

І.В. Луцюк, І.Д. Борщишин^{**}, Л.В. Жук^{*}, Я.І. Вахула

Національний університет “Львівська політехніка”,

кафедра хімічної технології силікатів,

^{*} кафедра прикладної екології та збалансованого природокористування,^{**} Львівський державний університет безпеки життєдіяльності,

кафедра екологічної безпеки

ТЕХНОЛОГІЧНІ АСПЕКТИ ОДЕРЖАННЯ НАНОДИСПЕРСНИХ ПОРОШКІВ АЛЮМОІТРИЄВОГО ГРАНАТУ

© Луцюк І.В., Борщишин І.Д., Жук Л.В., Вахула Я.І., 2012

Золь-гель методом отримано високодисперсний порошок алюмоітрієвого гранату. Методом РФА встановлено фазовий склад порошку і параметри кристалічної решітки частинок.

Ключові слова: золь-гель метод, алюмоітрієвий гранат, нанодисперсні порошки.

The ultrafine powder of the aluminum-yttrium garnet is obtained by sol-gel methods. It was determined the phase composition of the powder by X-ray powder diffraction (XRD).

Key words: sol-gel method, aluminum-yttrium garnet, nanopowders.

Алюмоітрієва кераміка (АІГ) структури гранату завдяки високим електрофізичним властивостям, термостійкості та коефіцієнту світлопропускання у видимій області спектра є одним з найперспективніших матеріалів для лазерного та оптичного приладобудування. Крім цього, такий матеріал характеризується високою температурою топлення та відсутністю поліморфних перетворень [1].

Модифікування структури гранату іонами рідкоземельних металів Nd^{3+} , Cr^{3+} , Er^{3+} , Yb^{3+} дає змогу використовувати названу кераміку як робочий елемент твердотілого лазера.

Незважаючи на важливість і перспективу АІГ, використання нанокерамічних технологій і, зокрема, золь-гель методу для його одержання поки що на початкових стадіях.

Остаточно не дослідженими залишаються питання, пов'язані з синтезом та механічним обробленням нанокерамічних матеріалів, нанесенням на їх поверхні тонкоплівкових функціональних покриттів. Тому вибір технології і оптимальних умов одержання монодисперсних нанопорошків для промислового застосування має важливе значення.

Мета роботи – розробити оптимальні технологічні умови синтезу порошків алюмоітрієвого гранату на основі золь-гель методу.

Матеріали та методи досліджень

Для одержання порошків структури гранату системи $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ використовували: ітрію оксид Y_2O_3 , гідрат алюмінію нітрату $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, концентровану нітратну кислоту HNO_3 (65 %), цитратну кислоту $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$, ізопропіловий спирт та дистильовану воду.

Визначали фазовий склад та параметри кристалічної структури синтезованих порошків системи $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ методами рентгенофазового (РФА) на дифрактометрі ДРОН-3 та рентгеноструктурного аналізу.

Якісний РФА проводили порівнянням експериментальних дифрактограм із бази Міжнародного центру дифракційних даних ICDD PDF-2. Визначення відносного вмісту кристалічних фаз у досліджуваних зразках та уточнення параметрів кристалічних структур здійснювали повнопрофільним методом Рітвельва з використанням комплексних програм структурного аналізу WinCSD.

Результати досліджень

Одержання гелів у вибраній системі здійснювали за такою схемою. Окремо готували розчини кожної із складових. Для отримання ітрій нітрату $Y(NO_3)_3$ порошок Y_2O_3 розчиняли в концентрованій нітратній кислоті HNO_3 . Розчинення в звичайних умовах проходить важко, тому оксид з кислотою нагрівали та постійно перемішували протягом однієї години, не доводячи розчин до кипіння, аж до повного розчинення. Сіль $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ розчиняли впродовж 20 хвилин у дистильованій воді за кімнатної температури. Обидва приготовані розчини змішували разом за кімнатної температури протягом 2 годин, доливаючи алюмовмісний розчин в ітрійвмісний.

Як гелеутворювальний компонент використовували цитратну кислоту, яку розчиняли в ізопропіловому спирті, враховуючи її розчинність в цій речовині. Зазначимо, що під час розчинення утворювався прозорий гель з цукристими і желеподібними частинками.

Одержані розчини солей змішували з розчином цитратної кислоти. Як показали попередні дослідження [2], оптимальним співвідношення кислота:солі (за масою) є 1:1. Кристалізація новоутворених фаз відбувається за найнижчої температури і в максимальній кількості. Загальне перемішування кінцевого розчину відбувалося на магнітній мішалці за кімнатної температури протягом 1 год до повного розчинення желеподібних частинок цитратної кислоти.

Для стабілізації гомогенної системи і повного завершення процесів гелеутворення розчин витримували за температури 2–5 °C упродовж 24 год, після чого його сушили в сушильній шафі за температури 90 °C 24 год. У результаті сушіння утворювався прозорий в'язкий гель. Додаткова термообробка за 300 °C протягом 1 години змінювала колір матеріалу до світло-коричневого. Внаслідок інтенсивного вигорання органічної складової об'єм ксерогелю збільшувався в 4–5 разів. Остаточне випалювання здійснювали за температури 1000 °C з ізотермічною витримкою 2 год. Швидкість нагрівання не перевищувала 2°C/хв. В результаті такого технологічного процесу одержано нанодисперсний білий порошок АІГ.

Істинну густину порошку визначали пікнометричним методом. Її значення становить близько 4,1 г/см³.

Рентгенофазовий аналіз зразка складу гранату показав, що він є однофазним і відповідає складу гранату $Y_3Al_5O_{12}$. Слідів інших кристалічних фаз не виявлено.

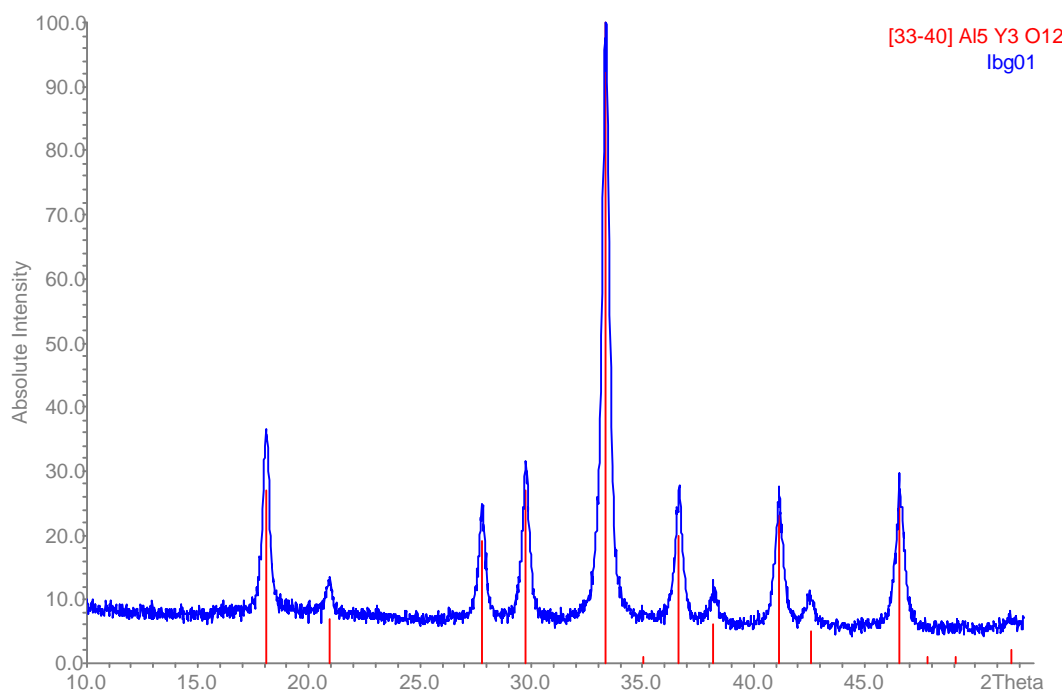


Рис. 1. Дифрактограма синтезованого порошку алюмоітрієвого гранату порівняно з еталонною дифрактограмою $Y_3Al_5O_{12}$ із бази даних ICDD PDF-2

Оцінку розмірів кристалів здійснено за розширенням дифракційних максимумів методом Шерера. Середній розмір частинок порошку становить 35–40 нм.

Результати сканувальної електронної мікроскопії підтверджують оцінку розмірів кристалів, одержаних за методом Шерера (рис. 2).



Рис. 2. Електронна мікрофотографія порошку алюмоітрієвого гранату

Висновки

У результаті проведених досліджень розроблено технологічні умови золь-гель методу отримання нанодисперсних монофазних порошоків алюмоітрієвого гранату. Розрахункові значення розміру частинок порошку підтверджені електронно-мікроскопічними дослідженнями і становлять 35–40 нм.

1. *Crystal structure and luminescent properties of nanocrystalline YAG and YAG: Nd synthesized by sol-gel method* / Ya. Zhydachevskii, I.I. Syvorotka, L. Vasylechko, D. Sugak, I.D. Borshchyshyn, A.P. Luchechko, Ya.I. Vakhula, S.B. Ubizskii, M.M. Vakiv, A. Suchocki // *Optical Materials*. – available online 23 January 2012. 2. Луцюк І.В., Вахула Я.І., Борцишин І.Д., Бережанська Г.І. Кристалізація ксерогелів системи $Y_2O_3-Al_2O_3$ у присутності цитратної кислоти // *Зб. наук. праць ПАТ «УкрНДІ вогнетривів ім. А.С. Бережного»*. – 2011. – № 111. – С. 121–125.