

**ОСОБЕННОСТИ ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ СМЕШАННЫХ ГИДРОКСИДОВ ИНДИЯ
И ДИСПРОЗИЯ**

В.В. Орлов, В.В. Жек

Научный руководитель: профессор, д.х.н. Т.Д. Малиновская

Национальный исследовательский Томский государственный университет

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: zhhek_v@sibmail.com

**PECULIARITIES OF THERMAL DECOMPOSITION OF MIXED HYDROXIDES OF INDIA AND
DYSPROSIUM**

V.V. Orlov, V.V. Zhek

Scientific Supervisor: Prof., Dr. T.D. Malinovskaya

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: zhhek_v@sibmail.com

***Annotation.** The thermal decomposition of mixed indium and dysprosium hydroxides was studied using derivatographic and X-ray diffraction methods. It is shown that when the content of In-Dy-O is 10 at. % Dy at temperatures above 260 °C there is a crystallization of the phase of indium oxide doped with dysprosium. At 1000 °C a two-phase system is formed, consisting of indium oxide and hexagonal dysprosium indate.*

Введение. В современной микро- и нанoeлектронике одним из перспективных методов нанесения тонких пленок на заданные подложки является магнетронное напыление, в котором в качестве источника материала пленки используются керамические мишени, изготовленные из дисперсных оксидов металлов. Наиболее эффективным способом получения нанокристаллических порошков смешанных оксидов, содержащих несколько катионов, является химический метод, основанный на соосаждении смеси солей этих металлов путем нейтрализации щелочным агентом, фильтрации и промывке полученного осадка смешанного гидроксида, его сушке и дальнейшем прокаливании до соответствующего оксида [1]. Однако этот метод практически не изучен для получения порошков смешанных оксидов индия и диспрозия, в то время как известно эффективное использование пленок оксида индия, легированных диспрозием до 10 ат. %, в газовых датчиках [2] и, следовательно, существует потребность в создании соответствующих мишеней. Таким образом, актуальность изучения процесса термического разложения смешанных гидроксидов индия и диспрозия, лежащего в основе вышеописанного химического метода и являющегося целью настоящей работы, не вызывает сомнений.

Материалы и методы исследования. Химическое соосаждение гидроксидов диспрозия и индия осуществляли из их нитратных растворов при pH 7, так как ранее нами было установлено, что наиболее полное совместное осаждения диспрозия и индия из указанных растворов осуществляется в области значений pH 6–10 [3]. В качестве осадителя применялся 25 % водный раствор аммиака. После фильтрации и промывки полученного осадка смешанных гидроксидов дистиллированной водой и его сушки при 24 °C в течение 24 часов проводился термический анализ процесса разложения гидроксидов

на дериватографе NETZSCH STA 409 PC/PG при нагревании образцов до 1000 °С со скоростью 10 °С / мин. Фазовый состав порошков определяли методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре Rigaku Miniflex 600 с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения в интервале 10 ° – 90 ° (2 θ) с шагом сканирования 0,02 ° и скоростью съемки 2 град/мин. Идентификацию дифракционных максимумов проводили с помощью базы данных JSPDS.

Результаты эксперимента. На рис.1, 2 и 3 представлены дериватограммы образцов, полученных при осаждении гидроксида индия, гидроксида диспрозия и совместном осаждении гидроксидов индия и диспрозия, соответственно.

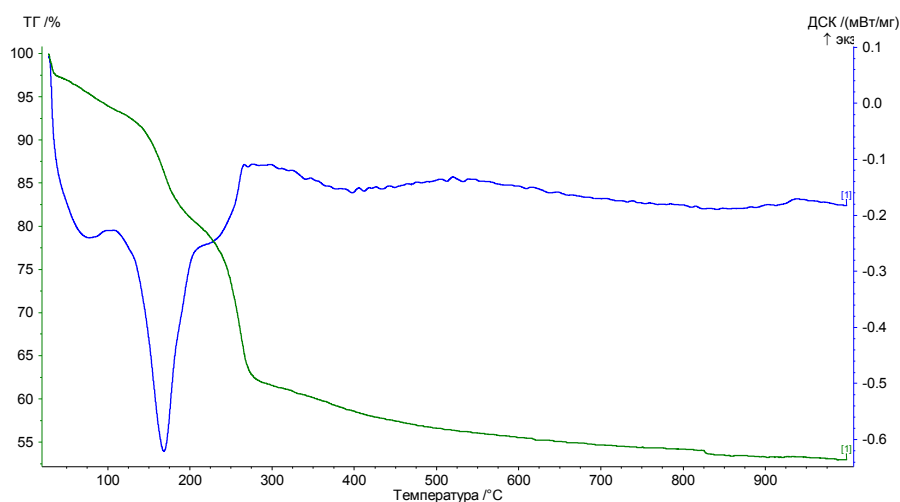


Рис. 1. Термо- и гравитограммы разложения гидроксида индия

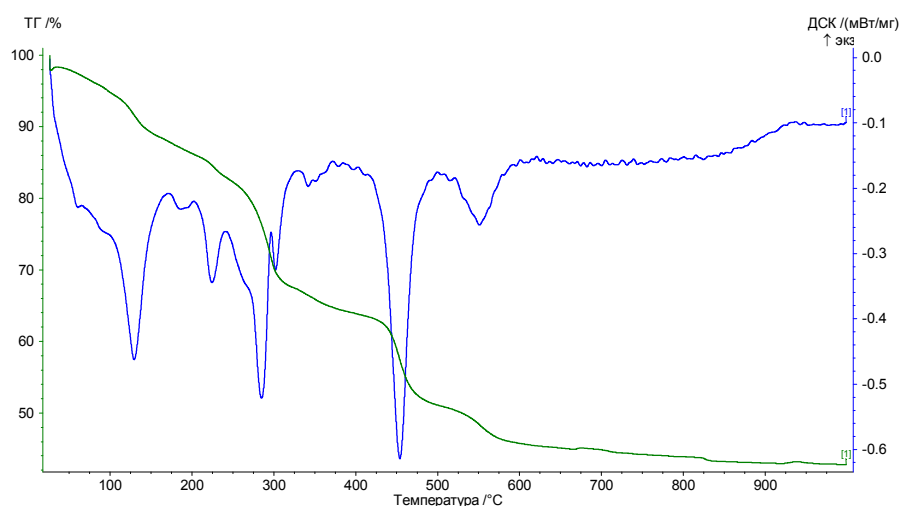


Рис. 2. Термо- и гравитограммы разложения гидроксида диспрозия

Термический анализ разложения гидроксида индия показал, что нагрев его осадка сопровождается удалением гидроксильных групп (эндотермический эффект при 169 °С) и процессом кристаллизации оксида индия (экзотермические эффекты в области 200–280 °С). Дифрактограммы порошков, полученных при отжиге гидроксида индия при температуре 260 °С, показали присутствие только одной кристаллической фазы – In_2O_3 кубической модификации. При термическом разложении гидроксида диспрозия на первом этапе наблюдается удаление молекулярной воды (эндоэффект при 130 °С), а затем гидроксильных групп (эндоэффекты при 187, 225, 285, 454, 551 °С). Дифрактограммы порошков,

полученных при отжиге гидроксида диспрозия при температуре 600 °С, показали присутствие только одной кристаллической фазы – Dy_2O_3 кубической модификации.

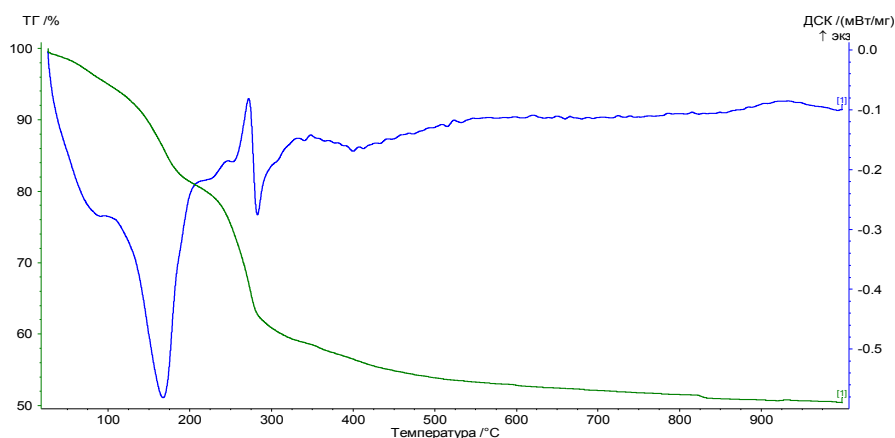


Рис. 3. Термо- и гравитограммы разложения соосажденных гидроксидов индия и олова. $[Dy]=10$ ат. %

При термическом разложении соосажденных гидроксидов индия и диспрозия (рис. 3) наблюдаются эндотермические эффекты при 169 °С и 283 °С, связанные с удалением гидроксильных групп индия и диспрозия, и экзотермические - в области 263 – 279 °С, обусловленные процессом кристаллизации оксида индия. Дифрактограммы порошков, полученных при отжиге соосажденных гидроксидов индия и диспрозия при температурах от 260 °С до 900 °С, показали присутствие только одной кристаллической фазы – In_2O_3 кубической модификации, но с увеличенными по сравнению со стандартным (10,1194 Å) значениями постоянной решетки: от 10,1622 Å при 310° С до 10,1741 Å при 900 °С. Это свидетельствует не только о замещения ионов индия In^{3+} в решетке его оксида ионами диспрозия Dy^{3+} , но и об увеличении степени такого замещения при увеличении температуры до 1000 °С, когда наряду с присутствием In_2O_3 с на дифрактограммах наблюдалось появление фазы $DyInO_3$.

Выводы. На основании проведенных исследований с привлечением методов термического и рентгенофазового анализов были установлены особенности термического разложения смешанных гидроксидов индия и диспрозия. Показано, что при содержании в системе In-Dy-O 10 ат. % Dy при температурах выше 260 °С наблюдается кристаллизация фазы оксида индия, легированного диспрозием. При 1000 °С формируется двухфазная система, состоящая из оксида индия и индата диспрозия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шабанова Н.А., Попов В.В., Саркисов П.Д. Химия и технология нанодисперсных оксидов. – М.: Академкнига, 2006. – 309 с.
2. Kanica Anand, R. Thangaraj, Nipin Kohli, and Ravi Chand Singh Structural, optical and ethanol gas sensing properties of In_2O_3 and $Dy^{3+} : In_2O_3$ nanoparticles // AIP Conference Proceedings. – 2014. – Vol. 1591. – P. 477.
3. Malinovskaya T.D., Suslyayev V.I., Zhek V.V., Lysak I.A., Melentyev S.V., Dorozhkin K.V., Korovin E.Y., Pavlov S.V. Properties of polydisperse tin-doped dysprosium and indium oxides // MATEC Web of Conferences. – 2017. – Vol. 96. P. 00010.