

СИНТЕЗ СОЕДИНЕНИЙ SrDyAgS_3 И EuHoAgS_3 СУЛЬФИДИРОВАНИЕМ СОКРИСТАЛЛИЗОВАННЫХ СУЛЬФАТОВ

Русейкина А.В., Пинигина А.И., Григорьев М.В., Кольцов С.И.

Институт химии, Тюменский государственный университет, 625049, Тюмень, Семакова 10,
e-mail: adeschina@mail.ru

Соединения ALnAgS_3 перспективны для применения в качестве люминофоров, полупроводников и неметаллических ферромагнетиков, оптических материалов.

Сульфиды SrDyAgS_3 и EuHoAgS_3 получали ступенчатым высокотемпературным сульфидированием сокристаллизованных сульфатов в потоке H_2S и CS_2 . Сокристаллизованную сульфатную смесь готовили из стехиометрических количеств Ag , SrCO_3 (Eu_2O_3), Ln_2O_3 ($\text{Ln} = \text{Dy}$, Ho), которые предварительно растворяли в 70 % HNO_3 при 70-90 °С, осаждали 95% H_2SO_4 (избыток 5-10 масс. %). Раствор с осадком выпаривали при 80-110 °С, порошок отжигали при 500 °С в течение 7 ч. и растирали до дисперсности менее 60 мкм. Согласно РФА, полученная сульфатная смесь состоит в основном из сложных сульфатов $\text{AgLn}(\text{SO}_4)_2$, SrSO_4 . В процессе сульфидирования согласно ИК-спектроскопии после 45 мин синтеза наблюдается резкое уменьшение содержания сульфатных групп в образце, по данным РЭМ происходит изменение формы и размера зерен исходной шихты (рис.), результаты энергодисперсионного анализа свидетельствуют об уменьшении содержания кислорода в образцах и увеличении серы. Синтез включал несколько этапов перетирания получаемого продукта.

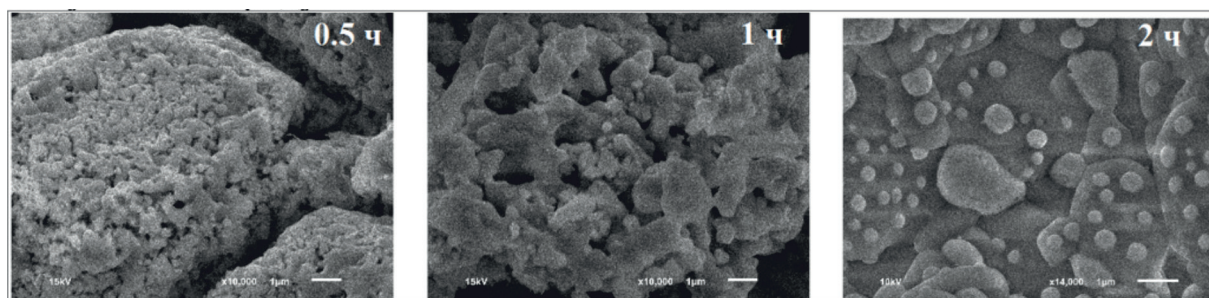


Рисунок 1. Электронные микрофотографии поверхности образцов в зависимости от времени сульфидирования.

Однофазные образцы моноклинной сингонии структурного типа BaErAgS_3 : SrDyAgS_3 с параметрами э.я.: $a = 17.39$; $b = 3.961$; $c = 8.349 \text{ \AA}$, $\beta = 104.7^\circ$ и EuHoAgS_3 : $a = 17.173$, $b = 3.937$, $c = 8.290 \text{ \AA}$, $\beta = 103.9^\circ$ получены в результате синтеза сначала при 600 °С в течение 2-3 ч., а затем при 700-900 °С в течение 90-50 ч. Результаты рентгеноспектрального микроанализа совпадали с теоретическими значениями в пределах погрешности измерений 0.2 масс. %.