

УДК 546.05-06

**ВЛИЯНИЕ СПОСОБА ВЫДЕЛЕНИЯ НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОРОШКОВ
СИСТЕМЫ $Y_2O_3 - Al_2O_3$**

Д.Е. Деулина, В.Д. Пайгин

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

**EFFECT OF THE SEPARATION METHOD ON THE STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF
POWDERS OF THE $Y_2O_3 - Al_2O_3$ SYSTEM**

D.E. Deulina, V.D. Paygin

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

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

E-mail: ded5@tpu.ru

***Abstract.** It is necessary to synthesize powders with a given phase composition, as well as the size and shape of the particles to obtain transparent ceramics based on yttrium-aluminum garnet. These parameters are directly affected by the method of powder separation. In this work, the phase composition and morphology of the particles isolated by filtration and spray drying methods are analyzed. As a result, it can be concluded that these methods allow to obtain powders with a particle size from 0.1 to 100 μm , and the spray drying method allows to synthesize powders with a smaller particle size.*

Введение. В настоящее время, в процессе развития оптического материаловедения и элементной базы фотоники, обостряется необходимость в материалах с принципиально новым или улучшенными эксплуатационными характеристиками. Перспективным способом повышения свойств является использование нанодисперсных порошков для изготовления новых материалов [1].

В последнее время появляется большое количество публикаций, посвященное методам синтеза и консолидации поликристаллических материалов на основе иттрий-алюминиевого граната ($Y_3Al_5O_{12}$). Это соединение обладает рядом полезных свойств, которые обуславливают его применение в лазерной технике, электронике и осветительных приборах [2]. Использование нанопорошков для производства керамики способствует улучшению её эксплуатационных свойств [3]. Для получения нанопорошков применяются различные химические методы синтеза. Наиболее распространенным среди них являются методы прямого и обратного осаждения.

Целью данной работы является анализ фазового состава и морфологии порошка иттрий-алюминиевого граната, полученного методом обратного осаждения и выделенного двумя способами: фильтрацией и распылительной сушкой.

Материалы и методика. Для синтеза порошка был использован метод обратного осаждения, в качестве осадителя использован аммиак. Из растворов $Al(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ и $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ с

концентрацией 0,5 моль/л была получена водная суспензия иттрий-алюминиевого граната, легированного церием.

Для выделения порошка были использованы способы фильтрации и распылительной сушки. Распылительную сушку суспензий проводили на установке NanoSprayDryer B-90 (Buchi, Швейцария). Полученные порошки прокаливали на воздухе при температурах 1200 °С в течение 2 часов. Для исследования микроструктуры порошков был использован сканирующий электронный микроскоп (СЭМ)EVOMA15 VP (CarlZeiss, Германия). Исследование фазового состава проводили на дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония).

Результаты. СЭМ-изображения порошков выделенных способами распылительной сушки и фильтрации представлены на рисунке 1.

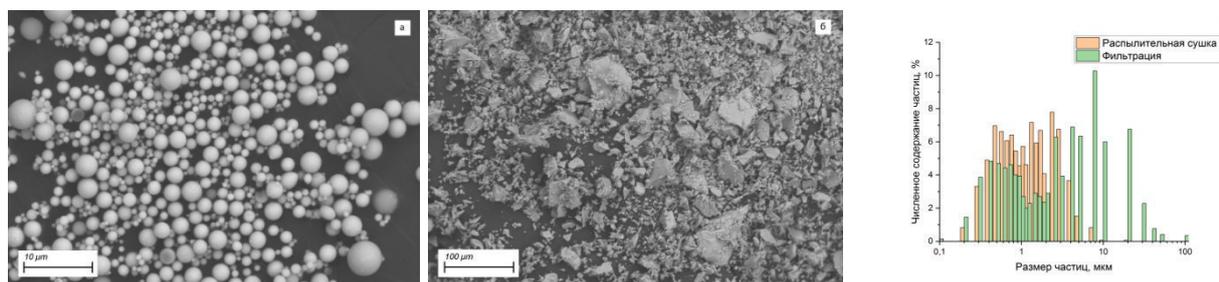


Рис. 1. СЭМ изображение порошка YAG, выделенного а) способом распылительной сушки, б) способом фильтрации; в) гистограмма распределения структурных элементов порошков

Анализ СЭМ-изображений показал, что форма и размер частиц порошков отличаются. Частицы порошка, полученные способом фильтрации, имеют неравноосную форму, так же наблюдается их агломерация, средний размер структурных элементов при таком способе выделения составляет 4,5 мкм. Частицы порошка, полученные способом распылительной сушки, имеют сферическую форму. Средний размер структурных элементов составляет 1,4 мкм.

Гранулометрический состав порошков, определенный по результатам СЭМ, представлен на рисунке 1в. Из гистограммы видно, что диапазон размеров частиц порошка полученного способом фильтрации шире, чем у полученного распылительной сушкой. В данном порошке размеры структурных элементов лежат в диапазоне от 0,2 до 10 мкм, преобладают частицы субмикронных размеров. В другом порошке размеры структурных элементов лежат в диапазоне от 0,1 до 100 мкм, присутствуют как субмикронные, так и микронные элементы.

Анализ фазового состава порошков представлен в таблице 1.

Таблица 1

Результаты исследования фазового состава порошков

Способ выделения образца	Фазовый состав, мас. %			
	YAG	YAlO ₃	Al ₂ Y ₄ O ₉	Y ₂ O ₃
Фильтрация	40,1	16,1	32,7	11,1
Распылительная сушка	58,9	-	39,4	1,7

Видно, что фазовый состав порошков отличается. В порошке, выделенном способом фильтрации, присутствуют YAG (40,1 мас. %), Y_2O_3 (11,1 мас. %), $Y_4Al_2O_9$ (32,7 мас. %) и $YAlO_3$ (16,1 мас. %). В порошке, выделенным способом фильтрацию присутствуют YAG (58,1 мас. %), $Y_4Al_2O_9$ (32,7 мас. %) и Y_2O_3 (1,7 мас. %).

Заключение. Таким образом, в работе были проведены эксперименты по синтезу порошков системы $Y_2O_3-Al_2O_3$ методом химического осаждения с использованием различных способов выделения. Выполнено исследование морфологии, гранулометрического и фазового составов синтезированных порошков.

Проведен сравнительный анализ двух способов выделения. Установлено, что применение распылительной сушки позволяет избежать агломерации частиц и получить порошок со сферическими частицами, размерами от 0,2 до 10 мкм, и большим содержанием фазы YAG (58,1 мас. %). Тем не менее, для получения порошка полностью состоящего из иттрий-алюминиевого граната, необходимы дополнительные исследования параметров термической обработки порошков.

Работа выполнена на оборудовании НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» ИШНПТ ТПУ. Авторы выражают свою благодарность сотрудникам ОМ ИШНПТ ТПУ доценту, к.х.н., Ляминов Г.В. за обсуждение полученных результатов и ассистенту, к.т.н., Илеле А.Э. за помощь в проведении экспериментов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лукин Е. С. и др. Технология, свойства и применение оптически прозрачной оксидной керамики: перспективы развития // Конструкции из композиционных материалов. – 2015. – № 3. – С. 24-36.
2. Федоров П. П. и др. Синтез лазерной керамики на основе нанодисперсных порошков алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$ // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2012. – № 8. – С. 3.
3. Аксенов Д. И. и др. Получение нанопорошка иттрий-алюминиевого граната как основы прозрачной керамики для лазерной техники // Успехи в химии и химической технологии. – 2015. – № 7. – С. 7-9.