

СИНТЕЗ И КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА СЛОЖНЫХ ОКСИДОВ, ОБРАЗУЮЩИХСЯ В СИСТЕМЕ Dy – Sr – Fe – Co – O

Рудюк В.Д., Витушкина Т.А., Соломахина Е.Е., Урсова А.С.

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

Объектами настоящего исследования являются сложные оксиды, образующиеся в системе $\text{Dy}_2\text{O}_3 - \text{SrO} - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{CoO}$ на воздухе. Образцы были синтезированы с помощью глицерин-нитратной технологии. Для синтеза использовали оксид диспрозия Dy_2O_3 (99.99 %), карбонат стронция SrCO_3 (ос.ч.), предварительно прокаленные для удаления адсорбированной влаги и газов, оксалат железа $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ч.д.а.) и металлический кобальт Co. Металлический кобальт получали восстановлением из его оксида при 500–650 °С в токе водорода. При синтезе использовали азотную кислоту HNO_3 (квалификация ос.ч.) и глицерин (квалификация ч.д.а.).

По методике синтез осуществляли растворением навесок реагентов в азотной кислоте при нагревании. Следующим шагом было добавление эквимольного количества глицерина и дальнейшее выпаривание полученного раствора. Полученный сухой остаток медленно нагрели до температуры 1100 °С. Дальнейший обжиг образцов при получении образцов проводили при 1100 °С с промежуточным перетираем в среде этилового спирта. Заключительный отжиг проводили при 1100 °С на воздухе, с последующим медленным охлаждением со скоростью 100 °/ч.

В результате было приготовлено 8 образцов следующих составов $\text{Dy}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y\text{O}_{3-\delta}$ с $x = 0.1; 0.3; 0.5; 0.9$ и $y = 0.1; 0.2; 0.8; 0.9$. С помощью метода рентгенофазового анализа с использованием дифрактометра Inel Equinox 3000 в $\text{CuK}\alpha$ -излучении было установлено, что на воздухе однофазными являются 3 состава: $\text{Dy}_{0.9}\text{Sr}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$ (пр. гр. $Pbnm$); $\text{Sr}_{0.9}\text{Dy}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$ (пр. гр. $Pm-3m$); $\text{Sr}_{0.9}\text{Dy}_{0.1}\text{Fe}_{0.1}\text{Co}_{0.9}\text{O}_{3-\delta}$ (пр. гр. $I4/m$). Методом Ритвелда были уточнены параметры элементарной ячейки для сложного оксида $\text{Sr}_{0.9}\text{Dy}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$, который кристаллизуется в кубической ячейке пространственной группы $Pm-3m$ с параметром элементарной ячейки $a = 3.8643(1) \text{ \AA}$.

С помощью метода высокотемпературной термогравиметрии была изучена кислородная нестехиометрия для однофазных образцов. Установлено, что в образцах $\text{Sr}_{0.9}\text{Dy}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$ и $\text{Sr}_{0.9}\text{Dy}_{0.1}\text{Fe}_{0.1}\text{Co}_{0.9}\text{O}_{3-\delta}$ обмен кислородом между образцом и газовой фазой наступает при температурах выше 400 °С. В то время как для $\text{Dy}_{0.9}\text{Sr}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$ изменение массы образца практически не меняется при варьировании температуры от комнатной до 1100 °С. Путем восстановления в потоке водорода было определено абсолютное содержание кислорода при комнатной температуре для $\text{Sr}_{0.9}\text{Dy}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$ и $\text{Sr}_{0.9}\text{Dy}_{0.1}\text{Fe}_{0.1}\text{Co}_{0.9}\text{O}_{3-\delta}$, которое составило 2.79 и 2.69, соответственно. Содержание кислорода в $\text{Dy}_{0.9}\text{Sr}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$ близко к стехиометричному и равно 3.