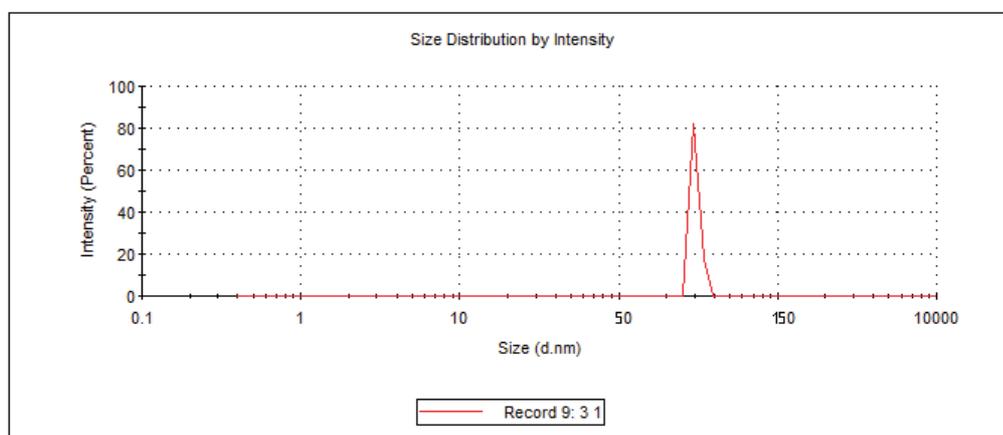


Рис.2– Размер частиц порошка оксида лантана (+3), полученного гель-золь методом, с дополнительной термообработкой при 650 °С

На рис.2 максимум размера частиц составляет 100 нм, образцы нанопорошка прокаливали при температуре 650 °С в течение 5 ч. Таким образом, можно предположить, что длительное прокаливание, наоборот, увеличивает размер частиц, т.к. при этом образуются агломераты. Установлен приемлемый режим прокаливания в течение 1 ч. при температуре 950 °С. Результаты синтеза и анализ литературных источников доказывают возможность использования золь-гель метода для получения нанопорошков. Следовательно, химические методы получения наноматериалов предполагают относительно малые энергозатраты, отсутствие необходимости в специальном и дорогом аппаратурном оформлении, что является определенным преимуществом метода. Метод является универсальным относительно других «мокрых» химических методов, так как обеспечивает достаточную чистоту продукта и строгое соблюдение размеров частиц в пределах 100 нм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Новые материалы / Под ред. Ю. С. Карабасова. М.: МИСИС, 2002.
2. Алымов М. И., Зеленский В. А. Методы получения и физико-механические свойства объемных нанокристаллических материалов. М.: МИФИ, 2005.
3. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии./Гусев А.И. -М.: Физматлит. 2009.