

## Список литературы

1. Уваров Н.Ф. Композиционные твердые электролиты. – Новосибирск: Изд-во Сибирского отделения РАН, 2008. – С.254.
2. Нейман А.Я., Пестерева Н.Н., Zhou Ю.У., Нечаев Д.О. и др. // *Электрохимия*, 2013. – Т.49. – №7. – С.999.
3. Калинина Л.А., Широкова Г.И., Мурин И.В., Ушакова Ю.Н. и др. // *Журнал прикладной химии*, 2000. – Т.73. – №8. – С.1324.
4. Калинина Л.А. Дисс. ... к.х.н. – М.: МГУ, 1976. – 152с.

## МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ МОНОНИТРИДА НИОБИЯ СЖИГАНИЕМ СМЕСИ НАНОПОРОШКА АЛЮМИНИЯ С ПЕНТАОКСИДОМ НИОБИЯ В ЖИДКОМ АЗОТЕ

А.О. Чудинова

Научный руководитель – д.ф.-м.н., профессор А.П. Ильин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, chudinova.1509@mail.ru

Уникальными физико-техническими свойствами обладают нитриды ряда элементов (Si, Al, Ta, Nb, В и др.). Такие соединения могут обеспечить значительные экономические эффекты, однако их применение сдерживается из-за отсутствия недорогих технологий производства, а также качественных порошков нитридов. Поэтому вопросы, связанные с поиском и применением нетрадиционных сырьевых материалов приобретают особую актуальность.

Нитрид ниобия обладает высокой твердостью, не растворяется в «царской водке», что делает его отличным материалом для перспективных применений. С одной стороны, эта высокая твердость приводит к преимуществам высоких химической, термической и механической прочности, а с другой стороны, высокая твердость затрудняет контроль структуры продуктов и процесса его синтеза (износ при переработке) [1, 2].

Целью настоящей работы являлось получение тугоплавкого нитрида ниобия синтезом сжиганием смесей нанопорошка алюминия с пентаоксидом ниобия в среде жидкого азота.

Для изучения термических характеристик исходных смесей и продуктов сгорания подвергали дифференциально-термическому анализу (ДТА) (термоанализатор Q600 STD) [3–5]. С помощью ДТА определяли параметры химической активности: температура начала окисления ( $t_{но.}$ , °С), максимальная скорость окисления ( $v_{max}$ , мас.%/с), степень окисленности ( $\alpha$ , %), удельный тепловой эффект окисления (Дж/г). Для выполнения качественного и количественного фазового анализа использовали дифрактометр «Дифрей-401». Обработку рентгенограмм

проводили по стандартному методу сравнения рефлексов с данными картотеки ASTM (Американское общество испытаний материалов) с рефлексами исследуемого материала [6].

Согласно полученным результатам РФА основным продуктом сгорания в жидком азоте является кристаллическая фаза нитрида ниобия ( $Nb_2N$ ). На рисунке 1 представлена рентгенограмма продуктов сгорания смесей нанопорошка алюминия с пентаоксидом ниобия в среде жидкого азота с массовым соотношением НП  $Al:Nb_2O_5=3:1$ .

При горении смесей нанопорошка алюминия с пентаоксидом ниобия в жидком азоте в промежуточных продуктах горения в качестве основной фазы являлся нитрид ниобия. Макси-

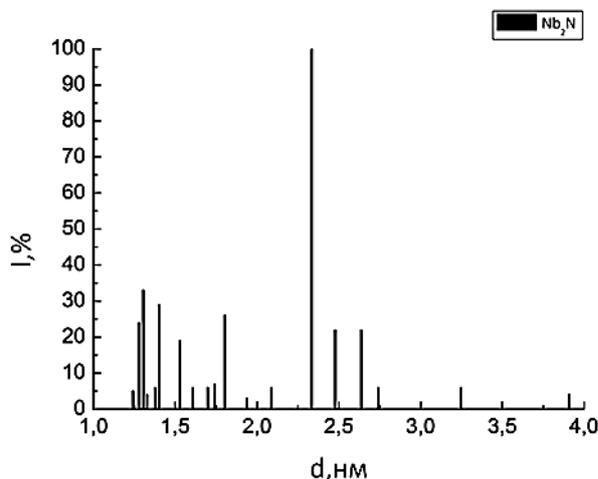


Рис. 1. Рентгенограмма продуктов сгорания смесей нанопорошка алюминия с пентаоксидом ниобия в среде жидкого азота (массовое соотношение НП  $Al:Nb_2O_5=3:1$ )

мальный выход нитрида ниобия  $Nb_2N$  в продуктах сгорания смеси нанопорошка алюминия с

пентаоксидом ниобия в уплотненном состоянии в среде жидкого азота, достигала 100 мас. %.

### Список литературы

1. Самсонов Г.В., Кулик О.П., Полищук В.С. *Получение и методы анализа нитридов.* – Киев: Наук. думка, 1978.
2. Nobuzo Terao. *Structure des Nitrures de Niobium.* *Jap. J. of applied physics*, 1965. – Vol.64. – №5. – P.353–367.
3. Уэндландт У. *Термические методы анализа.* – М.: Мир, 1978. – 218с.
4. *Passivation process for superfine aluminum powders obtained by electrical explosion of wires* / Y.S. Kwon, A.A. Gromov, A.P. Ily in, G.H. Rim // *Applied Surface Science*, 2003. – Vol.211. – №1–4. – P.57–67.
5. *Химия синтеза сжиганием: пер. с яп.* / Под ред. М. Коидзуми. – М.: Мир, 1998. – 247с.
6. Ковба Л.М., Трунов В.К. *Рентгенофазовый анализ.* – М.: МГУ, 1976. – 232с.

## ВАНАДИЙЦИРКОНОВЫЕ ПИГМЕНТЫ НА ОСНОВЕ АКТИВИРОВАННОГО В ПЛАЗМЕ ЦИРКОНА

Ш.М. Шарафеев

Научный руководитель – д.т.н., профессор В.М. Погребенков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, sms4@tpu.ru

Керамические пигменты на основе структуры силиката циркония известны уже достаточно давно, их основными достоинствами является исключительная стойкость к действию глазурей и высоких температур. На данный момент разработаны различные способы синтеза цирконовых пигментов на основе синтетического и природного сырья, которые соответственно требуют использования дорогостоящих химических реагентов высокой чистоты или высоких температур при обжиге. Одними из наиболее распространенных окрашенных материалов на основе решетки силиката циркония являются ванадийцирконовые пигменты зеленого и синего цвета.

Для синтеза материалов на основе силиката циркония, в том числе керамических пигментов, перспективным является использование продукта плазменной обработки природного циркона [1]. Циркон, активированный в плазме, представляет собой сферические частицы, состоящие из зерен моноклинного диоксида циркония, соединенных между собой стеклообразным кремнеземом. Особый интерес также представляет дополнительная активация такого материала с помощью его обработки небольшим количеством гидрофторидом аммония (ГДФА) [2]. ГДФА взаимодействует преимущественно с диоксидом кремния, что приводит к образованию гексафторосиликата аммония, сублимация которого приводит к разрушению

отдельных зерен материала и его активации в твердофазных процессах.

Методика фторидной активации плазмодиссоциированного циркона включала его измельчение, смешение с ГДФА, термообработку при 180 °С для проведения реакции фторирования с последующим нагревом при 400 °С для удаления летучих продуктов фторирования. Для синтеза пигментов в полученные материалы вводился оксид ванадия путем его осаждения из раствора метаванадата аммония азотной кислотой. Полученные материалы обжигались в электрической печи при различных температурах с четырехчасовой выдержкой.

Анализ материалов проводился на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М, термическом анализаторе ДСК/ТГ Netzsch Sta 449 F3 Jupiter и сканирующем электронном микроскопе JEOL JSM 6000.

Синтез зеленых пигментов проводился в диапазоне температур 1100–1500 °С в отсутствие минерализаторов. Фазовый состав образцов представлен твердым раствором  $V-ZrSiO_4$  и небольшим количеством диоксида циркония, количество которого составляло 12–15 % (расчеты количества  $ZrO_2$  велись по методике, предложенной в [3]). Увеличение температуры обжига приводило к более интенсивному зеленому цвету пигментов за счет увеличения концентрации ионов ванадия в решетке циркона, а также с бо-