

ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

УДК 546.65+546.663

РЕНТГЕНОФАЗОВОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МОЛИБДАТА ТЕРБИЯ И СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПОСЛЕ ПОТЕРИ ГИДРАТНОЙ ВОДЫ

Идентификацию фаз в образце молибдата тербия $Tb_2(MoO_4)_3 \cdot xH_2O$, синтезированном нами методом осаждения из водных растворов, проводили на основе анализа дифракционной картины, получаемой при исследовании образца методом порошка. Съемка проводилась в кварцевой кювете на модернизированной установке “URD-6”, на $Cu-K\alpha$ -излучении (никелевый раствор) в режиме интегрального счета с определением межплоскостных расстояний на компьютере РС 486; индицирование проводилось по специальной компьютерной программе.

Дифрактограмма образца $Tb_2(MoO_4)_3 \cdot xH_2O$ не соответствует имеющимся данным Банка JCPDS (карточки 28-1286 и 25-0934) для $Tb_2(MoO_4)_3$. Данных по кристаллогидрату молибдата тербия в карточке не имеется. Исходные компоненты практически отсутствуют. Индицирование дифрактограммы показало, что $Tb_2(MoO_4)_3 \cdot xH_2O$ — соединение, имеющее моноклинную решетку с параметрами элементарной ячейки: $a=11,12$ (2) $\text{\AA}$; $b=6,313$ (6) $\text{\AA}$; $c=5,077$ (5) $\text{\AA}$; $\beta=91,3$ (1); $v=356,4$ (5) $\text{\AA}^3$. Соединение с подобными данными в Банке данных отсутствует. Для определения количества молекул воды в гидрате молибдата тербия был проведен термический анализ образца $Tb_2(MoO_4)_3 \cdot xH_2O$, включающий термогравиметрический (ТГА и ДТГ) и дифференциально-термический (ДТА) методы. С этой целью использовали дериватограф “Q-1500” при нагревании в интервале температур 25-900°, со скоростью нагрева 10-15°С/мин (внутренний стандарт — Al_2O_3 , навеска ~0,15-0,30 г), охлаждение — в режиме остывания печи (рис. 1).

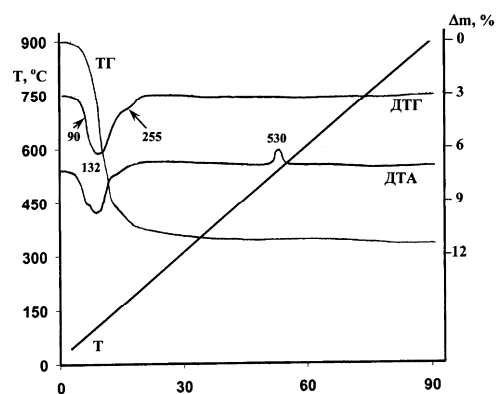


Рис. 1. Дериватограмма $\text{Tb}_2(\text{MoO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

Термический анализ показал, что трехстадийное разложение ($\Delta m_{\text{общ.}}$ (11,2 масс.%) образца молибдата тербия происходит в интервале от 60 до 410 °C (эндо-эффекты с максимумами при $T=90$, 132 и 255 °C). Анализ данных, касающихся потери массы образцом $\text{Tb}_2(\text{MoO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, показал, что в обсуждаемом соединении содержание кристаллизационной воды равно 5,6 молекул H_2O на одну формульную единицу.

При более высоких температурах (530 °C) на ДТА обнаружен экзо-эффект. Мы предполагаем, что идет процесс полиморфного превращения. Это толкнуло нас на мысль провести рентгенофазовый анализ массы образца, оставшейся после термического анализа, в тех же условиях. Выяснилось, что полученные данные РФА не имеют сходства с данными синтезированного нами соединения $\text{Tb}_2(\text{MoO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (рис. 2). Индексирование показало, что образец имеет ромбоэдрическую симметрию с параметрами элементарной ячейки: $a=11,257$ (10) Å; $b=6,018$ (4) Å; $c=10,190$ (6) Å; $v=690,3$ (7) Å³. Полученные нами данные не соответствуют данным Банка JCPDS (карточки 28-1286, 25-0934 и 84-0089) для $\text{Tb}_2(\text{MoO}_4)_3$, а также для других молибдатов РЗЭ.

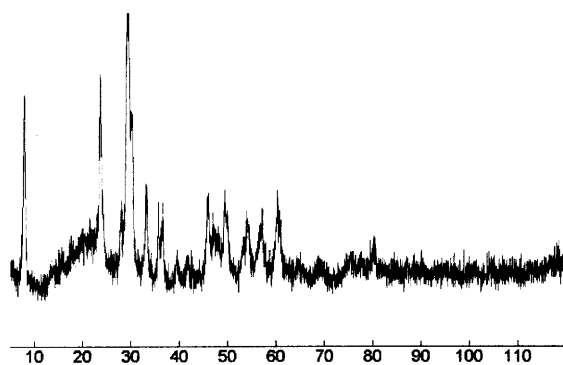


Рис. 2. Данные РФА образца $\text{Tb}_2(\text{MoO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ после термического анализа.

Таким образом, исследования показали, что полученный нами $Tb_2(MoO_4)_3 \cdot 5,6H_2O$ – новое соединение. После потери гидратной воды оно превращается в другую структуру, не имеющую аналога в Банке JCPDS.

Работа выполнена на кафедре химии и физики высоких давлений химического факультета МГУ им. М.В.Ломоносова.

**ՏԵՐԲԻՈՒՄԻ ՄՈԼԻԲԴԱՏԻ ՌԵՆԳԵՆԱՖԱԶԱՅԻՆ ՈՒՍՈՒՄՆԱՍԻՐՈՒՄԸ
ԵՎ ԿԱՌՈՒՑՎԱԾՔԱՅԻՆ ՓՈՓՈԽՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԸ ԲՅՈՒՐԵՂԱԶՐԻ
ՀԵՌԱՑՈՒՄԻՑ ՀԵՏՈ**

Լ. Գ. ՆԵՐՍԻՍՅԱՆ, Կ. Պ. ԲՈՒՐԴԻՆԱ և Մ. Գ. ԺԺԺԻՆ

Կատարվել է տերբիումի մոլիբդատի ռենգենաֆազային հետազոտություն և ուսումնասիրվել են նրա կառուցվածքային փոփոխությունները բյուրեղաջրի հեռացումից հետո: Ուսումնասիրության արդյունքները համեմատվել են JCPDS Բանկի տվյալների հետ և պարզվել է, որ Բանկում նմանակն ունեցող միացություն՝ $Tb_2(MoO_4)_3 \cdot 5,6H_2O$ չկա:

**X-RAY PHASES RESEARCH OF MOLIBDATE OF TERBIUM
AND STRUCTURAL CHANGES AFTER THE LOSS OF HYDRATED WATER**

L. G. NERSISYAN, K. P. BOURDINA and M. G. DZIDZIN

X-Ray phases analysis of molibdate of terbium carried out, structural changes had been observed after the loss of hydrated water. It has been established, that we have received a new combination, which does not exist in JCPDS Bank – $Tb_2(MoO_4)_3 \cdot 5,6H_2O$.

Ереванский государственный университет
Московский государственный университет
им. М.В.Ломоносова

**ՆԵՐՍԻՍՅԱՆ Լ.Գ.
ԲՈՒՐԴԻՆԱ Կ.Պ.
ԺԺԺԻՆ Մ.Գ.**

Поступило 23 VII 2003