

В.В. Мокляк<sup>1</sup>, В.О. Коцюбинський<sup>2</sup>, Л.З. Збіглей<sup>1</sup>, А.Б. Груб'як<sup>2</sup>

## Морфологічні та структурні характеристики фторидів заліза, отриманих сольвотермальним методом

<sup>1</sup>Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України, бульв. Акад. Вернадського, 36, 03680, МСП, Київ-142, Україна, [mvymcv@gmail.com](mailto:mvymcv@gmail.com)

<sup>2</sup>ДВНЗ «Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника», вул. Шевченка, 57, 76025, Івано-Франківськ, Україна, [kotsyubynsky@mail.ru](mailto:kotsyubynsky@mail.ru)

В даній роботі продемонстровано швидкий і легкий метод отримання гідратованих і безводних форм трифторидів заліза з частками нанометричних розмірів шляхом застосування сольвотермального синтезу при наявності ПАР в реакційному середовищі та ефективний спосіб формування нанокompatитів типу «трифторид заліза / ацетиленова сажа» на основі отриманих матеріалів шляхом ультразвукової обробки. Здійснено аналіз кристалічної мікроструктури і морфологічних властивостей отриманих матеріалів.

**Ключові слова:** фторид заліза, наночастинки, метод синтезу, кристалічна структура, дегідратація, месбауерівська спектроскопія

*Стаття поступила до редакції 13.07.2016; прийнята до друку 30.08.2016.*

### Вступ

Літій-йонні акумулятори (ЛДС) на даний час є одними з основних комерційних систем зберігання енергії, що пов'язано із властивими для них хорошою циклічністю розряд/заряд, високою робочою напругою та великою густиною енергії. Тим не менш, спроби використання їх у сфері гібридних та електричних транспортних засобів зумовлюють зростання попиту на високоємнісні пристрої з високою потужністю, що спричинило активні наукові дослідження широкого спектру оксидів і фосфатів перехідних металів в останнє десятиліття. В результаті було встановлено, що питома ємність ЛДС з катодами на основі даних матеріалів рідко перевищує значення 200 А·год/кг, що пов'язано із одноелектронним механізмом реакції інтеркаляції в матеріалі катода [1].

На сьогоднішній день вектор наукових пошуків в даній сфері змістився в сторону фторидів перехідних металів для потенційного використання їх в якості високогенеруючих матеріалів електродів наступного покоління із трьохелектронним механізмом накопичення енергії ЛДС [2]. В даному розрізі значну зацікавленість викликають низьковартісні та

малотоксичні трифториди заліза та їх гідратовані форми, які володіють відмінною термостабільністю, а їх максимальні теоретичні питомі ємності становлять більше 700 А·год/кг [3]. Тим не менш, застосування даних матеріалів в ЛДС значно ускладнене через низьку провідність і повільну дифузію йонів літію. Більшість дослідників для вирішення даних проблем пропонують використання струмопровідних добавок [4] та перехід до нанометричних розмірів часток, що може ефективно вирішити кінетичні проблеми транспорту йонів літію [5]. Таким чином, отримання трифторидів заліза різної ступені гідратації з частинками нанометричного масштабу, дослідження взаємозв'язків між умовами синтезу та морфологічними і структурними особливостями матеріалів, встановлення оптимальних способів формування нанокompatитів «трифторид заліза / струмопровідна добавка» є важливою науково-практичною задачею, розв'язку якої і присвячена дана робота.

### І. Методика експерименту

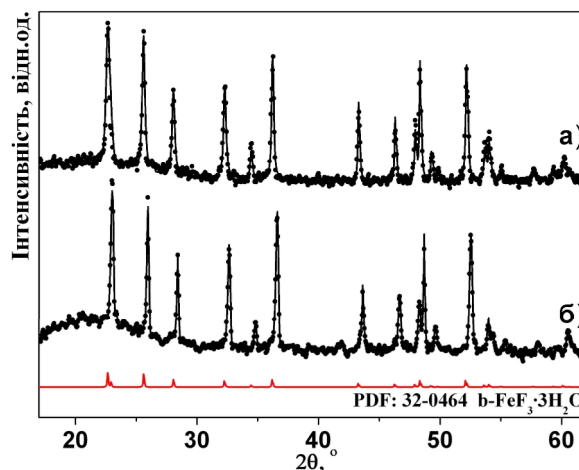
**Синтез матеріалів.** Реакційна суміш була підготовлена шляхом змішування 100 мл 0,5 М

розчину  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  в етанолі (96 мас. %) та 40 мл 0,01 М розчину поверхнево-активної речовини ЦТАБ (цетилтриметиламонію бромід) у плавиковій кислоті (40 мас. %). В даному випадку поверхнево-активна речовина була застосована з метою обмеження зони росту часток синтезованого матеріалу та забезпечення однорідності його морфологічних характеристик, оскільки ПАР будуть виступати в ролі центрів поліконденсації та зародкоутворення. В подальшому утворена реакційна суміш, яка являла собою безбарвний розчин катіонів  $\text{FeF}_6^{3-}$ , витримувалась в автоклаві протягом 4 годин при температурі  $80^\circ\text{C}$  з наступним охолодженням до кімнатної температури. Отриманий рожевий осад  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  кількаразово промивали етанолом з постійним перемішуванням при  $80^\circ\text{C}$  на повітрі для видалення непрореагованого HF та надлишку води і висушували при  $100^\circ\text{C}$  протягом 1 години в аргонній атмосфері. Для отримання безводного  $\text{FeF}_3$  ромбоєдричної модифікації було застосовано подальший відпал синтезованого кристалогідрату  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  в аргонній атмосфері при температурах  $150$  та  $180^\circ\text{C}$  протягом 12 годин у кожному випадку. Наноккомпозити  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{C}$  та  $\text{FeF}_3 / \text{C}$  було сформовано шляхом ультразвукової обробки на протязі 2 годин механічної суміші попередньо отриманих відповідних базових матеріалів та ацетиленової сажі у ваговому співвідношенні 80 / 20 в дисперсному середовищі ацетону.

**Методи дослідження.** Рентгенодифрактометричні дослідження здійснювалися із застосуванням дифрактометра ДРОН-3.0 з фокусуванням рентгенівських променів за схемою Брегга-Брентано у випромінюванні мідного аноду ( $\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$ ) та Ni-фільтром. Для вивчення надтонких взаємодій використано метод месбауерівської спектроскопії (прилад MS-1104Em, режим постійних прискорень, джерело  $\gamma$ -квантів – ізоотоп  $\text{Co}^{57}$  активністю 100 мКи у хромовій матриці, ширина лінії металічного  $\alpha\text{-Fe}$  рівна  $0,21 \text{ мм/с}$ , калібрування ізомерних зсувів відносно  $\alpha\text{-Fe}$ ). Визначення структурно-адсорбційних характеристик проводилося шляхом аналізу ізотерм сорбції азоту при температурі  $T = -195,75^\circ\text{C}$  ( $77,4^\circ\text{K}$ ) на автоматичному сорбтометрі Quantachrome Autosorb (Nova 2200e). Зразки заздалегідь дегазували у вакуумній камері із залишковим тиском  $\sim 1,3 \text{ Па}$  при температурах  $80 - 120^\circ\text{C}$  протягом 2 годин. Морфологічні дослідження структури проводились на растровому електронному мікроскопі VEGA3 TESCAN.

## II. Результати і їх обговорення

Згідно результатів рентгенофазового аналізу (РФА) (рис. 1, а) отриманий матеріал після висушування при  $100^\circ\text{C}$  протягом 1 години в аргонній атмосфері являє собою  $\beta$ -форму кристалогідрату трифториду заліза ( $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , PDF: 32-0464 [6]) із модифікованим кристалогідратним базисом запропонованим нами в

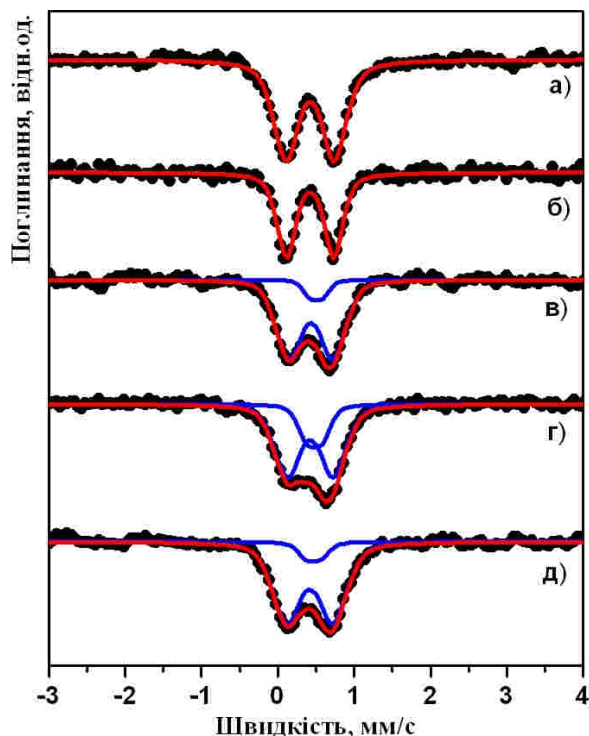


**Fig. 1.** Experimental diffraction of iron fluoride (a) and its  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{C}$  nanocomposite (b) (point) and the results of their analysis (lines). Experimental diffractogram of authors [9] entered into the database PDF: 32-0464 shows below.

роботі [7], де була проведена зміна значень координат для іонів  $\text{F}^-$  та  $\text{O}^{2-}$  в позиціях (8g) із  $(0,2754; 0,1025; 0,1394)$  (координати приведені в роботі [8], PDF: 85-0404, ICSD #14134) на  $(0,2754; 0,1025; 0,8794)$ . Це також підтверджується результатами месбауерівської спектроскопії (рис. 2, а), згідно яких для ядер  $\text{Fe}^{57}$  в структурі даного матеріалу характерний тільки один тип ближнього оточення – октаєдричні позиції локалізації месбауерівських ядер, про що свідчить єдина дублетна компонента, яка формує резонансний спектр зразка, із параметрами  $I_s = 0,42 \text{ мм/с}$  та  $Q_s = 0,63 \text{ мм/с}$ .

Як свідчать мікроскопічні зображення даного зразка (рис. 3, а), основними макроструктурними елементами матеріалу є призматичні блоки із середніми розмірами близько  $5 \times 5 \times 10 \text{ мкм}$ , що відповідає тетрагональній структурі (просторова група  $P4/nS$ , федорівська група 85) фази  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ . Отримані результати добре узгоджуються із даними авторів [10], які, використовуючи гідротермальний метод із застосуванням ПАР, також відмічали, що основними макроструктурними елементами синтезованої фази  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  є тетрагональні блоки мікронних розмірів. Однак на мікрофотографії бічної грані окремого призматичного блоку (рис. 3, б) чітко зафіксовано, що він являє собою агломерат окремих часток форма яких близька до сферичної із розмірами не більше  $50 \text{ нм}$ .

В даному випадку форма основних мікроструктурних елементів у вигляді мікросфер зумовлена застосуванням цетилтриметиламонію броміду (ЦТАБ). Дана катіонна ПАР одночасно також є формують формують агентом, і при концентрації  $>0,05 \text{ г/см}^3$  у водних розчинах утворює сферичні міцели з позитивно зарядженою поверхнею, що створює на етапі поліконденсації катіонів  $\text{FeF}_6^{3-}$  передумови до формування частинок сферичної



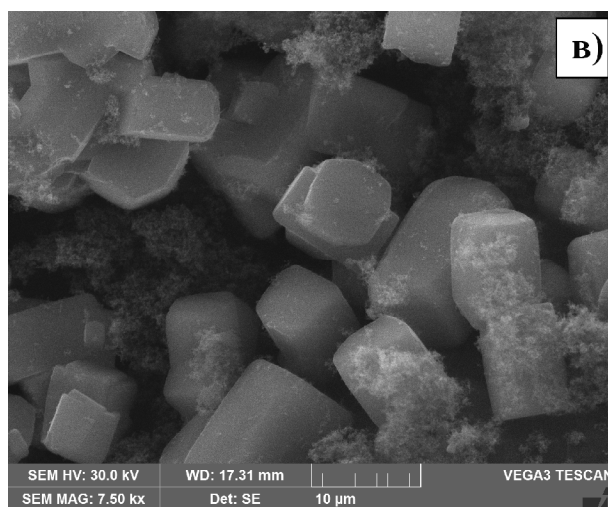
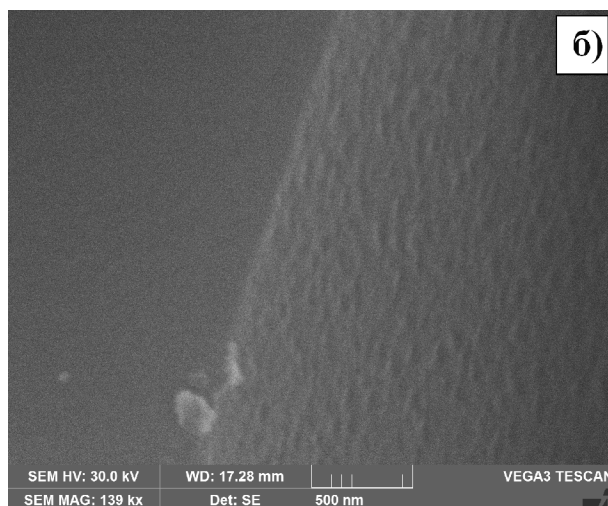
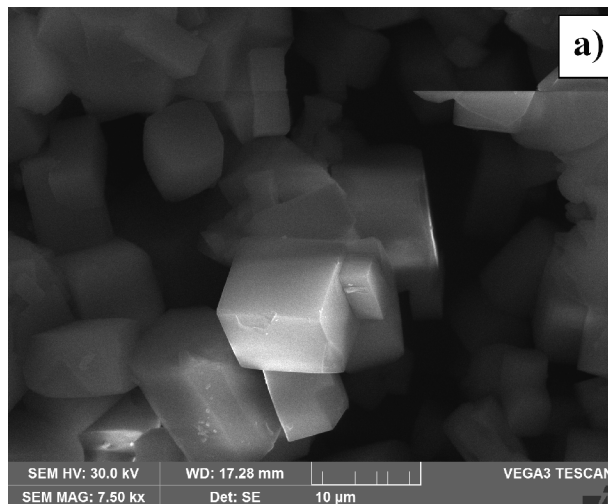
**Fig. 2.** Mössbauer spectra (points) of iron fluoride (a),  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{C}$  nanocomposite (b), dehydrated samples in an argon atmosphere during 12 hours at of  $150\text{ }^\circ\text{C}$  (a) and  $180\text{ }^\circ\text{C}$  (d) and  $\text{FeF}_3 / \text{C}$  nanocomposite (e) generated from the sample dehydrated at  $180\text{ }^\circ\text{C}$ . The lines of the points presented the results of approximation of a line separate partial components.

форми. Оцінені на основі даних РФА середні розміри областей когерентного розсіювання (ОКР) при використанні побудови Вільямсона-Холла в припущенні частинок сферичної форми, становлять близько 36 нм. При цьому зафіксоване значення величини питомої площі поверхні даного зразка  $18\text{ м}^2/\text{г}$  також підтверджує факт наявності основних мікроструктурних елементів нанометричних розмірів (мікросфер в даному випадку), які об'єднані в агломерати мікронних розмірів (тетрагональні блоки).

Згідно результатів РФА для матеріалу отриманого шляхом дегідратації синтезованої фази  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  в аргонівій атмосфері при температурі  $150\text{ }^\circ\text{C}$  характерним є наявність значної аморфної складової на фоні якої спостерігаються чітко виражені сильно уширені рефлекси, що відповідають єдиній фазі  $\gamma\text{-FeF}_3$  ромбодричної модифікації (рис. 4, а). Середній розмір ОКР даної фази становить близько 6 нм.

Месбауерівський спектр, отриманий для даного матеріалу (рис. 2, в), містить незначну дублетну компоненту (10 %) із близьким до нуля значенням квадрупольного розщеплення  $Q_S = 0,17\text{ мм/с}$  та ізомерним зсувом  $I_S = 0,42\text{ мм/с}$ , яка відповідає безводній формі трифториду заліза, тобто в даному випадку фазі  $\gamma\text{-FeF}_3$ . Натомість, основна дублетна

складова (90 %) із параметрами  $I_S = 0,43\text{ мм/с}$  та  $Q_S = 0,57\text{ мм/с}$  вказує на наявність у даному матеріалі значної кількості залишкових молекул  $\text{H}_2\text{O}$  або ж груп  $\text{OH}$ , що й призводить до виникнення значного градієнта електричного поля на резонансних ядрах  $\text{Fe}^{57}$ , і відповідно до відмінного від нуля значення

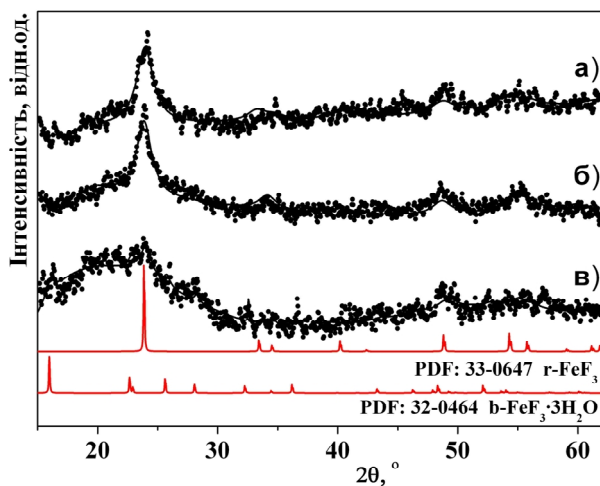


**Fig. 3.** SEM images of  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (a, b) and  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{C}$  nanocomposite (c).

квадрупольного розщеплення.

Таким чином, в даному випадку спостерігаємо відмінний від класичного механізм дегідратації фази  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , який протікає без утворення проміжної фази НТВ- $\text{FeF}_3 \cdot 0,33\text{H}_2\text{O}$  із структурою гексагональної вольфрамової бронзи. Зафіксований результат очевидно знаходить своє пояснення беручи до уваги наявність в складі синтезованого вихідного монофазного матеріалу  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  молекул ЦТАБ, які при температурі дегідратації  $150^\circ\text{C}$  розкладаються, що призводить до значної аморфізації матеріалу і, як наслідок, відкриває можливість перебігу фазового переходу  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{r-FeF}_3$ . Однак при цьому значна частина видалених із структури  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  молекул води залишається сорбованою на поверхні часток отриманого матеріалу. Цьому сприяє збільшення в процесі дегідратації величини питомої площі поверхні досліджуваного зразка із  $18 \text{ м}^2/\text{г}$  до  $50 \text{ м}^2/\text{г}$ . Зафіксовані факти також добре узгоджуються із спостережуваним уширенням лінії (0,41 мм/с) основної дублетної компоненти месбауерівського спектру даного зразка.

Збільшення температури дегідратації до  $180^\circ\text{C}$  призводить до перерозподілу інтегральної інтенсивності парціальних дублетних складових месбауерівського спектру матеріалу (рис. 2, г). Відносний вміст дублетної компоненти із параметрами  $I_S = 0,47 \text{ мм/с}$  та  $Q_S = 0,20 \text{ мм/с}$ , яка формується в результаті резонансного поглинання ядрами  $\text{Fe}^{57}$ , що містяться в структурі фази  $\text{r-FeF}_3$ , зростає до 24 %. При цьому спостерігається також зростання величини питомої площі поверхні



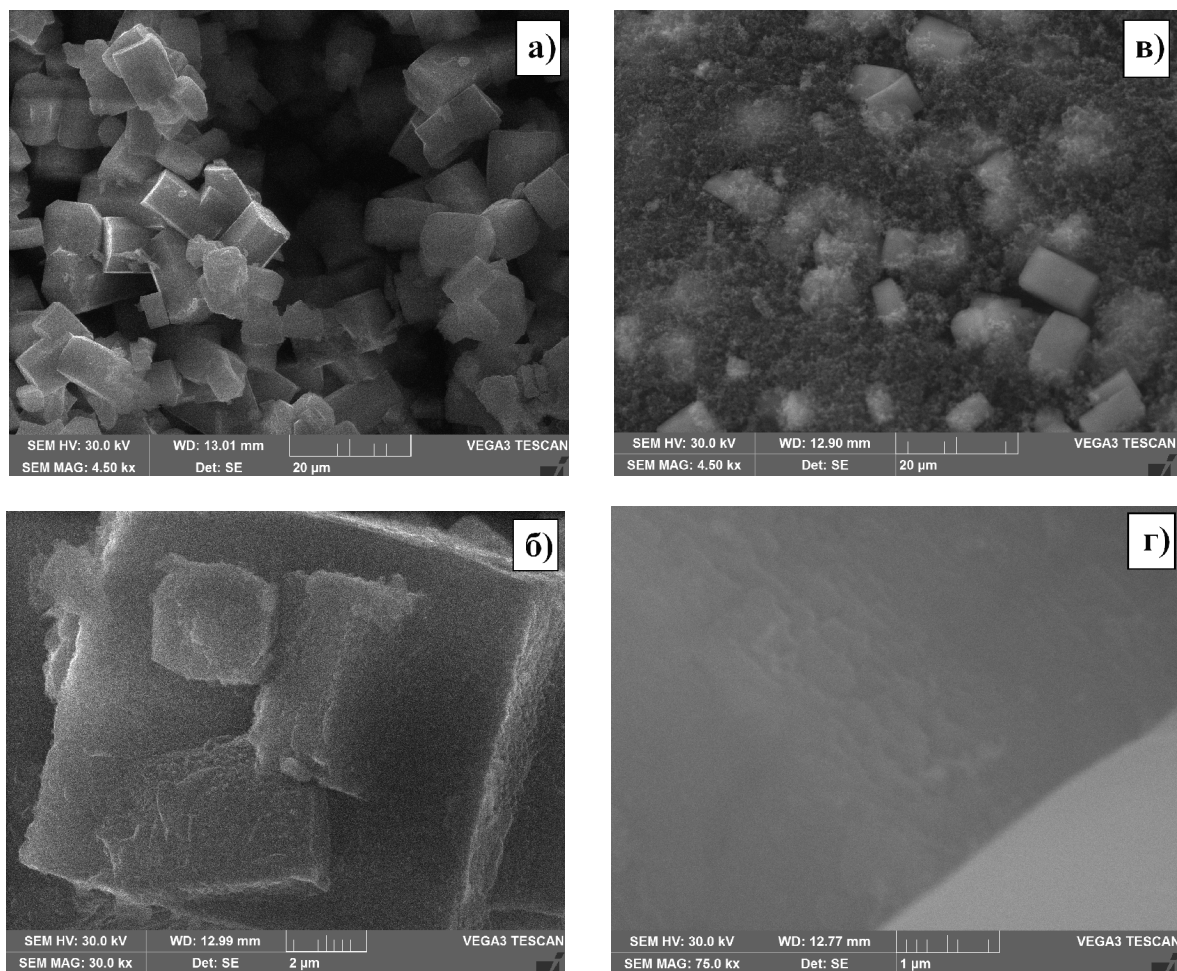
**Fig. 4.** Experimental diffraction pattern (point) of the samples dehydrated in an argon atmosphere at  $150^\circ\text{C}$  (a) and  $180^\circ\text{C}$  (b) during 12 hours and  $\text{FeF}_3 / \text{C}$  nanocomposite (c) generated from the sample dehydrated at  $180^\circ\text{C}$ . The lines are presented the results of their analysis are given below for reference diffractions  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{r-FeF}_3$  phase.

досліджуваного зразка до  $70 \text{ м}^2/\text{г}$ . Зафіксовані результати свідчать про більш ефективне видалення в даному випадку молекул  $\text{H}_2\text{O}$  із складу досліджуваного зразка. Рентгенівські дифрактограми зразків дегідратованих при температурах  $150^\circ\text{C}$  (рис. 4, а) та  $180^\circ\text{C}$  (рис. 4, б) є практично ідентичними. Для зразка дегідратованого при  $180^\circ\text{C}$  також характерним є наявність значної аморфної складової на фоні якої спостерігаються чітко виражені сильно уширені рефлекси єдиної рентгенокристалічної фази  $\text{r-FeF}_3$  (рис. 4, б). Аморфізація матеріалу чітко відображається на отриманих мікрофотографіях (рис. 5, а, б) як зменшення щільності тетрагональних блоків при збереженні їх загальної форми. Також характерним для даного зразка є збільшення середнього розміру ОКР фази  $\text{r-FeF}_3$ , який в даному випадку становить близько 8 нм, на що вказує зафіксоване звуження ширини ліній основних рефлексів даної фази.

Таким чином, при подальшому піднятті температури дегідратації очевидно буде зберігатись тенденція до укрупнення та спікання часток фази  $\text{r-FeF}_3$ , що є небажаним результатом з точки зору досягнення мети даної роботи – отримання матеріалу із частинками нанометричного розміру для вирішення кінетичних проблем транспорту йонів літію в його структурі.

Для вирішення проблеми низької провідності даного класу матеріалів нами на основі базових зразків – синтезованого в присутності ПАР  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  та продукту його дегідратації в атмосфері аргону при температурі  $180^\circ\text{C}$  на протязі 12 год, основною фазою якого є  $\text{r-FeF}_3$  – сформовано відповідні наноккомпозити  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{C}$  та  $\text{r-FeF}_3 / \text{C}$  шляхом ультразвукової обробки на протязі 2 годин їх механічної суміші з ацетиленою сажею у ваговому співвідношенні 80/20 в дисперсному середовищі ацетону.

Мікроскопічні зображення отриманих наноккомпозитів  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{C}$  (рис. 3, в) та  $\text{r-FeF}_3 / \text{C}$  (рис. 5, в, г) демонструють ефективність застосованого способу їх формування, який забезпечує достатньо рівномірне покриття основних макроструктурних елементів базових фаз – агломератів у вигляді тетрагональних блоків – струмопровідним агентом. Водночас ультразвукова обробка не призводить до руйнування агломератів, однак у випадку наноккомпозиту  $\beta\text{-FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{C}$  відбувається часткова зміна форми блоків. Спостерігається округлення гострих кутів внаслідок зшліфовування ребер тетрагонів в процесі ультразвукового помолу (рис. 3, в). Для наноккомпозиту  $\text{r-FeF}_3 / \text{C}$  натомість характерним є зшліфовування усіх бічних граней тетрагонів, що чітко простежується порівнюючи мікрофотографії окремо збільшених тетрагональних блоків даного матеріалу (рис. 5, г) та дегідратованого зразка при температурі  $180^\circ\text{C}$  (рис. 5, б).



**Fig. 5.** SEM images of dehydrated sample in an argon atmosphere at 180 °C (a, b) during 12 hours and its FeF<sub>3</sub> / C nanocomposite (c, d).

Рентгенівська дифрактограма нанокompозиту  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O / C (рис. 1, б) характеризується появою додаткового рентгеноаморфного гало порівняно із дифрактограмою базового матеріалу (рис. 1, а), яке очевидно формується від ацетиленової сажі та часток фази  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O в рентгеноаморфному стані, що утворюються в процесі зшліфовування ребер тетрагонів, кількісний вклад яких в даному випадку не підлягає коректній оцінці. Однак при цьому параметри месбауерівських спектрів вихідного матеріалу та відповідно сформованого нанокompозиту  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O / C (рис. 2, а, б) є повністю ідентичними. Спостерігається тільки зменшення ширини резонансних ліній від 0,38 мм/с у випадку базового матеріалу до 0,29 мм/с для нанокompозиту  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O / C, що вказує на зменшення впливу розмірного фактору та свідчить на користь збільшення ступеня кристалічності фази  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O. Даний факт підтверджується також зафіксованим збільшенням середнього розміру ОКР фази  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O внаслідок ультразвукової обробки до 42 нм та зменшенням до 8 м<sup>2</sup>/г величини питомої площі поверхні нанокompозиту  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O / C. Таким чином, в даному випадку ультразвукова обробка призводить до часткової відбудови кристалічної ґратки фази  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O і зафіксоване

на дифрактограмі нанокompозиту  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O / C рентгеноаморфне гало в діапазоні кутів  $2\theta = 17$ -27° формується від ацетиленової сажі, яка перебуває в рентгеноаморфному стані.

Для нанокompозиту  $\gamma$ -FeF<sub>3</sub> / C характерною є практично повна аморфізація кристалічної структури фази  $\gamma$ -FeF<sub>3</sub>. На відповідній дифрактограмі (рис. 4, в) спостерігається значне рентгеноаморфне гало на фоні якого слабо фіксуються незначні сліди основних рефлексів даної фази. Одночасно із цим також необхідно відмітити появу незначних слідів основних рефлексів фази  $\beta$ -FeF<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O порівняно із дифрактограмою зразка дегідратованого в атмосфері аргону при температурі 180 °C основною фазою якого є  $\gamma$ -FeF<sub>3</sub>. Здійснення коректного кількісного аналізу в даному випадку не є можливим. При цьому величина питомої площі поверхні нанокompозиту  $\gamma$ -FeF<sub>3</sub> / C залишається практично незмінною і становить 69 м<sup>2</sup>/г.

Результати месбауерівських досліджень нанокompозиту  $\gamma$ -FeF<sub>3</sub> / C (рис. 2, д) також свідчать про зменшення інтегральної інтенсивності дублетної компоненти із параметрами  $I_S = 0,47$  мм/с та  $Q_S = 0,20$  мм/с, яка відповідає фазі  $\gamma$ -FeF<sub>3</sub>, до 10 % порівняно із базовим матеріалом (24 %). Одночасно із цим зафіксовано незначний ріст ширини

резонансних ліній основної дублетної компоненти із параметрами  $I_S = 0,42$  мм/с та  $Q_S = 0,60$  мм/с, до 0,44 мм/с та величину її інтегральної інтенсивності до 90 %, що підтверджує зростання аморфної складової відповідного базового матеріалу.

## Висновки

В даній роботі методом сольвотермального синтезу при наявності в реакційному середовищі катіонної ПАР (ЦТАБ) отримано  $\beta$ -форму фази  $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  для якої характерним є наявність основних мікроструктурних елементів нанометричних розмірів із формою близькою до сферичної (36 нм), які об'єднані в агломерати мікронних розмірів у вигляді тетрагональних блоків ( $5 \times 5 \times 10$  мкм). Зафіксовано відмінний від класичного механізм повної дегідратації фази  $\beta$ - $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , який протікає без утворення проміжної сполуки  $\text{HTB-FeF}_3 \cdot 0,33\text{H}_2\text{O}$ , що очевидно зумовлено наявністю в складі синтезованого вихідного матеріалу молекул ЦТАБ, які при температурах дегідратації 150-180 °С розкладаються, що призводить до значної аморфізації матеріалу і, як наслідок, відкриває можливість перебігу прямого фазового переходу  $\beta$ - $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{r-FeF}_3$ . При цьому середні розміри ОКР фази  $\text{r-FeF}_3$  становлять близько 6-8 нм, однак, згідно результатів месбауерівської

спектроскопії, відпалені зразки містять значну частину аморфізованих гідратованих фаз трифториду заліза (76-90%). При піднятті температури дегідратації зафіксовано тенденцію до укрупнення та подальшого спікання часток фази  $\text{r-FeF}_3$ .

Також в роботі показано ефективність використання методу ультразвукової диспергації для формування нанокмполітивів типу «трифторид заліза / ацетиленова сажа» на основі синтезованих базових матеріалів з основними рентгеноструктурними фазами  $\beta$ - $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  та  $\text{r-FeF}_3$ , який забезпечує достатньо рівномірне покриття основних макроструктурних елементів базових фаз – агломератів у вигляді тетрагональних блоків – струмопровідним агентом.

**Мокляк В.В.** – кандидат фізико-математичних наук, старший науковий співробітник лабораторії фізики магнітних плівок;

**Коцюбинський В.О.** – доктор фізико-математичних наук, професор, професор кафедри матеріалознавства та новітніх технологій;

**Груб'як А.Б.** – науковий співробітник теми «Фотокаталітичні властивості нанодисперсних систем на основі мехзопористих оксидів заліза та титану»;

**Збіглей Л.З.** – аспірантка.

- [1] T. Li, L. Li, Y.L. Cao, X.P. Ai, H.X. Yang, J. Phys. Chem. 114, 3190 (2010).
- [2] Li Liu, Haipeng Guo, Meng Zhou, Qiliang Wei, Zhenhua Yang, Hongbo Shu, Xiukang Yang, Jinli Tan, Zichao Yan, Xianyou Wang, Journal of Power Sources 238, 501 (2013).
- [3] L. Liu, M. Zhou, L.H. Yi, H.P. Guo, J.L. Tan, H.B. Shu, X.K. Yang, Z.H. Yang, X.Y. Wang, J. Mater. Chem. 22, 17539 (2012).
- [4] F. Badway, N. Pereira, F. Cosandey, G.G. Amatucci, Journal of the Electrochemical Society 150, A1209 (2003).
- [5] J. Wang, X. Sun, Energy & Environmental Science 5, 5163 (2012).
- [6] M. C. Morris, F. H. McMurdie, H. Eloise, B. Paretzkin, Standart X-ray Diffraction Powder Patterns (Nat. Bur. Stand Washington, D.C.: Monogr 25-Sec 17. 1980), p. 114.
- [7] V.V. Moklyak, V.O. Kotsyubyns'kyu, P.I. Kolkovs'kyu, A.B. Hrub"yak, L.Z. Zbihley, Metallofyzyka u noveyshye tekhnolohyy 37 (3), 355 (2015).
- [8] G. Teufer, Acta Cryst., (Engineering Materials Laboratory, Engineering Department, E.I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, Delaware, U.S.A )(Thesis Received 19 May 1964): p. 1480.
- [9] MC Morris, HF McMurdie, EH Evans et al., X-ray diffraction powder patterns, (National bureau of standards, Washington, 1981).
- [10] Tan J., Liu L., Hu H., Yang Z., Guo H., Wei Q., Shu H, J POWER SOURCES. 251, 75 (2014).

V.V. Moklyak<sup>1</sup>, V.O. Kotsyubynsky<sup>2</sup>, L.Z. Zbihlei<sup>1</sup>, A.B. Hrubciak<sup>2</sup>

## Morphological and Structural Characteristics of the Iron Fluoride Prepared by Solvothermal Synthesis

<sup>1</sup>*Institute of Metal Physics, National Academy of Science, 36 Ac. Vernadsky Boulevard., Kyiv, 03680, Ukraine, [mvvmcv@mail.ru](mailto:mvvmcv@mail.ru)*

<sup>2</sup>*Vasyl Stefanyk Precarpathian National University, 57 Shevchenko Str., Ivano-Frankivsk, 76025, Ukraine, [v\\_kotsyubynsky@mail.ru](mailto:v_kotsyubynsky@mail.ru)*

In this communication we demonstrate the fast and facile preparation of nanoparticles hydrated and anhydrous iron trifluoride by solvothermal synthesis using the surface active substances. The iron fluoride/acytlen black composites were prepared by ultrasonic treatment. The analysis of the crystal microstructure and morphological properties of the material received.

**Keywords:** iron fluoride, nanoparticles, solvothermal synthesis, crystal structure, dehydration, Mössbauer spectroscopy.