

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**  
**БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**  
**ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ**  
**Кафедра неорганической химии**

**Синтез ферромолибдата стронция разными методами с  
последующим их сравнением**

Дипломная работа

Студента 5 курса, 8 группы

Сонных Алексея Дмитриевича

Научный руководитель:

Ярмолич Марта Викторовна

## Реферат

Дипломная работа 46 страниц, 32 рисунка, 1 таблица, 38 литературных источника.

ДВОЙНЫЕ ПЕРОВСКИТЫ, МЕТОД ТВЕРДОФАЗНЫХ РЕАКЦИЙ, ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗ, СВЕРХСТРУКТУРНОЕ УПОРЯДОЧЕНИЕ КАТИОНОВ, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ, УЛЬТРАЗВУКОВОЕ ДИСПЕРГИРОВАНИЕ

Объектами исследования являются порошки  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$ , полученные твердофазным и цитрат-гель методами.

Цель работы заключалась в получении однофазного порошка  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  твердофазным и цитрат-гель методами, с последующим изучением их структурных и микроструктурных характеристик.

В результате выполнения дипломной работы установлена последовательность фазовых превращений при кристаллизации  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  твердофазным и цитрат-гель методами. На основании полученных результатов установлено, что для двух методов синтеза общей закономерностью является переход от кинетического режима взаимодействия к диффузионному, при котором происходит образование промежуточных продуктов реакции. Состав ферромолибдата стронция в ходе протекания химических процессов при росте температуры меняется в сторону увеличения содержания молибдена, что приводит к изменению его параметров кристаллической решетки и уменьшению объема.

При изучении микроструктуры полученных порошков  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  согласно данным СЭМ установлено наличие большой агломерации зерен с агрегатами, имеющие размер от  $\sim 0,7$  мкм до 1,2 мкм. Для разбиения агломератов были отработаны режимы ультразвукового диспергирования полученных порошков. На основании проведенного ДРС анализа установлено, что порошки SFMO после ультразвуковой обработки при  $P = 0,75P_h$  в течение 60 мин с добавлением Tween 20, полученные цитрат-гель методом, имеют дисперсность частиц на несколько порядков выше дисперсности частиц, полученных твердофазным методом.

В результате использования комбинированных режимов синтеза с последующей ультразвуковой обработкой удалось получить однофазный порошок  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  с параметрами кристаллической решетки  $a=b=5,5629\text{\AA}$ ,  $c=7,8936\text{ \AA}$ ,  $V=244,2742\text{ \AA}^3$ , с  $P=82\%$  и со средним размером зерен  $\sim 70$  нм.

## Рэферат

Дыпломная работа 46 старонак, 32 малюнкі, 1 табліца, 38 літаратурныя крыніцы.

ПАДВОЙНЫЯ ПЕРОВСКИТЫ, МЕТАД ТВЕРДОФАЗНЫХ РЭАКЦЫЙ, ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СІНТЭЗ, СВЕРХСТРУКТУРНОЕ ЎПАРАДКАВАННЕ КАТЫЁНАЎ, ФАЗАВЫЯ ПЕРАТВАРЭННЯ, УЛЬТРАГУКАВОЕ ДИСПЕРГИРОВАНИЕ

Аб'ектамі даследавання з'яўляюцца парашкі  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$ , атрыманыя твердофазным і цытрат-гель метадамі.

Мэта працы заключалася ў атрыманні аднафазнага парашка  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_6$ - $\delta$  твердофазных і цытрат-гель метадамі, з наступным вывучэннем іх структурных і микроструктурных характарыстык.

У выніку выканання дыпломнай працы ўсталяваная паслядоўнасць фазавых ператварэнняў пры кристалізацыі  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  твердофазным і цытрат-гель метадамі. На падставе атрыманых вынікаў ўстаноўлена, што для двух метадаў сінтэзу агульнай заканамернасцю з'яўляецца пераход ад кінетычнага рэжыму ўзаемадзеяння да дыфузійнага, пры якім адбываеца узнікненне прамежковых прадуктаў рэакцыі. Склад ферромолибдата стронцыю падчас праходжання хімічных працэсаў пры росце тэмпературы змяняецца ў бок павелічэння ўтрымання малібдэна, што прыводзіць да змены яго параметраў кристалічнай рапоткі і памяншэння аб'ёму.

Пры аналізу мікраструктуры атрыманых парашкоў  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  паводле дадзеных СЭМ ўстаноўлена наяўнасць вялікай агламерацыі зерня з агрэгатамі, якія маюць памер ад  $\sim 0,7$  мкм да 1,2 мкм. Для разбіцця агламератаў былі адпрацаваны рэжымы ультрагукавога дыспергавання атрыманых парашкоў. На падставе праведзенага ДРС аналізу ўстаноўлена, што парашкі SFMO пасля ультрагукавой апрацоўкі пры  $P = 0,75$  Рн на працягу 60 мін з даданнем Tween 20, атрыманыя цытрат-гель метадам, маюць дысперсных часціц на некалькі парадкаў вышэй дысперсных часціц, атрыманых твердофазным метадам.

У выніку выкарыстання камбінаваных рэжымаў сінтэзу з наступнай ультрагукавой апрацоўкай атрымалася атрымаць аднафазны парашок  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  з параметрамі кристалічнай рапоткі  $a = b = 5,5629 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,8936 \text{ \AA}$ ,  $V = 244,2742 \text{ \AA}^3$ , з  $P = 82\%$  і з сярэднім памерам зерня  $\sim 70$  нм.

## **Abstract**

Diploma work 46 pages, 33 figures, 1 table, 38 bibliographic references.

DOUBLE PEROVSKITES, SOLID-PHASE REACTION METHOD, SOL-GEL SYNTHESIS, SUPERSTRUCTURAL ORDERING OF CATIONS, PHASE TRANSFORMATIONS, ULTRASONIC DISPERSION

The objects of the study are  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  powders obtained by solid-phase and citrate-gel methods.

The goal of the work was to obtain a single-phase  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  powder by solid-phase and citrate-gel methods, followed by the study of their structural and microstructural characteristics.

As a result of the work, the sequence of phase transformations during the crystallization of  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  by solid-phase and citrate-gel methods was established. Based on the results obtained, it was found that for the two synthesis methods, a common pattern is the transition from the kinetic reaction mode to the diffusion mode, in which the formation of intermediate reaction products occurs. The composition of strontium ferromolybdate during the course of chemical processes with an increase in temperature changes towards an increase in the molybdenum amount, which leads to a change in its crystal lattice parameters and a decrease in volume.

When studying the microstructure of the obtained  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  powders, according to SEM data, the presence of a large agglomeration of grains with aggregates ranging in size from  $\sim 0.7$  microns to  $1.2$  microns was established. For the separation of agglomerates, the ultrasonic dispersion of the obtained powders was performed. Based on the DRS analysis, it was found that SFMO powders after ultrasonic treatment at  $P = 0.75 P_n$  for 60 minutes with the addition of Tween 20, obtained by the citrate-gel method, have a particle dispersion several orders of magnitude higher than the dispersion of particles obtained by the solid-phase method.

As a result of using combined synthesis modes with subsequent ultrasonic treatment, it was possible to obtain a single-phase  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6-\delta}$  powder with crystal lattice parameters  $a=b=5.5629\text{\AA}$ ,  $c=7.8936\text{\AA}$ ,  $V=244.2742\text{\AA}^3$ , with  $P=82\%$  and with an average grain size of  $\sim 70$  nm.