РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 757 656** (13) **C1**

(51) МПК
C23C 26/00 (2006.01)
C01G 53/00 (2006.01)
C01G 23/00 (2006.01)
C23C 18/08 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C23C 26/00 (2021.05); C01G 53/00 (2021.05); C01G 23/00 (2021.05); C23C 18/08 (2021.05)

(21)(22) Заявка: **2021104286, 19.02.2021**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
19.02.2021

Дата регистрации:
19.10.2021

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **19.02.2021**

(45) Опубликовано: **19.10.2021** Бюл. № **29**

Адрес для переписки:
119334, Москва, Ленинский пр., 49, ИМЕТ РАН

(72) Автор(ы):
Фадеева Инна Вилоровна (RU),
Баринов Сергей Миронович (RU),
Евдокимов Валерий Юльевич (RU),
Волчкова Елена Владимировна (RU),
Прокопова Ольга Витальевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **CN 101768782 A, 07.07.2010. RU 2399693 C1, 20.09.2010. RU 2457182 C1, 27.07.2012. RU 2583222 C1, 10.05.2016. CN 105731552 B, 24.05.2017.**

(54) Способ получения покрытия из однофазного титаната никеля на корундовой подложке

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения покрытия из однофазного титаната никеля на корундовой подложке и может быть использовано в полупроводниковой промышленности, оптических системах и катализаторах. Корундовую подложку погружают в 5% раствор гетерометаллического диметилглиоксимата в диметилсульфоксиде, причем гетерометаллический диметилглиоксимат содержит 14,53 мас. % никеля и 11,8 мас. % титана. Затем проводят сушку на воздухе, обжиг при температуре 350-500°С для удаления органической части и последующий обжиг при 800°С в течение 2 часов для формирования однофазного титаната никеля. Обеспечивается равномерное покрытие из однофазного титаната никеля без примесей фаз, относящихся к оксиду титана, в виде рутила или брукита, и оксида никеля. 2 пр.

RU 2757656 C1

RU 2757656 C1

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 757 656**(13) **C1**

(51) Int. Cl.
C23C 26/00 (2006.01)
C01G 53/00 (2006.01)
C01G 23/00 (2006.01)
C23C 18/08 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
C23C 26/00 (2021.05); C01G 53/00 (2021.05); C01G 23/00 (2021.05); C23C 18/08 (2021.05)

(21)(22) Application: **2021104286, 19.02.2021**

(24) Effective date for property rights:
19.02.2021

Registration date:
19.10.2021

Priority:
(22) Date of filing: **19.02.2021**

(45) Date of publication: **19.10.2021** Bull. № **29**

Mail address:
119334, Moskva, Leninskij pr., 49, IMET RAN

(72) Inventor(s):
Fadeeva Inna Vilorovna (RU),
Barinov Sergej Mironovich (RU),
Evdokimov Valerij Yulevich (RU),
Volchkova Elena Vladimirovna (RU),
Prokopova Olga Vitalevna (RU)

(73) Proprietor(s):
Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN) (RU)

(54) METHOD FOR OBTAINING A COATING FROM SINGLE-PHASE NICKEL TITANATE ON A CORUNDUM SUBSTRATE

(57) Abstract:

FIELD: semiconductor industry; optical systems; catalyst production.

SUBSTANCE: invention relates to a method for obtaining a coating from a single-phase nickel titanate on a corundum substrate and can be used in the semiconductor industry, optical systems and catalysts. The corundum substrate is immersed in a 5% solution of heterometallic dimethylglyoximate in dimethyl sulfoxide, and the heterometallic dimethylglyoximate contains, wt. %: 14.53 nickel and 11.8 titanium. Then air drying is carried out, burning at a temperature of 350-500°C to remove the organic part and subsequent burning at 800°C for 2 hours to form a single-phase nickel titanate.

EFFECT: uniform coating of single-phase nickel titanate is provided without admixtures of phases related to titanium oxide, in the form of rutile or brookite, and nickel oxide.

1 cl, 2 ex

RU 2757656 C1

RU 2757656 C1

Титанат никеля используется в качестве трибологического покрытия для снижения трения и износа при высоких температурах. Твердые смазочные материалы, способные минимизировать трение и износ в широком рабочем диапазоне, необходимы для минимизации затрат на замену и материально-техническое обеспечение современных двигателей. Нанодисперсные титанаты переходных металлов широко известны как магнитные и полупроводниковые материалы с широкими возможностями использования в полупроводниковой промышленности, оптических системах, катализаторах.

Синтез титаната никеля ($NiTiO_3$) осуществляется множеством известных способов с использованием органических производных титана, например его оксалатных комплексов или тетрабутоксититана. Синтез $NiTiO_3$ твердофазным взаимодействием осложняется тем, что при низких температурах (T<1000°C), наряду с образующимся титанатом никеля, в системе остаются оксид никеля (NiO) и диоксид титана (TiO_2) рутильной и анатазной модификаций. Высокие температуры приводят к неконтролируемому увеличению размера частиц с различной морфологией, вследствие чего размеры частиц полученного продукта неоднородны и превышают размеры частиц исходного диоксида титана. [Nickel titanate microtubes constructed by nearly spherical nanoparticles: Preparation, characterization and properties / Materials Research Bulletin - 2009 - 44 - p. 1797-1801 / Yonghong Ni, Xinghong Wang, Jianming Hong. Effects of Ag-doped NiTiO3 on photoreduction ofmethylene blue under UV and visible light irradiation / Journal of Alloys and Compounds - 2009 - 479 - p. 785-790 / Yi-Jing Lina, Yen-Hwei Chang, Guo-Ju Chen, Yee-Shin Chang, Yee-Cheng Chang. Structural characterization of NiTiO3 nanopowders prepared by stearic acid gel method / Materials Letters - 2008 - 62 - p. 3679-3681 / M.S. Sadjadi, K. Zare, S. Khanahmadzadeh, M. Enhessari.].

Наиболее близким к предлагаемому изобретению является патент РФ №2457182 Способ получения нанодисперсного титаната никеля авторов Викторова В.В., Гладкова В.Е., Серикова А.С. Способ получения нанодисперсного титаната никеля включает приготовление эквимолярной смеси нанодисперсного диоксида титана с обезвоженной солью никеля, последующий нагрев этой смеси до температуры синтеза титаната никеля и выдержку при этой температуре. В качестве диоксида титана используют диоксид титана анатазной модификации, полученный по хлоридной технологии, с температурой начала полиморфного превращения анатаз-рутил выше температуры синтеза титаната никеля. В качестве соли никеля используют нитрат никеля, а выдержку эквимолярной смеси осуществляют в диапазоне температур 820-880°C в течение не менее 1 часа. Недостатком данного способа является необходимость длительного энергоемкого нагревания смеси и невозможность получения качественных покрытий данным способом.

Технической задачей настоящего изобретения является получение покрытия из гетерометаллического (никель, титан) содержащего органического соединения с соотношением никеля и титана, равным 1, при термической обработке которого формируется титанат никеля. Покрытие должно быть равномерным, однофазным титанатом никеля, без примесей фаз, относящихся к оксиду титана (рутила или брукита) и оксида никеля.

Технический результат достигается тем, что в способе получения покрытия из титаната никеля, путем нанесения раствора на предварительно подготовленную путем травления подложки в кислотах поверхность подложки, согласно изобретению, в качестве источника соединений никеля и титана используют гетерометаллический (никель, титан) диметилглиоксимат с содержанием никеля 14,53% масс. и титана - 11,8%

масс., который наносят на поверхность корундовой керамики погружением в 5% раствор гетерометаллического (никель, титан) диметилглиоксимата в диметилсульфоксиде с последующей сушкой на воздухе и обжигом при температуре 350-5000°С для удаления органической части и последующим обжигом при 8000°С в течение 2 часов, для формирования однофазного титаната никеля.

Диметилглиоксим образует с ионами переходных металлов устойчивые комплексные соединения с образованием 5 и 6-членных циклов, которые, согласно теории устойчивости координационных соединений Чугаева, являются очень устойчивыми. Так, диметилглиоксимат никеля способен переходить при нагревании из твердого состояния в газообразное (возгоняться) без изменения состава с осаждением на охлажденной поверхности. Известно [Chandra, R., & Singh, R.R. (1992). Reaction of Titanium Tetrachloride with Nickel (II) Bischelates of Some Oximes. Synthesis and Reactivity in Inorganic and Metal-Organic Chemistry, 22(2-3), 311-320.], что диметилглиоксиматы никеля могут взаимодействовать с Льюисовскими кислотами, в частности, с четыреххлористым титаном, с образованием гетерометаллических соединений. При этом образующиеся гетерометаллические координационные соединения способны растворяться в органических растворителях, таких как диметилформамид, диметилсульфоксид, ацетонитрил. Раствор гетерометаллического (никель, титан)диметилглиоксимата наносят на предварительно подготовленную поверхность погружением подложки в раствор, после чего проводят обжиг, сопровождающуюся пиролизом органической части (диметилглиоксима) и формированием покрытия из титаната никеля при последующем обжиге при 800°С.

Пример 1.

5 г предварительно синтезированного гетерометаллического (никель, титан) диметилглиоксимата растворяли в диметилсульфоксиде при 150°С, затем погружали корундовую подложку в горячий раствор, после чего высушивали покрытие при температуре 110°С в сушильном шкафу. Подготовленное покрытие на корундовой подложке помещали в муфельную печь и проводили двухступенчатый обжиг. Нагревали до 500°С со скоростью нагрева 10 град/мин, выдерживали в течение 60 мин, затем поднимали температуру до 800°С и выдерживали в течение 120 мин, после чего охлаждали до комнатной температуры. Согласно данным РФА, полученное покрытие характеризуется структурой перовскита и соответствует титанату никеля, согласно базе данных JCPDS. Примесей фаз, относящихся к оксидам никеля и титана, не обнаружено.

Пример 2.

5 г предварительно синтезированного гетерометаллического (никель, титан) диметилглиоксимата растворяли в диметилсульфоксиде при 150°С, затем погружали корундовую подложку в горячий раствор, после чего высушивали покрытие при температуре 110°С в сушильном шкафу. Подготовленное покрытие на корундовой подложке помещали в муфельную печь и проводили двухступенчатый обжиг. Нагревали до 350°С со скоростью нагрева 10 град/мин, выдерживали в течение 120 мин, затем поднимали температуру до 800°С и выдерживали в течение 60 мин, после чего охлаждали до комнатной температуры. Согласно данным РФА, полученное покрытие характеризуется структурой перовскита и относится к титанату никеля, обнаружена незначительная примесь фазы рутила, содержание которой не превышает 5% масс.

Таким образом, предложенный в настоящем изобретении способ получения покрытий из титаната никеля отличается простотой исполнения и позволяет экономить энергоресурсы, а также использовать для получения покрытия более простое и дешевое

оборудование: муфельную печь вместо камерной печи с силитовыми нагревателями.

(57) Формула изобретения

Способ получения покрытия из однофазного титаната никеля на корундовой подложке, отличающийся тем, что корундовую подложку погружают в 5% раствор гетерометаллического диметилглиоксимата в диметилсульфоксиде, причем гетерометаллический диметилглиоксимат содержит 14,53 мас. % никеля и 11,8 мас. % титана, затем проводят сушку на воздухе, обжиг при температуре 350-500°С для удаления органической части и последующий обжиг при 800°С в течение 2 часов для формирования однофазного титаната никеля.