**Синтез и исследование системы 1/6Pr6O11 – WO3 в диапазоне 0 – 50 мол. % оксида вольфрама**

***Березовская Д.Ю., Щеглов Н.Е., Бережная Т.С., Чебышев К.А.***

*Студент, 4 курс бакалавриата*

*Северо-Кавказский федеральный университет
химический факультет, Ставрополь, Россия*

*E-mail: dashaber2214@yandex.ru*

Оксид празеодима является перспективным компонентом композитных электродных материалов среднетемпературных твердооксидных топливных элементов благодаря высокой электронно-ионной проводимости и электрокаталитической активности. Тем не менее в литературе отсутствуют сведения о систематическом изучении кислород-донорных замещений в оксиде празеодима Pr6O11. В данной работе представлено изучение системы 1/6Pr6O11 – WO3 в диапазоне температур 1000 – 1250 °С.

Образцы системы получали твердофазным взаимодействием оксидов металлов в диапазоне температур 600 – 1250 °C. Спекание спрессованных компактов проводили при температуре 1250 °C в течение 20 ч. После синтеза образцы имели черный цвет, что свидетельствует о значительной доле празеодима в степени окисления +4. Для обозначения избытка кислорода в дальнейшем будет использоваться обозначение «δ». Содержание Pr+4 определяли йодометрическим методом, для чего навеску растворяли в 4 н. соляной кислоте в закрытой колбе при небольшом нагревании. Выделившийся йод титровали стандартизированным по бихромату калия раствором тиосульфата натрия. Полученные образцы изучали методами рентгенофазового анализа, импедансной спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии.

Согласно результатам рентгенофазового анализа, после прокаливания при 1000 °С введение оксида вольфрама приводит формированию области флюоритоподобных фаз на основе оксида празеодима до состава Pr12WO21+δ. Второй фазой в системе является фаза c моноклинной структурой типа R2WO6, содержание которой увеличивается при увеличении содержания оксида вольфрама. Только для состава 5PrO1.83∙3WO3 дополнительно наблюдаются примесные рефлексы моноклинной фазы Pr2W2O9.

После увеличения температуры до 1100 °С область гомогенности флюоритоподобной фазы увеличивается до состава Pr6WO12+δ. При данной температуре существенно изменяется дифрактограмма состава 5PrO1.83∙3WO3, для которой обнаружено наибольшее сходство с карточкой Pr8W5O27 № 00-031-1150 базы PDF-2 ICDD. Сведений о кристаллической структуре данного соединения не обнаружено.

Прокаливание при 1250 °С приводит к дальнейшему расширению области гомогенности флюоритоподобных фаз до состава Pr4WO9+δ. При этом область существования моноклинной фазы типа R2WO6 сокращается. На дифрактограммах некоторых образцов с флюоритоподобной структурой наблюдаются рефлексы незначительной интенсивности, которые свидетельствуют об упорядочении точечных дефектов по кристаллической структуре и снижении симметрии относительно пространственной группы неискаженного флюорита . Индицирование в программе DICVOL с учетом низкоинтенсивных рефлексов привело к кубической ячейке с удвоенным параметром относительно флюорита a = 10.9706(1) Å для Pr6WO12+δ. Учет систематических погасаний привел к возможной пространственной группе .

Введение оксида вольфрама приводит к увеличению параметра элементарной ячейки флюорита при различных температурах прокаливания. Содержание празеодима в степени окисления +4 уменьшается при увеличении содержания оксида вольфрама, что обуславливает снижение электронной проводимости в образцах системы 1/6Pr6O11 – WO3. В то же время допирование Pr6O11 оксидом вольфрама позволяет получить более плотную керамику.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 25-23-00399).*