

Н. А. Ломанова (✉)

ФГБУН «Физико-технический институт имени А. Ф. Иоффе»,
Санкт-Петербург, Россия

УДК 549.641:615.453.2]:669.334.962

СИНТЕЗ И ТЕРМИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ НАНОКЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$

Описан процесс формирования нанокерамического материала на основе слоистого перовскитоподобного сложного оксида $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ со структурой фаз Ауривиллиуса, полученного методом химического соосаждения. Определены температуры начала формирования, начала разложения, активации спекания, а также значение ТКЛР. Установлены технологические параметры синтеза, позволяющие получить материал с высоким выходом целевого продукта и варьировать размер кристаллитов в диапазоне 70–85 нм.

Ключевые слова: слоистые перовскитоподобные оксиды, фазы Ауривиллиуса, нанокристаллы, термическое поведение, спекание.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время слоистые перовскитоподобные соединения $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ со структурой фаз Ауривиллиуса во многих исследованиях указываются как перспективные материалы для магнитоэлектроники, фотокатализа, фото-вольтаики [1–8].

Соединения $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ реализуются в бинарном разрезе $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ – BiFeO_3 системы Bi_2O_3 – TiO_2 – Fe_2O_3 . Элементарная ячейка фаз Ауривиллиуса представляет собой чередующиеся висмут-кислородные слои состава $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ и перовскитоподобные блоки (ППБ) состава $(\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+1})^{2-}$ с различным числом слоев m на основе ортоферрита висмута (BiFeO_3). Величина m может принимать целые или дробные значения. Дробные значения m имеют структуры, в которых чередуются ППБ с разным количеством слоев [3]. Одним из таких соединений является $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$, структура которого характеризуется чередованием 5 и 6 слоев в ППБ, т. е. средним значением $m = 5,5$. Присутствие высокотемпературного мультиферроика BiFeO_3 в структуре $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ обуславливает возможность их аналогичного использования [4]. Поскольку для макрокристаллического BiFeO_3 характерны метастабильность при повышении

температуры и узкая область устойчивого существования [9, 10], это сказывается на устойчивости фаз Ауривиллиуса. Особенно это касается многослойных соединений $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$, в ППБ которых более 60 мол. % BiFeO_3 , и резкое уменьшение их устойчивости происходит вблизи значения $m = 5,5$ [11, 12]. Согласно анализу фазовой диаграммы системы $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ – BiFeO_3 в области значений $m > 5$ наблюдается резкое снижение температуры перитектического разложения соединений $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ [11]. Установлено [6, 13–19], что некоторые функциональные характеристики поликристаллических керамических материалов на основе этих соединений, такие как механизм проводимости, магнитный отклик, характер спекания, также изменяются при $m = 5 \div 6$.

Термическое поведение и физические свойства керамического материала на основе соединения $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ описаны в публикациях [13, 14, 19, 20]. Это соединение имеет высокую температуру перехода в сегнетоэлектрическое состояние (точка Кюри, $T_C = 930$ К [20]) и температуру магнитного упорядочения (точка Нееля) $T_N = 175$ К [13]. Таким образом, сложный оксид $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ представляет интерес с фундаментальной точки зрения как, возможно, последний наиболее устойчивый компонент гомологического ряда $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$, а с практической стороны — как функциональный материал, в частности высокотемпературный мультиферроик.

Как правило, материалы на основе $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$, как и другие многослойные фазы Ауривиллиуса $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$, синтезируют методом твердофазного синтеза при достаточно



Н. А. Ломанова

E-mail: natus@mail.ioffe.ru

высоких температурах [3, 5–7, 11–16, 20–22]. Зачастую это приводит к испарению оксида висмута и появлению примесных фаз [18, 20, 21]. Увеличения скорости формирования $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ и получения материала с большим выходом целевого продукта можно ожидать при уменьшении размерного состояния реагентов и продуктов реакции, а также увеличении поверхности их контакта [23].

О получении нанокристаллов многослойных фаз Ауривиллиуса $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ в настоящее время существуют единичные публикации (см., например, [8, 24–27]). Сложность получения этих материалов в однофазном состоянии может объясняться возможностью образования при их синтезе большого числа фаз разных структурных типов на основе системы $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{--Fe}_2\text{O}_3\text{--TiO}_2$. Поэтому определение оптимальных технологических параметров синтеза этих веществ в условиях «мягкой химии» является актуальной задачей. В настоящей статье рассмотрены особенности синтеза, термического поведения и спекания нанокерамического материала на основе соединения $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$. Полученные результаты могут быть использованы в технологии направленного синтеза нанокристаллических мультиферроиков.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исходных реагентов использовали нитраты висмута $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и железа (III) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ квалификации ч. и изопропоксид титана $\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]$ (97 %). Нитраты растворяли в разбавленной азотной кислоте концентрации 0,1 М. Изопропоксид титана растворяли в этиловом спирте для устранения преждевременного гидролиза и при постоянном перемешивании добавляли к раствору нитратов до соотношения, отвечающего стехиометрии $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$. Полученный раствор вливали в 25 %-ный водный раствор аммиака с поддержанием $\text{pH} > 8$. Соосажденную смесь промывали дистиллированной водой, затем осадок высушивали. Полученный образец термообработывали в диапазоне 400–850 °С в режиме нагрев – изотермическая выдержка – охлаждение с изотермической выдержкой 1 ч.

Микроструктуру и элементный состав определяли методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионного микроанализа (сканирующий электронный микроскоп FEI Quanta 200 с приставкой EDAX). Фазовый состав определяли по данным рентгеновской дифракции (дифрактометр Shimadzu XRD-7000, излучение Cu K_α). Параметры элементарной ячейки рассчитывали с использованием программного комплекса PDWin 4.0. Размеры кристаллитов определяли с использованием формулы Шеррера.

Термическое поведение исследовали методом синхронного термического анализа, включающего дифференциально-сканирующую калориметрию (ДСК) и термогравиметрию (ТГ), в диапазоне 40–1230 °С на воздухе (анализатор STA 429 фирмы Netzsch, скорость нагрева 20 °С/мин). Изменение линейного размера образца определяли методом дилатометрии (дилатометр DIL 402 Е фирмы Netzsch, скорость нагрева 10 °С/мин). Использовали образец в виде таблетки диаметром 5 и толщиной 3 мм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 показаны дифрактограммы образцов после разных этапов синтеза. После термообработки при 400 °С в образце присутствует только рентгеноаморфное вещество. При повышении температуры до 450 °С доля рентгеноаморфной фазы уменьшается и появляются рефлексы кристаллической фазы. Установлено [28–30], что начало формирования сложных перовскитоподобных висмутсодержащих оксидов в условиях «мягкой химии» начинается при переходе поверхностной фазы частиц, состоящей преимущественно из оксида висмута, в жидкоподобное состояние при (450 ± 50) °С [33]. На кривой ДСК (рис. 2, а) фиксируется экзотермический пик с

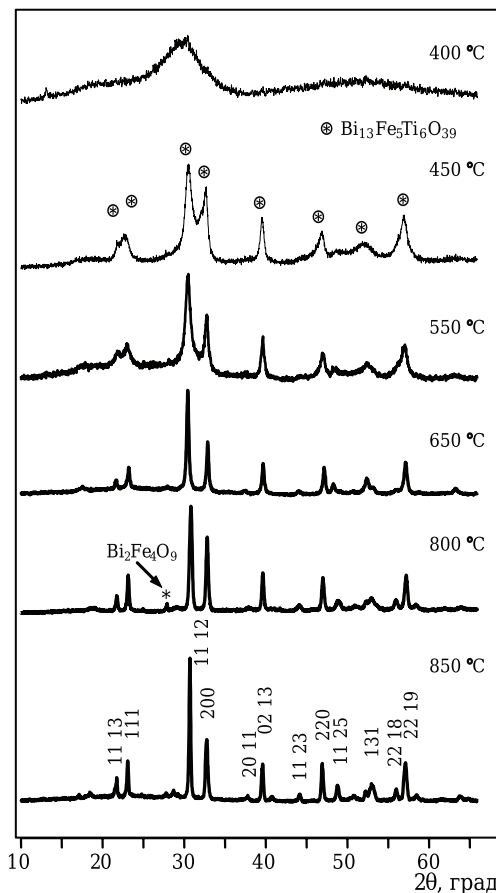


Рис. 1. Дифрактограммы образцов на разных стадиях синтеза

началом при температуре около 430 °С, наблюдающийся после небольшой потери массы на кривой ТГ и соответствующий началу формирования нанокристаллов $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$. На кривой охлаждения этот эффект, по-видимому, повторяется при (570 ± 5) °С.

Резкое уменьшение доли рентгеноаморфной фазы наблюдается на дифрактограммах после термообработки образца при 650 °С. При этом до 800 °С появления других кристаллических фаз в реакционной системе не наблюдается и это свидетельствует, что аморфное вещество практически полностью расходуется на формирование целевого продукта $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$. При 800 °С на дифрактограмме фиксируется слабый рефлекс при $2\theta = 27,9$ град, который практически исчезает при 850 °С. Судя по положению рефлекса и температурному диапазону существования этой фазы, его можно отнести к $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$ (ICDD 46-416). Таким образом, согласно данным РФА, термообработка при 650 и 850 °С приводит к получению материала с высоким выходом целевого продукта и средним размером кристаллитов 70–85 нм. Параметры элементарной ячейки основной фазы $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ и характеристики материала после синтеза при этих температурах приведены в таблице. Видно, что элементный состав образцов соответствует задаваемому стехиометрией, а структурные параметры (объем элементарной ячейки) хорошо согласуются с известными для макрокристаллического $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ [20] (см. таблицу).

Особенности формирования полученного материала иллюстрирует рис. 3, на котором показаны сравнительные данные роста доли α кристаллической фазы $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ и относительного среднего объема кристаллитов ($v = (d/d_{\text{max}})^3$) при повышении температуры синтеза. Различие величин α и v при температурах ниже 650 °С показывает, что на начальных стадиях синтеза доминирует процесс зародышеобразования. Средний размер кристаллитов после термообработки при 450 °С составляет (30 ± 5) нм. Выше 650 °С образование $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ происходит за счет роста кристаллитов при кристаллизации на них рентгеноаморфного вещества.

Данные ДСК/ТГ показывают, что в диапазоне 500–800 °С заметных фазовых превращений в образце не происходит (рис. 2, а). При (823 ± 5) °С на кривой ДСК присутствует эндотермический пик. Поскольку ППБ многослойных фаз Ауривиллиуса ($m > 5$) содержит более 60 мол. % ортофер-

рита висмута (BiFeO_3), этот термический эффект обычно приписывают его точке Кюри (830 °С [9]). Интенсивный эндотермический эффект сложной формы около (980 ± 5) °С соответствует температуре начала перитектического разложения

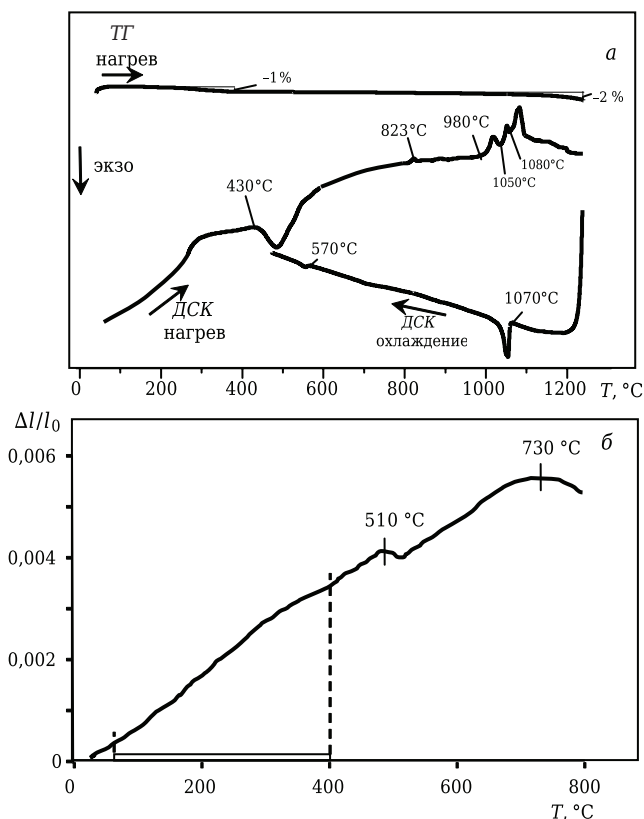


Рис. 2. Термограммы ДСК/ТГ образца исходной смеси (а) и dilatометрическая кривая образца после термообработки при 450 °С (б)

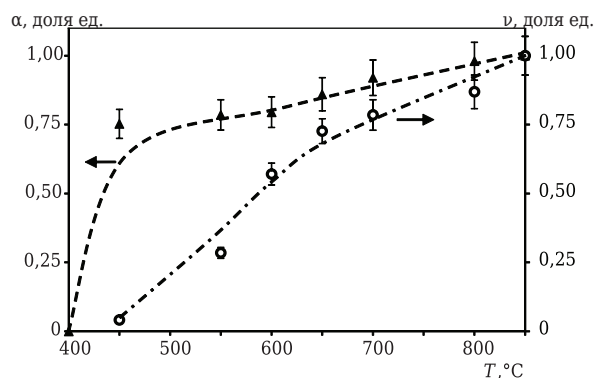


Рис. 3. Зависимости доли кристаллической фазы α и относительного объема кристаллитов v в образце от температуры синтеза T

Характеристики материала на основе нанокристаллов $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$

$T_{\text{синт}}, ^\circ\text{C}$	Состав по данным EDX-анализа	$V, \text{\AA}^3$	$d, \text{нм}$	$\rho_{\text{крд}}, \text{г/см}^3$	$\rho_{\text{теор}}, \text{г/см}^3$	$T_m, ^\circ\text{C}$	ТКЛР, 10^{-6} К^{-1}
650	$\text{Bi}_{13,5 \pm 0,4}\text{Fe}_{4,9 \pm 0,3}\text{Ti}_{6,3 \pm 0,4}\text{O}_{40,2}$	1592	(70 ± 5)	8,4	—	—	—
850	$\text{Bi}_{13,1 \pm 0,3}\text{Fe}_{4,9 \pm 0,2}\text{Ti}_{6,1 \pm 0,2}\text{O}_{39,2}$	1595	(85 ± 5)	8,2	8,0	980	(10 ± 1)
850*	—	1598	$>> 100$	8,1	—	990	7*

* По данным [20].

T_m , и она согласуется с известной для макрокристаллического $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ ($T_m = 990^\circ\text{C}$ [11]). Как установлено в предыдущих работах [11, 20], для многослойных соединений $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ ($m > 5$) он представляет собой последовательное разложение на соединения того же гомологического ряда с меньшим числом слоев. На кривых ДСК таких веществ в высокотемпературной области присутствуют термические эффекты, принадлежащие фазам Ауривиллиуса с $m < 5$. В данном случае эндотермические эффекты при (1050 ± 5) и $(1080 \pm 5)^\circ\text{C}$, предположительно, могут принадлежать переменнo-слоиным фазам с $m = 3,5$ ($T_m = 1090^\circ\text{C}$ [20]) и $m = 4,5$ ($T_m = 1080^\circ\text{C}$ [20]). Самый интенсивный из них повторяется на кривой охлаждения образца.

Спекание и термомеханические характеристики определяли на образце, термообработанном при 450°C , т. е. с минимальным размером кристаллитов. Кривая линейного термического расширения $\Delta l/l_0$ показана на рис. 2, б. Можно видеть, что характер спекания образца изменяется при 510 и 730°C . Как показано выше, первая температура коррелирует с началом плавления поверхностной фазы нанокристаллов, которые при этой температуре начинают спекаться. На микрофотографии СЭМ образца после обработки при 450°C (рис. 4, а) видно, что на этой стадии синтеза образец состоит из рыхлых агломератов частиц. При повышении температуры они спекаются в зерна с более четкими границами,

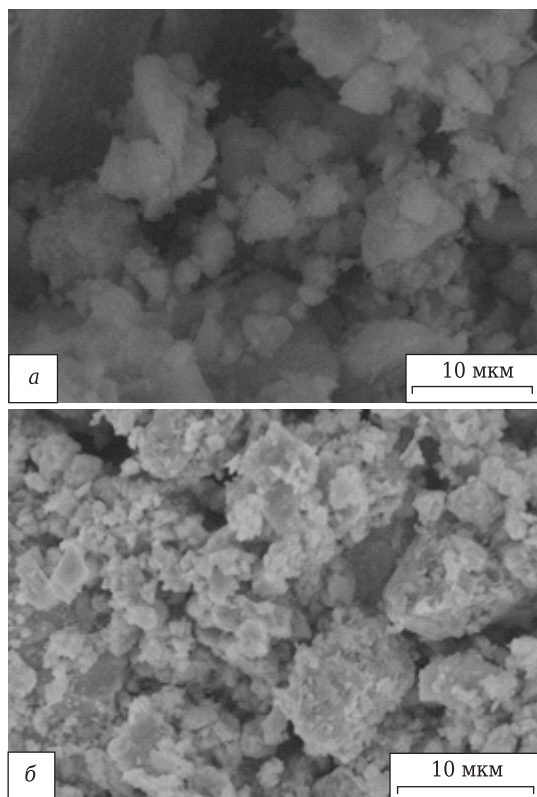


Рис. 4. Микрофотографии СЭМ образца после термообработки при 450°C (а) и 850°C (б)

что сопровождается максимумом на кривой $\Delta l/l_0$ при 730°C . Морфология образца после финальной стадии синтеза при 850°C показана на рис 4, б. Поскольку пикнометрическая плотность $\rho_{\text{расч}}$ образца после обжига при 850°C близка к рентгеновской $\rho_{\text{хрд}}$ (см. таблицу), количество закрытых пор в нем незначительно.

ТКЛР материала определяли в диапазоне $70\text{--}400^\circ\text{C}$, в котором не происходит заметных фазовых трансформаций. Величина ТКЛР нанокерамического материала несколько выше, чем у известного макрокристаллического $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ (см. таблицу), что, по-видимому, связано с определяющим вкладом значительной доли поверхностной фазы в процесс спекания материала. Полученные данные позволили определить технологические параметры синтеза материала на основе нанокристаллического сложного оксида $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ со структурой фазы Ауривиллиуса, дисперсностью которого можно управлять, меняя режим термообработки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Описан процесс формирования нанокерамического материала на основе слоистого перовскитоподобного оксида $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ со структурой фазы Ауривиллиуса, полученного в условиях химического соосаждения. Показано, что образование нанокристаллов $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ со средним размером 30 нм начинается при температуре около 450°C , которая соответствует началу плавления поверхностной фазы. Выше 650°C доминирующим становится процесс роста кристаллитов. Определены температуры активации спекания и начала разложения, а также ТКЛР полученного материала. Описаны технологические параметры синтеза, позволяющие варьировать средний размер кристаллитов материала в диапазоне $70\text{--}85\text{ нм}$.

Библиографический список

1. Keeney, L. Direct atomic scale determination of magnetic ion partition in a room temperature multiferroic material / L. Keeney, C. Downing, M. Schmidt [et al.] // Sci. Rep. — 2017. — Vol. 7. — P. 1737. DOI:10.1038/s41598-017-01902-1.
2. Keeney, L. Ferroelectric behavior in exfoliated 2D aurivillius oxide flakes of sub-unit cell thickness / L. Keeney, R. J. Smith, M. Palizdar [et al.] // Adv. Electron. Mater. — 2020. — Vol. 6, № 3. — P. 1901264. DOI:10.1002/aelm.201901264.
3. Zuo, X. Magnetic, dielectric and optical properties of five-layered Aurivillius phase $\text{Bi}_6\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_{18}$ -based ceramics / X. Zuo, E. He, J. Bai [et al.] // Curr. Appl. Phys. — 2019. — Vol. 19, № 12. — P. 1391-1398. DOI: 10.1016/j.cap.2019.09.007.
4. Zhao, H. A novel class of multiferroic material, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12-n}\text{BiFeO}_3$ with localized magnetic ordering evaluated from their single crystals / H. Zhao, K. Cai, Z. Cheng [et al.] // Adv. Electron. Mater. — 2017. — Vol. 3, № 1. — P. 1600254-7. DOI: 10.1002/aelm.201600254.

5. **Митрофанова, А. В.** Влияние замещения ионов титана (IV) катионами Fe (III) и Nb (V) на фазообразование в лантаноидсодержащих системах на основе слоистого титаната-феррита висмута / А. В. Митрофанова, Е. А. Фортальнова, М. Г. Сафроненко [и др.] // Ж. неорган. хим. — 2020. — Т. 65, № 11. — С. 1461–1468. DOI: 10.1134/S0036023620110133.
6. **Sun, S.** Structural and physical properties of mixed-layer Aurivillius-type multiferroics / S. Sun, C. Liu, G. Wang [et al.] // J. Am. Ceram. Soc. — 2016. — Vol. 99, № 9. — P. 3033–3038. DOI: 10.1111/jace.14312.
7. **Lisnevskaya, I. V.** The effect of heterovalent doping on the stability and properties of multiferroic Aurivillius phases / I. V. Lisnevskaya, V. V. Butova, Y. V. Rusalev [et al.] // Appl. Phys. A. — 2020. — Vol. 126. — P. 168. DOI: 10.1007/s00339-020-3359-1.
8. **Kozielski, L.** Defect engineered enhancement of ferromagnetic properties in samarium doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - BiFeO_3 ceramics / L. Kozielski, J. Polnar, M. Bućko [et al.] // Ferroelectrics. — 2020. — Vol. 556, № 1. — P. 62–69. DOI: 10.1080/00150193.2020.1713343.
9. **Selbach, S. M.** On the thermodynamic stability of BiFeO_3 / S. M. Selbach, M.-A. Einarsrud, T. Grande // Chem. Mater. — 2009. — Vol. 21, № 1. — P. 169–173. DOI: 10.1021/cm802607p.
10. **Meera, A. V.** Studies on the thermal stability of BiFeO_3 and the phase diagram of Bi-Fe-O system / A. V. Meera, R. Ganesan, T. Gnanasekaran // J. Alloys Compd. — 2019. — Vol. 790. — P. 1108–1118. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.03.205.
11. **Ломанова, Н. А.** Фазовые состояния в разрезе $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - BiFeO_3 системы Bi_2O_3 - TiO_2 - Fe_2O_3 / Н. А. Ломанова, В. В. Гусаров // Ж. неорган. хим. — 2011. — Т. 56, № 4. — С. 661–665. DOI: 10.1134/S0036023611040188.
12. **Lomanova, N. A.** Structural changes in the homologous series of the Aurivillius phases $\text{Bi}_{n+1}\text{Fe}_{n-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3n+3}$ / N. A. Lomanova, V. G. Semenov, V. V. Panchuk [et al.] // J. Alloys Compd. — 2012. — Vol. 528. — P. 103–108. DOI: 10.1016/j.jallcom.2012.03.040.
13. **Lomanova, N. A.** Magnetic properties of Aurivillius phases $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ with $m = 5, 7, 8$ / N. A. Lomanova, I. V. Pleshakov, M. P. Volkov [et al.] // Mater. Sci. Eng. B. — 2016. — Vol. 214. — P. 51–56. DOI: 10.1016/j.mseb.2016.08.001.
14. **Ломанова, Н. А.** Электрофизические свойства слоистых перовскитоподобных соединений в системе Bi_2O_3 - TiO_2 - Fe_2O_3 / Н. А. Ломанова, В. В. Гусаров // Неорган. матер. — 2011. — Т. 47, № 4. — С. 477–482. DOI: 10.1134/S0020168511040169.
15. **Lei, Z.** Effect of layer number on ferromagnetic properties in aurivillius $\text{Bi}_4\text{Bi}_{n-3}\text{Fe}_{n-3}\text{Co}_{0.2}\text{Ti}_3\text{O}_{3n+3}$ ceramics / Z. Lei, M. Liu, W. Ge [et al.] // Mater. Lett. — 2015. — Vol. 139. — P. 348–351. DOI: 10.1016/j.matlet.2014.10.095.
16. **Jartych, E.** Antiferromagnetic spin glass-like behavior in sintered multiferroic aurivillius $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ compounds / E. Jartych, T. Pikula, M. Mazurek [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. — 2013. — Vol. 342. — P. 27–34. DOI: 10.1016/j.jmmm.2013.04.046.
17. **Benedek, N. A.** Understanding ferroelectricity in layered perovskites: new ideas and insights from theory and experiments / N. A. Benedek, J. M. Rondinelli, H. Djani [et al.] // Dalton Trans. — 2015. — Vol. 44. — P. 10527–10890. DOI: 10.1039/c5dt00010f.
18. **Lomanova, N. A.** Formation mechanism, thermal and magnetic properties $(\text{Bi}_{1-x}\text{Sr}_x)_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3(m+1)-6}$ ($m = 4-7$) ceramics / N. A. Lomanova, M. V. Tomkovich, V. L. Ugolkov [et al.] // Nanosystems: Phys. Chem. Math. — 2018. — Vol. 9, № 5. — P. 676–687. DOI: 10.17586/22208054201895676687.
19. **Lomanova, N. A.** The thermal behavior of mixed-layer Aurivillius phase $\text{Bi}_{13}\text{Fe}_5\text{Ti}_6\text{O}_{39}$ / N. A. Lomanova, I. V. Pleshakov, M. P. Volkov [et al.] // J. Therm. Anal. Calorim. — 2018. — Vol. 131. — P. 473–478. DOI: 10.1007/s10973-017-6366-5.
20. **Ломанова, Н. А.** Свойства фаз Ауривиллиуса в системе $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - BiFeO_3 / Н. А. Ломанова, М. И. Морозов, В. Л. Уголков [и др.] // Неорган. матер. — 2006. — Т. 42, № 2. — С. 225–231. DOI: 10.1134/S0020168506020142.
21. **Морозов, М. И.** Синтез соединений типа $\text{A}_{m-1}\text{Bi}_2\text{M}_m\text{O}_{3m+3}$ в системе $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - BiFeO_3 / М. И. Морозов, В. В. Гусаров // Неорган. матер. — 2002. — Т. 38, № 7. — С. 867–874. DOI: 10.1023/A:1016252727831.
22. **Mazurek, M.** A comparative study of hyperfine interactions in Aurivillius compounds prepared by mechanical activation and solid-state sintering / M. Mazurek, E. Jartych // Nukleonika. — 2017. — Vol. 62, № 2. — P. 153–157. DOI: 10.1515/nuka-2017-0023.
23. **Bakunov, V. S.** Intensification of polycrystalline oxide ceramic sintering / V. S. Bakunov, E. S. Lukin // Refract. Ind. Ceram. — 2015. — Vol. 56. — P. 281–285. DOI: 10.1007/s11148-015-9831-3.
24. **Бакунов, В. С.** Интенсификация процесса спекания поликристаллической оксидной керамики / В. С. Бакунов, Е. С. Лукин // Новые огнеупоры. — 2015. — № 6. — С. 32–36. <https://doi.org/10.17073/1683-4518-2015-6-32-36>.
25. **Li, X.** Visible light responsive $\text{Bi}_2\text{Fe}_3\text{Ti}_3\text{O}_{21}$ nanoshelf photocatalysts with ferroelectricity and ferromagnetism / X. Li, Z. Ju, F. Li [et al.] // J. Mater. Chem. A. — 2014. — Vol. 2. — P. 13366–13372. DOI: 10.1039/c4ta01799d.
26. **Ломанова, Н. А.** Формирование нанокристаллов $\text{Bi}_{m+1}\text{Fe}_{m-3}\text{Ti}_3\text{O}_{3m+3}$ ($m = 4-9$) при термическом разложении соосажденных гидроксидов / Н. А. Ломанова, М. В. Томкович, А. В. Осипов [и др.] // Журн. неорган. хим. — 2021. — Т. 66, № 5. — С. 658–668. DOI: 10.31857/S0044457X21050093.
27. **Bućko, M. M.** Magnetic properties of the $\text{Bi}_7\text{Fe}_3\text{Ti}_3\text{O}_{21}$ aurivillius phase doped with samarium / M. M. Bućko, J. Polnar, J. Lis [et al.] // Adv. Sci. Tech. — 2012. — Vol. 77. — P. 220–224. DOI: 10.4028/www.scientific.net/ast.77.220.
28. **Almjasheva, O. V.** The minimum size of oxide nanocrystals: phenomenological thermodynamic vs crystal-chemical approaches / O. V. Almjasheva, N. A. Lomanova, V. I. Popkov [et al.] // Nanosystems: Phys. Chem. Math. — 2019. — Vol. 10, № 4. — P. 428–437. DOI: 10.17586/2220-8054-2019-10-4-428-437.
29. **Егорышева, А. В.** Синтез высокочистого нанокристаллического BiFeO_3 / А. В. Егорышева, Т. В. Кувшинова, В. Д. Володин [и др.] // Неорган. матер. — 2013. — Т. 49, № 3. — С. 316–320. DOI: 10.1134/S0020168513030035.
30. **Lomanova, N. A.** Synthesis and thermal properties of nano- and macro-crystalline ceramic materials based on $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ / N. A. Lomanova // Refract. Ind. Ceram. — 2018. — Vol. 59, № 3. — P. 301–305. <https://doi.org/10.1007/s11148-018-0225-1>.
31. **Ломанова, Н. А.** Синтез и термические свойства нано- и макрокристаллических керамических материалов на основе $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ / Н. А. Ломанова //

Новые огнеупоры. — 2018. — № 6. — С. 29–33. DOI: 10.17073/1683-4518-2018-6-29-33.

30. **Proskurina, O. V.** Formation of nanocrystalline BiFeO_3 during heat treatment of hydroxides coprecipitated in an impinging-jets microreactor / O. V. Proskurina, R. S. Abiev, D. P. Danilovich [et al.] // Chem. Eng. Process. — Process Intensif. — 2019. — Vol. 143. — P. 107598. DOI: 10.1016/j.cep.2019.107598.

31. **Проскурина, О. В.** Формирование наночастиц BiFeO_3 с использованием струйного микрореактора / О. В. Проскурина, И. В. Ноговицин, Т. С. Ильина [и др.] // Журн. общ. хим. — 2018. — Т. 88, № 10. — С. 1699–1704. DOI: 10.1134/S00444460X18100189.

32. **Dmitriev, A. V.** Synthesis of hollow spheres of BiFeO_3 from nitrate solutions with tartaric acid: Morphology and magnetic properties / A. V. Dmitriev, E. V. Vladimirova, M. V. Kandaurov [et al.] // J. Alloys Compd. — 2019. — Vol. 777. — P. 586–592. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.10.387.

33. **Gusarov, V. V.** The thermal effect of melting in polycrystalline systems / V. V. Gusarov // Thermochim. Act. — 1995. — Vol. 256, № 2. — P. 467–472. DOI: 10.1016/0040-6031(94)01993-Q. ■

Получено 11.02.21

© Н. А. Ломанова, 2021 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ



UNITECR 2021 — 17-й всемирный конгресс и объединенная международная техническая конференция по огнеупорам

14–17 сентября 2021 г.
г. Чикаго, США

Тезисы докладов по основным темам:

- Огнеупоры:
 - для черной металлургии
 - для цветной металлургии
 - для цементной промышленности
 - для стекольной промышленности
 - для нефтехимических процессов
- Огнеупорные материалы для сжигания отходов и др.
- Сырье
- Экологическая устойчивость и переработка
- Достижения в области производства и оборудования
- Огнеупорные инженерные системы и дизайн
- Новые разработки
- Базовая наука
- Энергосбережение и теплоизоляция
- Тестирование огнеупоров
- Образование
- Применение промышленных огнеупоров
- Кооперация производителей, потребителей и исследователей

www.Unitecr2021.org