

УДК 537.226:543.06:546.87

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОГО ВИСМУТА В ПРОЦЕССЕ
СИНТЕЗА СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКА $\text{Vt}_3\text{TiNb}_9\text{O}_{27}$

Игауне С.А., Осипян В.Г., Берзе Л.Р., Витиня И.А.
Рижский политехнический институт, г.Рига

В тройной системе $\text{Vt}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{-Nb}_2\text{O}_5$ обнаружено четыре соединения. Наибольший интерес представляет состав $\text{Vt}_3\text{TiNb}_9\text{O}_{27}$ со слоистой перовскитоподобной структурой, обладающий высокой температурой сегнетоэлектрического фазового перехода.

Разработана методика определения свободного висмута при синтезе $\text{Vt}_3\text{TiNb}_9\text{O}_{27}$ и промежуточных продуктов реакции ($\text{Vt}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ и $\text{Vt}_5\text{Nb}_3\text{O}_{15}$). Образцы приготовлены смешением оксидов висмута, титана и ниобия и предварительно прокалены при температурах 600-900° с интервалом 50° и разных временах выдержки.

Выяснены условия обработки пробы с учетом растворения свободного висмута без разрушения образовавшихся соединений

$\text{Vt}_3\text{TiNb}_9\text{O}_{27}$, $\text{Vt}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ и $\text{Vt}_5\text{Nb}_3\text{O}_{15}$.

Оптимальными условиями являются двадцатиминутная обработка анализируемого образца в разбавленной HNO_3 (1:1) без нагревания. Содержание висмута определяют комплексометрическим методом титрования в присутствии хромтемносинего в качестве индикатора. Присутствие в растворе ионов титана и ниобия определение висмута не мешают, так как соответствующие оксиды не растворяются при указанных выше условиях.

Относительная ошибка разработанной нами методики количественного определения свободного висмута не превышает 0,5%.

Методика использована для изучения кинетики образования соединения $\text{Vt}_3\text{TiNb}_9\text{O}_{27}$, а также промежуточных фаз при его синтезе.