

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ α -MoO₃ И h -MoO₃ МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ОСАЖДЕНИЯ

Троицкая И.Б., Кидяров Б.И., Гаврилова Т.А., Покровский Л.Д., Атучин В.В.

Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск
troitskaia@thermo.isp.nsc.ru.

В данном сообщении представлен химический способ получения гексагональных наностержней фазы h -MoO₃ и плоских нанопланок фазы α -MoO₃, включающий последующую термообработку осажденного продукта.

Хорошо окристаллизованные плоские нанопланки α -MoO₃ длиной <10 мкм и шириной ~200 нм приготовлены разложением при $T = 450^\circ\text{C}$ кристаллов прекурсора, полученных осаждением из раствора парамолибдата аммония муравьиной кислотой (рис. 1). Процесс осаждения осуществлялся при комнатной температуре и $\text{pH} = 1$. Продукт отмывался от маточного раствора ацетоном, так как он растворялся в воде и этаноле, сушился при комнатной температуре и прокаливался со скоростью подъема температуры $10^\circ\text{C} / \text{мин}$. Методами РФА и ПЭМ установлена α -фаза MoO₃ (JCPDS No 5-0508) продукта после прокалки при $T = 450^\circ\text{C}$. Методами КР- и ИК-спектроскопии изучена роль термообработки в формировании кристаллов и их агрегации. Микроморфология частиц исследована методом РЭМ (Рис.1). Методом термографического анализа на установке «Poulik-Poulik» при прокалке осажденного прекурсора в атмосфере воздуха до $T = 500^\circ\text{C}$ со скоростью подъема температуры $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ установлено содержание в нем летучих компонентов $C = 9,5\%$ и определены температуры двухстадийного превращения прекурсора в α -MoO₃: $T_1 = 205^\circ\text{C}$ и $T_2 = 255^\circ\text{C}$. Полученные таким путем нанокристаллы имеют развитую поверхность и высокое содержание поверхностных атомов кислорода.

Монокристаллы гексагональной модификации h -MoO₃ осаждали азотной кислотой при нормальном давлении и $\text{pH} = 1$ из водного раствора молибдата аммония при $\text{pH} = 10$ и $T = 80^\circ\text{C}$. Белый кристаллический осадок отмывали дистиллированной водой и сушили на воздухе при $T = 21^\circ\text{C}$. Методом растровой электронной микроскопии на установке LEO 1430 (рис. 2.а) показано, что в результате получены шестигранные наностержни с габитусом 1:20, характерной длиной 10 мкм и сечением ~500 нм.

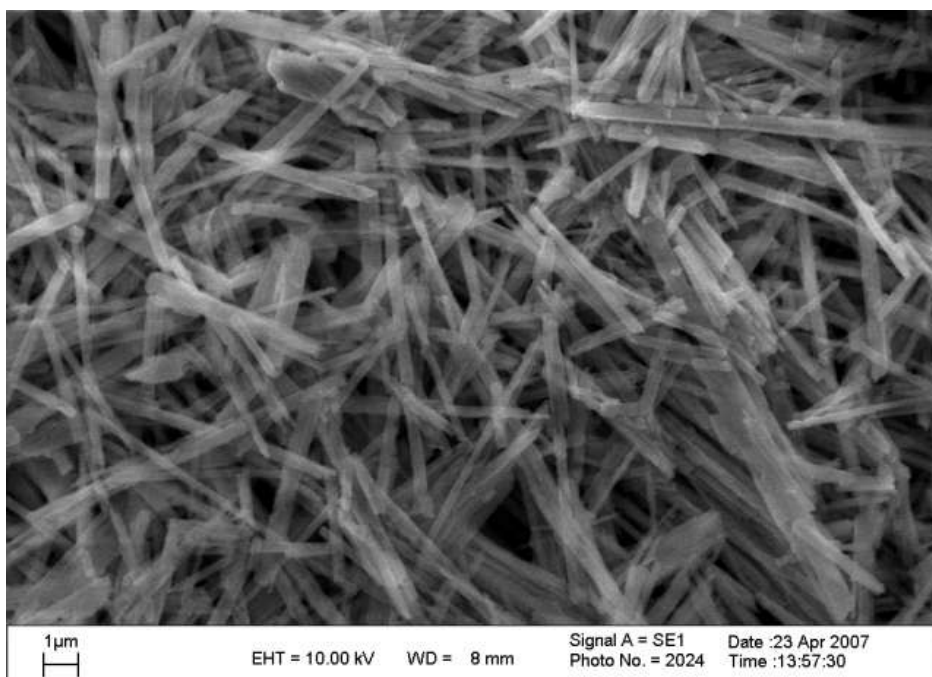


Рис.1. Микроморфология нанопланок α -MoO₃.

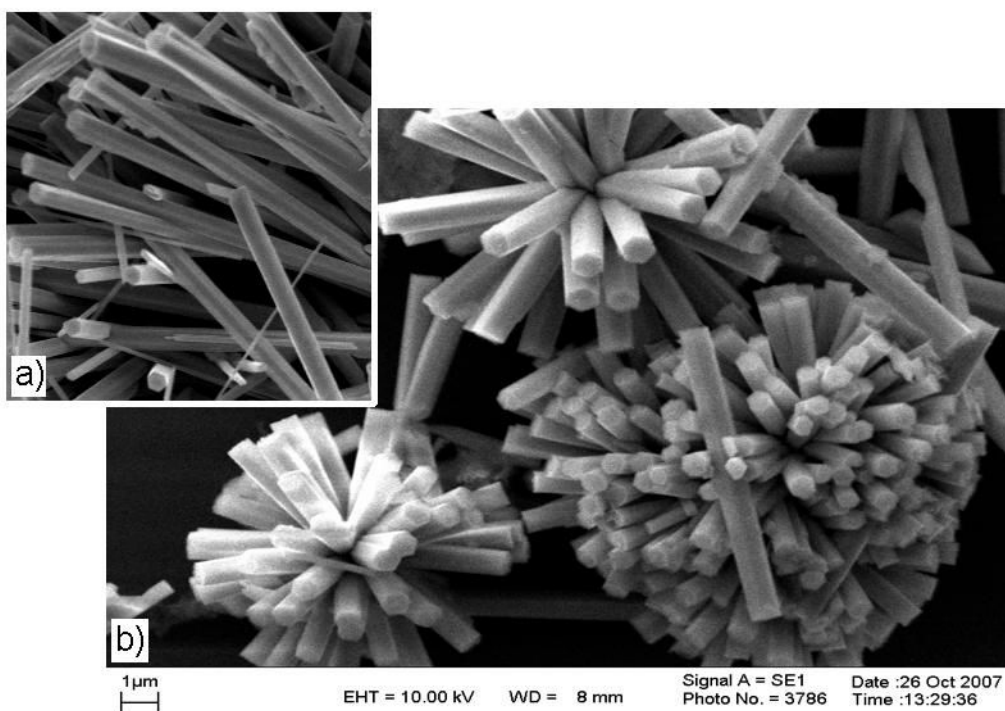


Рис.2. Микроморфология нанокристаллов h -MoO₃: а). – стержни h -MoO₃; б). – агломераты наночастиц.

Методами рентгенофазового анализа на дифрактометре «Bruker, X8APEX» и просвечивающей электронной микроскопии на приборе BS513A установлено, что фазовый состав полученных кристаллов соответствует фазе h -MoO₃ (JCPDS 21-569). Получены и интерпретированы ИК- и КР-спектры синтезированного продукта. Обнаружено, что в ИК-спектре наблюдается неизвестная ранее для

оксидов молибдена интенсивная компонента при $\nu = 1087 \text{ см}^{-1}$. При высушивании частиц на поверхности кремниевой подложки наблюдается агрегация нанокристаллов в ежи (рис. 2.б). Предложенный метод позволяет синтезировать гексагональные наностержни $h\text{-MoO}_3$, отличающиеся выраженной огранкой и однородностью геометрических параметров. Установлено, что выбранные условия синтеза необходимы и достаточны для формирования равновесной стержневой формы кристаллов при кристаллизации в маточном растворе. Исследовано влияние температуры и времени кристаллизации, а так же воздействия ультразвука на размер, фазовый состав и микроморфологию наночастиц.