

УДК 621.793

А.В.Трошин (асп., СПбГЭТУ), О.А.Шилова, к.х.н., с.н.с. ИХС РАН

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ НАНОКОМПОЗИТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИИ

Известно, что силикатные золи и гели, как правило, обладают всеми признаками фрактальных структур. Однако на стадии термообработки при переходе от геля к ксерогелю и твердому веществу признаки фрактального объекта часто исчезает. Для более полного понимания процессов, происходящих при переходе силикофосфатных золь-гелей в ксерогель, составляющих основу исследуемой технологии, а также для установления корреляционной связи между структурой и электрическими свойствами сформированных композитов было осуществлено настоящее исследование.

Для формирования протонпроводящих мембран использовались золи на основе тетраэтоксисилана (ТЕОС), гидролизованного в кислой среде в присутствии ортофосфорной кислоты. Менялось мольное соотношение стартовых компонентов и последовательность синтеза золь-гелей. Составы золь-гелей выбирались на основе имеющейся априорной информации и оптимизировались эмпирическим путем. В некоторые из золь-гелей вводилась добавка ПАВ – полимерная соль четвертичного аммония, так называемый полиионен (ПИ), который ускоряет процесс гелирования, а также позволяет ввести в золь-гель системы фрагменты углеводородных цепей. Последнее может способствовать улучшению механических свойств протонпроводящих мембран.

Синтезированные золи были использованы для: а) нанесения пленок на кремниевые подложки посредством центрифугирования, которые затем были отожжены на воздухе при 500°C, а также для б) получения ксерогелей, полученных при высушивании гелей при 80°C в вакуумном термостате.

Определение фрактальной размерности силикофосфатных наноконкомпозитов проводилось в импульсном пространстве по данным малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР). Кривые МУРР получали, используя камеру Кратки. Съёмка кривых проводилась в диапазоне углов рассеяния от 0,03 до 4°.

Измерения протонной проводимости выполнялись на диэлектрическом спектрометре в диапазоне частот от 10² до 10⁵ Гц при температуре от 213 до 413 К.

При расчете фрактальных размерностей принималось, что фрактальная размерность массового фрактала определяется как модуль тангенса угла наклона соответствующего прямолинейного участка кривой, а поверхностного – как разность: $D_2 = 6 - \text{mod } B_2$

Установлено, что электронная микроскопия стекловидных силикофосфатных пленок, полученных из золь-гелей и термообработанных при 500°C, вплоть до увеличения $\times 20000$ не позволяет получить контрастное изображение фрактала, что соответствует образованию агломерата из фрактальных составляющих с размером < 200 нм. Эти данные находятся в соответствии с максимальным размером фрактала для силикофосфатных ксерогелей, определенным из данных по малоугловому рассеянию рентгеновских лучей.