

## Formulár ZK - Záverečná karta projektu

Riešiteľ: Ing. Michal Korenko, PhD.	Evidenčné číslo projektu: APVV-51-008104
Názov projektu: Fyzikálno-chemické a termodynamické vlastnosti priemyselne dôležitých fluoridových tavenín na báze hliníka, nióbu a tantalu.	

Na ktorých pracoviskách bol projekt riešený:	Slovenská akadémia vied, Ústav anorganickej chémie
Ktoré zahraničné pracoviská spolupracovali pri riešení (názov, štát): (viac je možné nájsť aj vo „Výstupy a prínosy IV.“)	<p>1) CRMHT-CNRS Centre de Recherche sur les Matériaux à Haute Température, Orléans, Francúzsko (vysokoteplotná NMR spektroskopia)</p> <p>2) Institute of Chemistry and Technology of Rare Elements and Mineral Raw Materials, Kola Science Centre of the RAS, Apatity Rusko (vysokoteplotná elektrochémia)</p> <p>3) École Polytechnique, IUSTI CNRS UMR 6595, Marseille, Francúzsko (diferenčná skenovacia kalorimetria)</p> <p>4) Hahn-Meitner-Institut, Berlin Nemecko (merania neutrónovej difrakcie pri vysokých teplotách).</p> <p>5) Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung (BESSY), Berlín, Nemecko, (merania RTG práškovej difrakcie pri vysokých teplotách využívajúcej synchrotrónový zdroj žiarenia).</p>

Udelené patenty alebo podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory vychádzajúce z výsledkov projektu:	
Publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu (uved'te i publikácie prijaté do tlače alebo pripravované):  <i>Uvádzajte maximálne päť najvýznamnejších publikácií.</i>	<p>1) F. Šimko, A. Rakhmatullin, M. Boča, V. Daněk and C. Bessada, A High Temperature Multinuclear NMR Study of <math>\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-FeO}</math> and <math>\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-Fe}_2\text{O}_3</math> Melts, <i>Eur. J. Inorg. Chem.</i> (2006) 4528-4532</p> <p>2) M. Korenko, Interfacial Tension between Aluminum and Cryolite Alumina Melts, <i>Journal of Chemical &amp; Engineering Data</i>, (2008), akceptované</p> <p>3) M. Kucharík, R. Vasiljev, Surface Tension of the System <math>\text{NaF-AlF}_3\text{-Al}_2\text{O}_3</math> and Surface Adsorption of <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math>. <i>Z.Naturforsch.</i> <b>61a</b>, (2006) 389-398.</p> <p>4) M. Boča, V. Danielik, Z. Ivanová, E. Mikšíková, B. Kubíková, Phase Diagram of the System <math>\text{KF-K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}_5</math>, <i>Journal of Thermal Analysis and Calorimetry</i> <b>90</b>, (2007), 159-165.</p> <p>5) F. Šimko, M. Boča, Phase Analysis of the Binary System of Cryolite (<math>\text{Na}_3\text{AlF}_6</math>) and Sodium Metasilicate (<math>\text{Na}_2\text{SiO}_3</math>), <i>Helvetica Chimica Acta</i> <b>90</b>, (2007), 1529-1537</p>
V čom vidíte uplatnenie výsledkov tohto projektu:	Výsledky projektu predstavujú bázu základných dát fyzikálno-chemických vlastností priemyselne zaujímavých fluoridových tavenín.

Podpisom záverečnej karty riešiteľ vyjadruje svoj súhlas ku zverejneniu údajov v nej uvedených.

Podpis riešiteľa: .....

Dátum: 11.01.2008

## Charakteristika výsledkov

Evidenčné číslo: APVV-51-008104

### Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu (max. 20 riadkov) - slovensky:

1. Boli stanovené fázové rovnováhy v fluoridových systémoch  $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaVO}_3$ ,  $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-Na}_2\text{SiO}_3$ ,  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7$ ,  $\text{KF-Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}_5$  a  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}_5$  metódou termickej analýzy. Boli vypočítané Gibbsove a dodatkové Gibbsove energie sústavy. Bola urobená analýza systémov pomocou rtg. práškových difrakčných záznamov a IČ spektier.
2. Boli stanovené fyzikálno-chemické vlastnosti systému  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}_5$ : hustota a molárny objem (Archimedovou metódou), povrchové napätie (metódou maximálneho tlaku plynovej bublinky) a viskozita systému  $\text{FLINAK-K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}_5$  (použitím vysokoteplotného oscilačného viskozimetra). Bol urobený výpočet závislosti molárneho objemu, povrchového napätia a viskozity od zloženia.
3. Boli zmerané vodivostné vlastnosti systému  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7$ .
4. Boli zmerané entalpie topenia zlúčenín  $\text{K}_3\text{TaF}_8$ ,  $\text{K}_3\text{TaOF}_6$ ,  $\text{Na}_3\text{FeF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{TaO}_2\text{F}_4$  ako aj zmiešavacie entalpie systémov  $\text{KF-K}_2\text{NbF}_7$  a  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7$ .
5. Boli zmerané NMR charakteristiky sústav  $\text{K}_2\text{NbF}_7\text{-Nb}_2\text{O}_5$  multijadrovou NMR technikou roztavených sústav a taktiež quenchovaných a voľne ochladených tavenín pomocou MAS techník. Okrem toho boli zmerané  $^{19}\text{F}$  MAS NMR spektrá látok  $\text{K}_3\text{TaOF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{TaO}_2\text{F}_4$ ,  $\text{K}_3\text{NbOF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{NbO}_2\text{F}_4$ ,  $\text{KTaF}_6$ ,  $\text{K}_2\text{TaF}_7$ ,  $\text{K}_3\text{TaF}_8$ ,  $\text{KNbF}_6$ ,  $\text{K}_2\text{NbF}_7$  a  $\text{K}_3\text{NbF}_8$ .
6. Boli zmerané medzifázové napätia v sústavách  $\text{Al / Na}_3\text{AlF}_6 - \text{AlF}_3(\text{NaF}) - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Na}_2\text{SO}_4(\text{NaVO}_3)$  a to aj *in-situ* v podmienkach elektrolýzy.
7. Metódou Rapid Solidification Processing (rýchlosť chladenia  $10^5$  K/s) sme pripravili hlboko podchladené vzorky  $\text{Na}_3\text{AlF}_6 - \text{Al}_2\text{O}_3$ . Tieto vzorky boli analyzované pomocou XRD, EDX, SEM, TEM, SIMS, IR a Raman spektroskopie. Vzorky vykazovali na povrchu zaujímavé nanoštruktúry.

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu (max. 20 riadkov) - anglicky:

1. They were determined the phase equilibria in the following systems;  $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaVO}_3$ ,  $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-Na}_2\text{SiO}_3$ ,  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7$ ,  $\text{KF-Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}_5$  a  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}_5$ . The systems were analyzed by thermal analysis and XRD analysis of the solidified melts. It was also calculated Gibbs energy and Gibbs excess energy of the systems.
2. They were determined the physico chemical properties of the system  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}$  (density and molar properties by Archimedean method and surface tension by maximum bubble pressure method). Viscosity of the system  $\text{FLiNaK - K}_2\text{TaF}_7\text{-Ta}_2\text{O}$  was determined by high temperature oscillation viscometer. It was also analyzed the relationship between molar volume, surface tension, viscosity and the composition of the system.
3. It was carried out the measurement of the electrical conductivity in the system  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7$ .
4. They were determined the enthalpy of fusion of the following compound  $\text{K}_3\text{TaF}_8$ ,  $\text{K}_3\text{TaOF}_6$ ,  $\text{Na}_3\text{FeF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{TaO}_2\text{F}_4$ . There were also analyzed the enthalpy of mixing of the systems  $\text{KF-K}_2\text{NbF}_7$  and  $\text{KF-K}_2\text{TaF}_7$ .
5. It was *in-situ* analyzed the molten system  $\text{K}_2\text{NbF}_7\text{-Nb}_2\text{O}_5$  by high temperature NMR spectroscopy. They were also analyzed the solidified (quenching or spontaneous solidified) samples of that system by MASS techniques. In addition, they were determined  $^{19}\text{F}$  MAS NMR spectra of the following compound  $\text{K}_3\text{TaOF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{TaO}_2\text{F}_4$ ,  $\text{K}_3\text{NbOF}_6$ ,  $\text{K}_3\text{NbO}_2\text{F}_4$ ,  $\text{KTaF}_6$ ,  $\text{K}_2\text{TaF}_7$ ,  $\text{K}_3\text{TaF}_8$ ,  $\text{KNbF}_6$ ,  $\text{K}_2\text{NbF}_7$  and  $\text{K}_3\text{NbF}_8$ .
6. It was determined, the interfacial tension between the molten aluminum and the systems  $\text{Na}_3\text{AlF}_6 - \text{AlF}_3(\text{NaF}) - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Na}_2\text{SO}_4(\text{NaVO}_3)$ . That was also carried out *in-situ* during the electrolysis.
7. They were prepared (by Rapid Solidification Processing, cooling rate  $10^6$  K/s) deeply undercooled samples of the system  $\text{Na}_3\text{AlF}_6 - \text{Al}_2\text{O}_3$ . Such prepared samples were analyzed by XRD, EDX, SEM, TEM, SIMS, IR a Raman spectroscopy. The samples show very interesting nanotubes on the surface.

Podpis riešiteľa: .....