

Синтез высокодисперсных продуктов методом Печини

Студент гр. 104110 Джураев Т.Х.
Научный руководитель – Яглов В.Н.
Белорусский национальный технический университет
г. Минск

В начале 90-х г.г. XX в. Печини предложил использовать для синтеза неорганических веществ метод, включающий предварительную стадию взаимодействия исходных компонентов в растворе. Исходными веществами для синтеза сложного оксида служили нитраты металлов, водные растворы которых смешивали в стехиометрических количествах, и добавляли в полученный раствор органическое вещество, которое должно удовлетворять двум условиям: 1) образовывать комплексные соединения с искомыми металлами; 2) являться органическим топливом. Этим требованиям хорошо удовлетворяет лимонная кислота, винная кислота, глицин. Таким образом, глицин-нитратный метод является фактически частным случаем метода Печини. В классическом случае в синтезе Печини использовалась лимонная кислота. Синтез Печини также имеет две разновидности.

В первом случае в растворы нитратов добавляют лимонную кислоту, которую тщательно перемешивают до полного растворения и раствор упаривают. Далее раствор нагревают, происходит воспламенение смеси с образованием пепла, который отжигают при более высоких температурах с промежуточными перетирами, в результате чего формируется ультрадисперсный порошок сложного оксида.

Во втором случае в раствор нитратов металлов, помимо лимонной кислоты вводят этиленгликоль. Раствор медленно упаривают до образования резиноподобного прекурсора, который затем подвергают термической обработке. В ходе синтеза металлические ионы и лимонная кислота образуют хелатные комплексы. Хелаты имеют свободные гидроксильные группы, за счет которых происходит полиэтерификация хелатов с многоатомным спиртом (этиленгликолем, например). Вследствие этого достигается равномерное распределение ионов различных металлов в резиноподобном прекурсор, при сжигании которого и последующей термообработке образуется однофазный высокодисперсный сложнооксидный продукт.

Как уже отмечалось, вместо лимонной кислоты можно использовать любое другое органическое топливо, способное образовывать комплексы с металлами. Например, в литературе имеется описание синтеза методом Печини нанокристаллического ниобата лития, где в качестве топлива использована мочеви́на. В результате синтеза, последней стадией которого был изотермический отжиг при 550 °С в течение двух часов, получен однофазный продукт с размерами частиц менее 1 мкм.

Преимущества метода Печини состоят в том, что он позволяет приготовить сложные составы, обеспечивает хорошую однородность через смешение исходных компонентов на молекулярном уровне в растворе. Этот метод позволяет контролировать стехиометрию в синтезируемых образцах, а также не требует высокой температуры для реализации процесса. Методом Печини обычно получают сложные оксидные материалы с размером частиц порядка сотен нанометров.

Метод сжигания имеет множество разновидностей. При приготовлении многокомпонентных смесей (особенно смесей различных по химической природе реагентов) могут возникать трудности с удержанием их в растворимом состоянии.

Существуют различные способы перевода всех или нескольких компонентов таких смесей в комплексные соединения с последующей сушкой и сжиганием полученных полупродуктов. Установлена возможность применения солей карбоновых кислот в целях получения оксидных материалов, что привело к созданию нового направления синтеза карбоксилатной технологии, успешно развиваемой в настоящее время и являющейся достаточно перспективной.