

СТРУКТУРА И МИКРОМОРФОЛОГИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ОКСИДОВ ГЕРМАНИЯ И ТИТАНА

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.

Разработка эффективных методов синтеза нанопорядоченных оксидов германия и титана с заданным фазовым составом представляет особый интерес, так как оптические, электронные, каталитические и сенсорные характеристики данных оксидов существенно зависят от кристаллографических характеристик, размера и формы их частиц. В работе представлен жидкостной низкотемпературный метод синтеза наноструктурированных фаз оксида германия GeO_2 со структурой типа α -кварца и оксида титана TiO_2 (рутил).

Кристаллы синтезированы осаждением азотной кислотой при $\text{pH} = 1$ и $T = 100 \pm 5^\circ\text{C}$ из водного раствора германата или титаната аммония. Методом растровой электронной микроскопии на приборе LEO 1430 установлено, что в случае с GeO_2 полученный осадок представляет собой моноразмерные нанокристаллы ~ 500 нм с габитусом 1:1 и равновесной формой (рис. 1.а), а при синтезе TiO_2 (рутил) - моноразмерные сферические частицы диаметром ~ 30 нм с развитой нанопористой структурой, которые при контакте с водой делятся на отдельные сегменты (рис. 2.б). Детальное исследование показало, что размер пор составляет ~ 10 нм. Методами рентгенофазового анализа на дифрактометре «Bruker, X8APEX» и просвечивающей электронной микроскопии на приборе BS513A установлено, что фазовый состав полученных кристаллов соответствует фазе β - GeO_2 со структурным типом α -кварца ($P3_221$, PDF 43-1016, рис. 1.б) и TiO_2 со структурным типом рутил ($P4_2/mnm$, PDF 21-1276, рис. 2.б). На основе анализа полос ИК- и КР-спектров выявлено, что полученные материалы не содержат кристаллизационной воды или связанных гидроксильных групп.

На основании установленных характеристик синтезированных материалов и анализа конкретных условий образования данных фаз предложен механизм формирования нанокристаллов GeO_2 и наноструктурированного TiO_2 . Применимость разработанной методики для синтеза других оксидов продемонстрирована на примере MoO_3 и WO_3 . Метод отличается высокой воспроизводимостью структурных характеристик продуктов, не требует применения дополнительных высокотемпературных обработок и повышенных давлений. Таким образом, представлен жидкостный метод получения β - GeO_2 и TiO_2 (рутила) при температуре $T = 100 \pm 5^\circ\text{C}$.

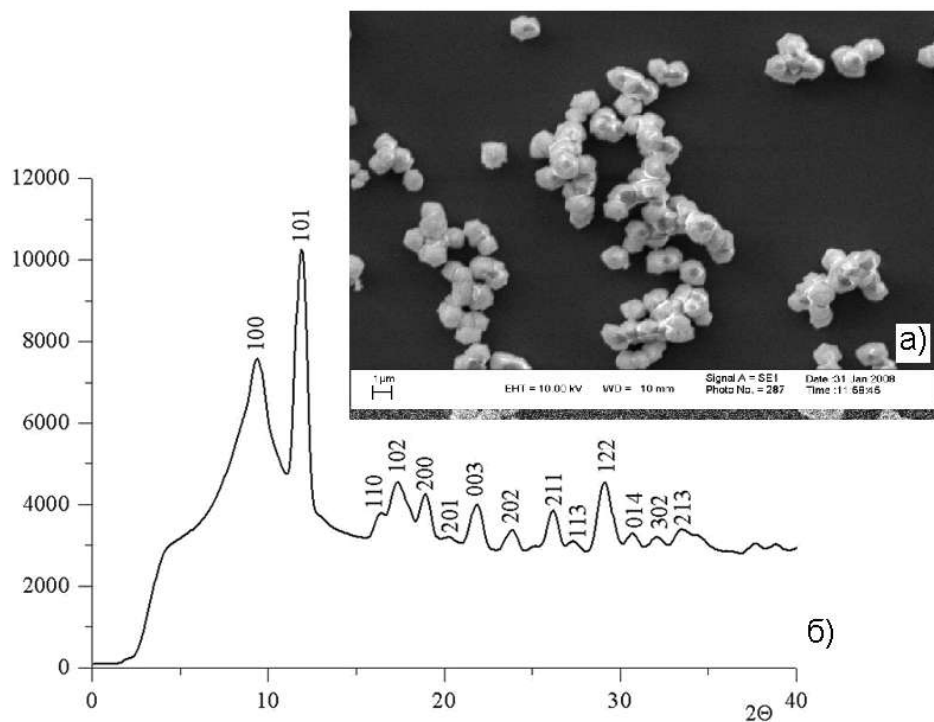


Рис.1. Нанокристаллы ацентричной β -модификации GeO_2 : а) – РЭМ изображение, шкала – 1 мкм; б) – рентгенограмма образца.

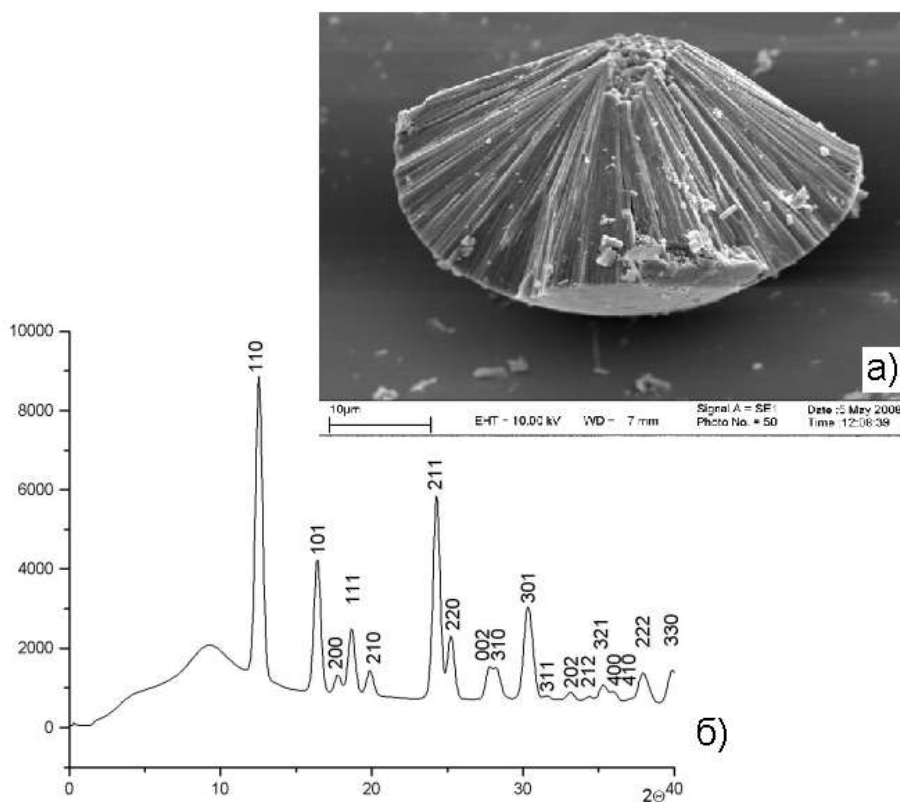


Рис.2. Наноструктурированные кристаллы TiO_2 (рутил): а) – РЭМ изображение, шкала – 10 мкм. б) – рентгенограмма образца.