

УДК 66-97

**ВЛИЯНИЕ СООТНОШЕНИЯ ИСХОДНЫХ КОМПОНЕНТОВ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ
ПОРОШКОВ СИСТЕМЫ $Y_2O_3-Al_2O_3$**

В.Д. Пайгин, Д.Е. Деулина

Научный руководитель: профессор, д.т.н. О.Л. Хасанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: vpaygin@mail.ru

**EFFECT OF THE RATIO OF THE INITIAL PRECURSORS ON THE PHASE COMPOSITION OF
POWDERS OF THE $Y_2O_3-Al_2O_3$ SYSTEM**

V.D. Paygin, D.E. Deulina

Scientific Supervisor: Prof., Dr. O.L. Khasanov

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

E-mail: vpaygin@mail.ru

***Abstract.** In this paper, the powders of the $Y_2O_3-Al_2O_3$ system were synthesized by the method of co-precipitation from aqueous solutions. Phase composition of the obtained powders was carried out using the method of X-ray phase analysis. The effect of the ion ratio $[Y^{3+}]:[Al^{3+}]$ on the phase composition of the powder is discussed.*

Введение. Иттрий-алюминиевый гранат ($Y_3Al_5O_{12}$, ИАГ) перспективный оптический материал, обладающий высокой температурой плавления, повышенной радиационной и термической стойкостью, высокими электрофизическими свойствами, он прозрачен для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн [1]. Изделия на основе иттрий-алюминиевого граната применяют в квантовой электронике, лазерной технике, в люминесцентных детекторах и дозиметрах [2].

Получение монокристаллов на основе иттрий-алюминиевого граната относительно дорого и весьма трудоемко, а сама технология выращивания монокристаллических материалов накладывает ограничения на форму изделий [3]. Поликристаллическая технология, с позиции гибкости и уменьшения стоимости производства, а также расширения номенклатуры изделий является более перспективной. Однако для получения керамики оптического качества необходимо использовать порошки высокой чистоты, отвечающие ряду известных требований по морфологии, гранулометрическому и фазовому составу [4].

Наиболее распространенным методом получения порошков ИАГ является твердофазный синтез [3, 4]. Он протекает при относительно высоких температурах (1600°C и выше) и занимает продолжительное время, что в свою очередь может привести к загрязнению материала и затрудняет контроль фазового и гранулометрического состава синтезируемого порошка.

Более перспективным, на наш взгляд, для синтеза «оптических» порошков являются низкотемпературные методы синтеза: осаждение из растворов, гидротермальный синтез, золь-гель синтез. В перечисленных методах смешивание компонентов происходит на молекулярном уровне. Это, в свою очередь, способствует повышению скорости реакций и снижению температуры термической обработки при образовании поликристаллических материалов [5].

В настоящей работе исследовано влияние соотношения исходных компонентов на фазовый состав порошков системы $Y_2O_3-Al_2O_3$, синтезированных методом совместного осаждения из растворов.

Материал и методики экспериментов. В качестве исходных компонентов использовали нитрат иттрия $Y(NO_3)_3$ (Химмедснаб, Россия), нитрат алюминия $Al(NO_3)_3$ (Химмедснаб, Россия), аммиак водный (25%, Сигма Тек, Россия) и дистиллированную воду.

Для подготовки прекурсоров готовили 0,5 М растворы солей иттрия и алюминия, затем их смешивали в пропорции $[Y^{3+}]:[Al^{3+}] = 3:5; 3,5:4,5; 2,5:5,5$.

Суспензии получали методом обратного совместного осаждения путём добавления растворов солей алюминия и иттрия в аммиак. Осадитель брали в избытке. Образовавшийся осадок промывали дистиллированной водой до полного удаления аммиака. Выделение порошков из суспензий проводили по методу фильтрации. Полученные порошки прокачивали при температуре 1000 °С в течение 3 часов.

Рентгенофазовый анализ (РФА) проводили на рентгеновском дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония). Обработку полученных дифрактограмм проводили с использованием международной кристаллографической базы «PDF-4» и свободно распространяемого программного обеспечения «PowderCell 2.4».

Результаты исследования и их обсуждение. Фазовый состав порошков, определенный по результатам рентгенофазового анализа представлен в таблице 1. Видно, что порошок изготовленный из прекурсора стехиометрического состава содержит 77,4 об. % кубической фазы иттрий-алюминиевого граната. Порошок, полученный с переизбытком Y^{3+} содержит 45,1 об. % $Y_3Al_5O_{12}$, а порошок с недостатком Y^{3+} содержит 82,3 об. % $Y_3Al_5O_{12}$.

Таблица 1

Фазовый состав синтезированных порошков

Соотношение $[Y^{3+}]:[Al^{3+}]$	Содержание фазы $Y_3Al_5O_{12}$, об. %	Содержание фазы $Y_2Al_4O_9$, об. %	Содержание фазы $YAlO_3$, об. %	Содержание фазы Y_2O_3 , об. %
3:5	77,4	13,5	-	9,1
3,5:4,5	45,1	53,1	1,8	-
2,5:5,5	82,3	17,7	-	-

Средний размер областей когерентного рассеяния (ОКР), свидетельствующий о средних размерах кристаллитов порошков, был определен для кубической фазы иттрий-алюминиевого (таблица 2).

Таблица 2

Средний размер ОКР

Соотношение $[Y^{3+}]:[Al^{3+}]$	Средний размер ОКР, $Y_3Al_5O_{12}$, нм
3:5	97
3,5:4,5	52
2,5:5,5	230

Увеличение средних размеров кристаллитов с 52 нм до 230 нм наблюдается при уменьшении содержания Y^{3+} в исходном прекурсор.

Заключение. В результате работы синтезированы порошки системы $Y_2O_3-Al_2O_3$ методом совместного осаждения. Изучено влияние соотношения исходных компонентов на фазовый состав порошков.

Содержание фазы $Y_3Al_5O_{12}$ в порошках достигает 82,3 об. %. $Y_3Al_5O_{12}$, а средний размер кристаллитов лежит в диапазоне от 52 нм до 230 нм. Наблюдается увеличение средних размеров кристаллитов при уменьшении содержания Y^{3+} в исходном прекурсор.

Для получения порошка высокого качества, подходящего для изготовления из него оптической керамики, необходимо проведения дальнейших оптимизационных исследований с целью увеличения содержания фазы кубического иттрий-алюминиевого граната.

Авторы выражают благодарность к.х.н. Ляминой Г.В. и к.т.н. Илеле А.Э. за обсуждение полученных результатов и ценные рекомендации.

Работа выполнена в рамках проекта РНФ 21-71-10100. В работе применялось оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержано проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пайгин В.Д. и др. Люминесцентная керамика на основе иттрий-алюминиевого граната, полученная традиционным спеканием в воздушной атмосфере // Российские нанотехнологии. – 2019. – Т. 14. – №. 3-4. – С. 26-31.
2. Xiao Z. et al. Materials development and potential applications of transparent ceramics: A // Materials Science & Engineering R. – 2020. – V. 139. – P. 100518.
3. Салихов Т.П. и др. Получение мелкокристаллического иттрий-алюминиевого граната в солнечных печах // Новые огнеупоры. – 2017. – №. 3. – С. 144-147.
4. Гаранин С.Г. и др. Лазерная керамика. 1. Методы получения // Оптический журнал. – 2010. – Т. 77. – №. 9. – С. 52-68.
5. Lyamina G. et al. Synthesis of Al_2O_3 - ZrO_2 powders from differently concentrated suspensions with a spray drying technique // AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLC, – 2016. – V. 1772. – №. 1. – P. 020011.