УДК 546.05-06

# Влияние механической обработки в шаровой мельнице на гранулометрический состав порошков на основе алюминатов граната

Д.Е. Деулина, В.Д. Пайгин, И.Н. Шевченко, Ч. Лю Научный руководитель: профессор, д.т.н. О.Л. Хасанов Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050 E-mail: ded5@tpu.ru

# The effect of mechanical processing in a ball mill on the granulometric composition of powders based on garnet aluminates

<u>D.E. Deulina</u>, V.D. Paygin, I.N. Shevchenko Scientific Supervisor: Prof., Dr. O.L. Khasanov Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050 E-mail: ded5@tpu.ru

**Abstract.** In this work, the synthesis of powders based on yttrium-aluminum garnet was carried out, with the addition of 0.1 vol % cerium by chemical precipitation. It was found that an increase in the duration of mixing leads to a decrease in the average particle size of powders from 60,54 to 7,03 microns.

**Key words**: yttrium-aluminum garnet, cerium ions, chemical precipitation, mixing duration, granulometric composition.

#### Введение

Согласно диаграмме состояний системы  $Y_2O_3$ - $A1_2O_3$  в ней существуют три псевдобинарных соединения, включая кубический иттрий-алюминиевый гранат (YAG, Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>) [1], который кристаллизуется в кубической сингонии, имеет элементарную І-ячейку и пространственную группу Іа-3*d*; гексагональный и орторомбический алюминат иттрия (YAP, кристаллизуется искаженный перовскит YAlO<sub>3</sub>) [2] В ромбической пространственная группа Рпта и моноалюминат иттрия (YAM, Y4Al2O9) [3], который обладает структурой ромбического перовскита с пространственной группой Pbnm (Dgh16). YAG, активированный ионами редкоземельных элементов ( $Nd^{3+}$ ,  $Ce^{3+}$ ,  $Yb^{3+}$ ,  $Eu^{3+}$  и др.), применяется в лазерной и светодиодной технике [4]. Распространенными методами для синтеза порошков на основе алюминатов граната-являются твердофазный синтез, золь-гель, самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), химическое осаждение, криохимический синтез, алкоксо-технология [5]. Химическое осаждение не требует дорогостоящего оборудования, обеспечивает высокий выход порошка, масштабируется и является экономически эффективным. Однако, для применения порошков иттрий-алюминиевого граната в различных сферах необходимо синтезировать порошок с заданной морфологией, фазовым и гранулометрическим составом.

В данной работе проведено проведен синтез порошков на основе иттрий-алюминиевого граната, с добавление 0,1 об % церия методом химического осаждения. Исследовано влияние продолжительности механической обработки в шаровой мельнице прекурсоров на гранулометрический состав синтезированных порошков алюминатов граната, активированных церием.

### Экспериментальная часть

Порошки системы оксид иттрия — оксид алюминия были синтезированы методом обратного осаждения. В качестве исходных компонентов использовали нитрат иттрия  $Y(NO_3)_3$  (Реахим, Россия), нитрат алюминия  $Al(NO_3)_3$  (Реахим, Россия) и нитрат церия

Се(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (Реахим, Россия). Из нитратов иттрия, алюминия и церия были получены 1 молярные растворы с использованием дистиллированной воды. Растворы смешивали в соотношении 3:5 нитрата иттрия и нитрата алюминия соответственно. Содержание нитрата церия во всех растворах составило 0,1 об. %. Осаждение суспензии из водных растворов проводили по методу обратного осаждения, путем покапельного добавления раствора в осадитель. В качестве осадителя использовали аммиак (NH<sub>3</sub>) (Сигма Тек, Россия). Выделение осуществляли при помощи способа фильтрации. Затем полученный прекурсор сушили на воздухе при температуре 80 °C до полного испарения влаги. После чего было проведено сухое перемешивание синтезированных порошков в течение 6, 12, 24 и 48 часов при помощи шаровой мельницы МЛШ-01 (Промстроймаш, Россия). Соотношение мелющих тел к порошку составляло 5:1. Термическую обработку полученных порошков проводили на воздухе при температурах 1000 °C в течение 3 часов в атмосферной высокотемпературной печи LAC VP 20/70, LAC Ltd (Чехия). Оценка гранулометрического состава порошка была проведена методом лазерной дифракции (Shimadzu SALD-7101, Япония), в качестве дисперсионной среды использовалась дистиллированная вода, измерение проводилось под ультразвуковым воздействием, встроенного диспергатора (32 кГц, 40 Вт).

#### Результаты

На рис. 1 представлены гистограммы распределения структурных элементов порошков системы оксид иттрия — оксид алюминия с добавлением ионов церия в количестве 0,1 об. %, перемешанные в течение 6—48 часов по размеру. Из данных приведенных на рис. 1 видно, что количественное распределение частиц исследуемых образцов по размеру носит одномодальный характер. Для образца, для которого перемешивание не проводили наибольшее число частиц, согласно количественному распределению, лежит в диапазоне от 2 до 10 мкм. При увеличении времени перемешивания от 6 до 24 часов наблюдается смещении диапазона количественного распределения от 0,1 до 1 мкм. Образец, который перемешивали в течение 48 часов демонстрирует количественное распределение в диапазоне от 0,05 до 0,5 мкм.

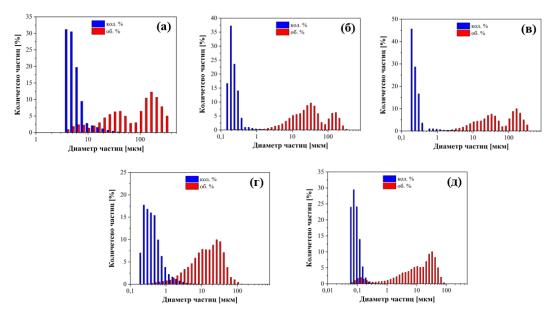


Рис. 1. Количественное и объемное распределение частиц исследуемых порошков по размерам для времени перемешивания: 0 часов (а); 6 часов (б); 12 часов (в); 24 часа (г); 48 часов (д)

Анализ объемного распределения частиц по размеру так же демонстрирует уменьшении среднего размера частиц с увеличением времени перемешивания. Для порошка,

Таблица 1

не подвергнутого перемешиванию, а также для порошков, перемешанных в течение 6 и 12 часов диапазон объемного распределения составляет 2–500 мкм. Далее при перемешивании в течение 24 часов средний размер частиц лежит в диапазоне от 0,2 до 100 мкм, а при перемешивании в течение 48 часов — от 0,05 до 100 мкм. Объемно распределение частиц по размеру для времени перемешивания 0, 6, 12 и 48 часов носит бимодальный характер, для времени 24 часа — одномодальный. В табл. 1 подставлены результаты проведения гранулометрического анализа исследуемых порошков.

Результаты гранулометрического анализа исследуемых порошков

Время перемешивания, час	Средний размер частиц, мкм	D <sub>10%</sub> , мкм	D <sub>50%</sub> , мкм	D <sub>90%</sub> , мкм
0	60,54	11,6	88,8	216,8
6	25,36	5,5	25,8	136,8
12	40,12	7,2	38,0	186,7
24	10,89	2,6	12,6	35,9
48	7,03	0,5	11,2	37,0

Данные, приведенные в табл. 1 показывают, что увеличение времени промешивания приводит к снижению среднего размера частиц. Максимальным диаметром (60,54 мкм) обладают частицы порошка, который не подвергался перемешиванию, минимальным (7,03 мкм) – частицы порошка, перемешанного в течение 48 часов.

#### Заключение

В работе проведено исследование порошков системы оксид иттрия — оксид алюминия, с добавлением 0.1 об. % церия, синтезированных методом химического осаждения, подвергнутых механическому перемешиванию в течение 6—48 часов. Установлено, что увеличение продолжительности перемешивания приводит к уменьшению среднего размера частиц порошков от 60.54 до 7.03 мкм.

Работа выполнена при поддержке Госзадания «Наука» № 075-03-2023-105 на оборудовании ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ.

## Список литературы

- 1. Фудин М.С., Мынбаев К.Д., Липсанен Х., Айфантис К.Е., Бугров В.Е., Романов А.Е. Частотные характеристики современных светодиодных люминофорных материалов // Новые материалы и нанотехнологии. -2014. -№ 6. C. 71–76.
- 2. Tamuri A.R., Ahmad N.E., Ghazali N.N., Husin R. Structural and optical properties of dysprosium and europium co-doped with yttrium aluminium garnet nanokristalline powders prepared by combustion synthesis // Malaysian Journal of Analytical Sciences.  $-2020. N_{\odot} 24. P.783-790.$
- 3. Лукин Е.С., Попова Н.А., Павлюкова Л.Т., Ануфриева Е.В., Куликов Н.А., Санникова С.Н. Нанопорошки в технологии керамики специального назначения // Наноматериалы.  $-2017.- \mathbb{N} 2.- \mathbb{C}.46-51.$
- 4. Жуков А.В., Демина А.Ю., Исаченков М.В., Чижевская С.В. Оптимизация условий механообработки порошков YAG:Er, синтезированных глицин-нитратным методом // Успехи в химии и химической технологии. -2019. -№ 9. С. 49–51.
- 5. Лемешев Д.О., Лукин Е.С., Макаров Н.А., Попова Н.А., Ковалев Д.Ю. Композиционные оптически прозрачные материалы на основе оксида иттрия и иттрий-алюминиевого граната // Успехи в химии и химической технологии. -2008. −№ 22 (7). -C. 33–35.