

Научная статья

УДК 621.762.3-047.84:66.047.596- 022.532

doi: 10.17223/24135542/28/4

Синтез порошков системы Al_2O_3 – Y_2O_3 с использованием метода нанораспылительной сушки

**Владимир Денисович Пайгин¹, Дарья Евгеньевна Деулина²,
Алфа Эдисон Илела³, Галина Владимировна Лямина⁴,
Эдгар Сергеевич Двилис⁵, Дамир Талгатович Валиев⁶,
Сергей Александрович Степанов⁷, Олег Леонидович Хасанов⁸,
Александр Андреевич Дитц⁹**

*1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 Национальный исследовательский
Томский политехнический университет, Томск, Россия*

¹ vpaygin@mail.ru

² ded5@tpu.ru

³ alfaedison@mail.ru

⁴ lyamina@tpu.ru

⁵ dvilis@tpu.ru

⁶ rubinf@tpu.ru

⁷ stepanovsa@tpu.ru

⁸ khasanov@tpu.ru

⁹ dits@tpu.ru

Аннотация. Для выделения порошков системы Al_2O_3 – Y_2O_3 в работе использованы метод фильтрации и метод нанораспылительной сушки. Для исследования полученных образцов применены методы термогравиметрии и дифференциальной сканирующей калориметрии, рентгенофазового анализа, БЭТ и сканирующей электронной микроскопии. Процессы линейной усадки порошков в ходе термической и компрессионной консолидации изучались с помощью метода электроимпульсного плазменного спекания. Проведен сравнительный анализ порошков, полученных разными методами. Показано, что порошок с содержанием фазы 96 об. % $Y_3Al_5O_{12}$ может быть получен путем прокалывания прекурсора, полученного нанораспылительной сушкой, при температуре 1 100°С в течение 10 мин.

Ключевые слова: химические методы синтеза, нанораспылительная сушка, обратное осаждение, термогравиметрический анализ, электроимпульсное плазменное спекание

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Государственного задания Наука (БЧ) # FSWW-2020-0014 с применением оборудования ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

Для цитирования: Пайгин В.Д., Деулина Д.Е., Илела А.Э., Лямина Г.В., Двилис Э.С., Валиев Д.Т., Степанов С.А., Хасанов О.Л., Дитц А.А. Синтез порошков системы Al_2O_3 – Y_2O_3 с использованием установки нанораспылительной сушки // Вестник Томского государственного университета. Химия. 2022. № 28. С. 39–53. doi: 10.17223/24135542/28/4

Synthesis of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ Powders from Suspensions with a Spray Drying Technique

Vladimir D. Paygin¹, Daria E. Deulina², Alfa E. Ilela³, Galina V. Lyamina⁴, Edgar S. Dvilis⁵, Damir T. Valiev⁶, Sergei A. Stepanov⁷, Oleg L. Khasanov⁸, Alexander A. Ditts⁹

1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

¹ vpaygin@mail.ru

² ded5@tpu.ru

³ alfaedison@mail.ru

⁴ lyamina@tpu.ru

⁵ dvilis@tpu.ru

⁶ rubinfc@tpu.ru

⁷ stepanovsa@tpu.ru

⁸ khasanov@tpu.ru

⁹ ditts@tpu.ru

Abstract. This work shows the possibility of obtaining $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ powders synthesized by nano spray drying. The different methods like thermogravimetry, differential scanning calorimetry, X-ray analysis, BET and scanning electron microscopy were used to investigate the obtained powders. The processes of linear shrinkage of samples during thermal and compression consolidation were studied with the use of spark plasma sintering technology. A comparative analysis of powders obtained with the use of nanospray drying technique and reverse co-precipitation deposition was carried out. The results showed that the powder with content of 96 vol.% $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ can be obtained by nanospray drying technique by calcining the precursor at a temperature of 1100 °C for 10 minutes.

Keywords: chemical synthesis, nanospray drying, reverse co-precipitation, thermogravimetric analysis, spark plasma sintering

Acknowledgments: The study was supported by the State Assignment Science (BP) # FSWW-2020-0014 using the equipment of the Central Collective Use Center of the NMNT TPU, supported by the project of the Ministry of Education and Science of Russia No. 075-15-2021-710.

For citation: Paygin, V.D., Deulina, D.E., Ilela, A.E., Lyamina, G.V., Dvilis, E.S., Valiev, D.T., Stepanov, S.A., Khasanov, O.L., Ditts, A.A. Synthesis of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ Powders from Suspensions with a Spray Drying Technique // *Vestnik Tomskogo gosudarstvennogo universiteta. Chimia – Tomsk State University Journal of Chemistry*, 2021, 28, 39–53. doi: 10.17223/24135542/28/4

Введение

Иттрий-алюминиевый гранат ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, YAG) - одно из химических соединений в псевдобинарной системе $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$, наряду с двумя другими соединениями – YAlO_3 (YAP, YAH) и $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ (YAM) [1, 2]. $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ имеет кубическую кристаллическую структуру [3], $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ – моноклинную [4],

а $YAlO_3$ – орторомбическую [5] или гексагональную, которая встречается только в химически синтезированных порошках [6, 7]. YAG обладает высокой твердостью, прочностью на изгиб, вязкостью разрушения, термической и химической стойкостью к воздействию агрессивных сред [8]. Благодаря своим оптико-люминесцентным свойствам материалы на основе иттрий-алюминиевого граната могут быть использованы для замены оптических стекол, изготовления высокотемпературных прозрачных окон и линз [9, 10]. YAG, легированный ионами редкоземельных элементов (Nd^{3+} , Ce^{3+} , Yb^{3+} , Eu^{3+} и др.), применяется в качестве рабочего тела в лазерной технике или в качестве люминофора в светодиодах, дисплеях и сцинтилляторах [8, 11].

Монокристаллы на основе YAG обычно получают методом Чохральского. Процесс выращивания монокристаллов достаточно сложен, занимает продолжительное время, допускает строго ограниченный диапазон содержания легирующих добавок, а также имеет существенные ограничения по форме изделий [12, 13].

В связи с этим более привлекательным является синтез поликристаллических материалов на основе YAG. В отличие от традиционной технологии получения монокристаллов, керамическая технология позволяет получать изделия заданной формы и размера, с более широким диапазоном содержания легирующих добавок с равномерным распределением по объему. Технологическая схема получения керамики включает в себя синтез порошка, его компактирование и высокотемпературную консолидацию. Важный этап процесса изготовления керамических материалов – получение порошков, которые должны удовлетворять ряду требований [14]. В настоящее время ведутся многочисленные исследования, посвященные совершенствованию методов синтеза и консолидации поликристаллических материалов на основе YAG [9, 11].

На стадии синтеза достаточно сложно получить однофазный порошок, состоящий из чистого $Y_3Al_5O_{12}$ без сопутствующих фаз $Y_4Al_2O_9$ и $YAlO_3$, поскольку твердофазная реакция между оксидами носит гетерогенный характер и происходит за счет односторонней медленной диффузии оксида алюминия в оксид иттрия [15].

Необходимым условием образования YAG является обеспечение доступа оксида алюминия к соединениям, содержащим оксид иттрия. Для полного протекания реакции необходима гомогенизация смеси исходных компонентов [15, 16].

Наиболее распространенный метод получения порошков YAG, в силу простоты реализации и низкой стоимости, – метод твердофазного синтеза [4, 16, 17]. Он заключается в смешивании оксидов иттрия и алюминия в стехиометрическом соотношении и их последующей механической и термической обработке при температурах от 1 600°C и выше. Однако данный метод имеет ряд недостатков, связанных с загрязнением материала, сложностью контроля стехиометрического и гранулометрического состава синтезируемого порошка.

В последние годы для получения высококачественных порошков YAG используют низкотемпературные методы синтеза [18]: золь-гель синтез [19,

20], гидротермальный синтез [21] и метод совместного осаждения из растворов [7, 22, 23].

Перспективным является метод совместного осаждения из растворов, заключающейся в синтезе прекурсора, его сушке и последующем прокаливании до кристаллического состояния. Этот метод позволяет в широких пределах варьировать морфологию, химический и гранулометрический состав получаемых частиц, является экономически эффективным и относительно легко масштабируется. Недостатки метода – высокая степень агрегации и агломерации продуктов осаждения и термической обработки, а также широкий диапазон размеров как первичных частиц, так и агломератов [24].

Решить эту проблему можно использованием метода нанораспылительной сушки, который позволяет синтезировать порошки с высокой степенью чистоты и узким распределением частиц по размеру, предотвратить агрегацию частиц порошка и обеспечивает более широкие возможности контроля их морфологии [25].

Цель настоящей работы – изучение возможности получения порошков системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Y}_2\text{O}_3$ из солей алюминия и иттрия в водной суспензии нанораспылительной сушкой, исследование их характеристик и сопоставление с аналогичными порошками, полученными при помощи фильтрации.

Методы и техника эксперимента

В качестве исходных компонентов использовали нитрат иттрия $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ (Завод редких металлов, Россия), нитрат алюминия $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ (Реахим, Россия), аммиак водный (25%; Сигма Тек, Россия) и дистиллированную воду. Для прекурсоров готовили 0,5 М растворы солей иттрия и алюминия, затем их смешивали в пропорции 3:5 соответственно.

Суспензии получали методом обратного совместного осаждения путем добавления растворов солей в осадитель. В качестве осадителя использовали аммиак. Образовавшийся осадок промывали дистиллированной водой до полного удаления аммиака. Выделение порошков из суспензий проводили двумя способами: фильтрацией (CD) при помощи беззольных бумажных фильтров, и нанораспылительной сушкой (NS) на установке Nano Spray Dryer B-90 (Buchi, Германия). Полученные порошки прокаливали на воздухе в печи VP 20/17 (LAC, Чехия) в диапазоне температур от 700 до 1 100°C в течение 10 мин.

Термогравиметрический анализ и дифференциальную сканирующую калориметрию (ТГ/ДСК-анализ) проводили на термоанализаторе STA 409 C Jupiter (NETSCH, Германия) в диапазоне температур от 25 до 1 200°C, скорость нагрева 15°C/мин.

Рентгенофазовый анализ (РФА) проводили на дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония).

Обработку полученных дифрактограмм проводили с использованием международной кристаллографической базы PDF-4 и свободно распространяемого программного обеспечения PowderCell 2.4.

Микроструктуру и морфологические особенности полученных порошков изучали при помощи сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) JSM-7500F (JEOL, Япония). Определение удельной поверхности порошков осуществляли по методу БЭТ на установке Сорби-М (МЕТА, Россия).

Для исследования процессов линейной усадки синтезированных порошков в ходе термической и компрессионной консолидации проводили их электроимпульсное плазменное спекание на установке SPS-515S (SyntexInc, Япония). Нагрев осуществляли до температуры 1700°C. Продолжительность изотермической выдержки составила 60 мин. Давление статической подпрессовки на протяжении всего процесса составляло 80 МПа. Изменение линейных размеров керамического материала в процессе спекания регистрировали встроенными средствами установки.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены результаты ТГ/ДСК-анализа прекурсоров, выделенных из суспензий различными способами. На ДСК-кривой прекурсора CD (см. рис. 1, 1) наблюдается два эндотермических пика при температурах 144 и 203°C, которые связаны с испарением свободной и химически связанной воды. Согласно термогравиметрии, порошки при испарении воды теряют около 29% своей массы.

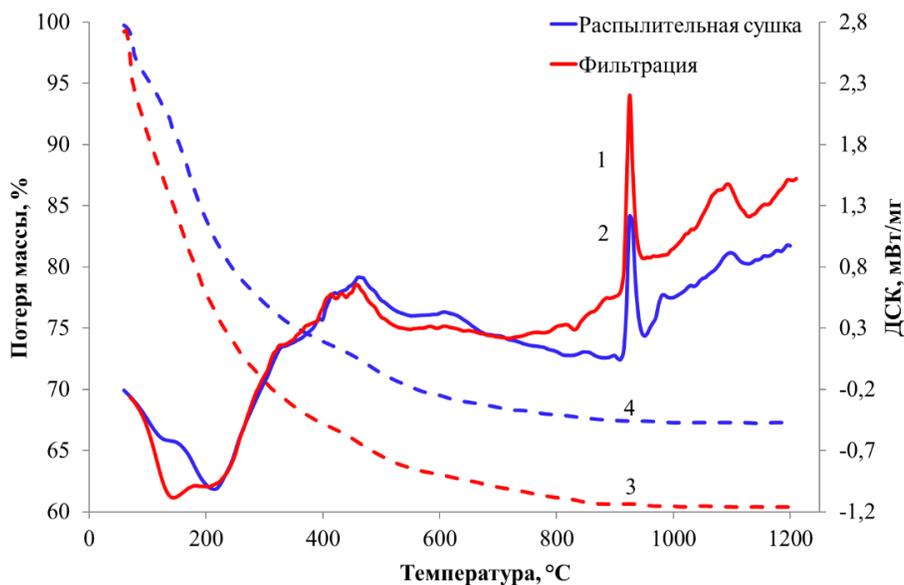


Рис. 1. Кривые ДСК (1, 2) и ТГ (3, 4) порошков CD и NS

Экзотермический пик при 467°C обусловлен разложением нитратов на оксиды [26]. В диапазоне температур от 291 до 600°C наблюдается потеря массы около 7%, которая связана с испарением остаточного аммиака, химически связанной воды и частичным разложением карбонатных комплексов

[2, 22]. Последующая потеря массы (около 3%) до 900°C обусловлена дальнейшим разложением карбонатных комплексов [2, 27, 28]. Узкий экзотермический пик наблюдается при 925°C. Согласно литературным данным [2, 26, 29], он характеризует кристаллизацию промежуточных фаз (YAM и YAP) системы $Y_2O_3-Al_2O_3$, а также начало кристаллизации фазы YAG. Более широкий экзотермический пик при 1 092°C соответствует образованию фазы $Y_3Al_5O_{12}$ в результате реакционного взаимодействия между $YAlO_3$ и Al_2O_3 [30]. Дальнейшее нарастание ДСК-кривой указывает на разложение остаточных карбонатных комплексов, что также наблюдалось в работах [31, 32].

Для прекурсора NS (рис. 1, 2) эндотермические пики, связанные с испарением адсорбированной воды, наблюдаются при 128 и 214°C и имеют меньшую величину по сравнению с прекурсором CD. Это характерно для порошков, выделяемых из суспензий при помощи метода нанораспылительной сушки, который обеспечивает удаление части воды в процессе сушки суспензий [24]. Большая часть потери массы происходит до 400°C, однако не завершается вплоть до 900°C. Экзотермический пик, наблюдаемый при 927°C, обусловлен кристаллизацией промежуточных фаз (YAM и YAP) системы $Y_2O_3-Al_2O_3$. Следующий экзотермический пик – при 983°C, по-видимому, связан с началом процесса образования YAG, что подтверждается результатами РФА (табл. 1). Экзотермический пик при 1 098°C, аналогично прекурсорам CD, соответствует кристаллизации фазы YAG в результате реакционного взаимодействия между $YAlO_3$ и Al_2O_3 . Потеря массы прекурсора NS на 6,7% меньше, чем у прекурсора CD.

Таблица 1

Фазовый состав порошков системы $Al_2O_3-Y_2O_3$

Способ выделения	Температура, °C	YAG	YAP	YAM
Фильтрация (CD)	700	–	–	–
	950	64,2	28,3	7,5
	1 000	68,8	23,8	7,4
	1 100	81,0	18,9	0,1
Нанораспылительная сушка (NS)	700	–	–	–
	950	–	70,9	29,1
	1 000	40,9	40,5	18,6
	1 100	96,0	4,0	0

Полученные порошки преимущественно состоят из кубического YAG (рис. 2). Фазовый состав порошков, определенный по результатам РФА, представлен в табл. 1. Он хорошо согласуется с результатами ТГ и ДСК (см. рис. 1). Порошки, синтезированные при 700°C, находятся в рентгеноаморфном состоянии, поэтому определить их фазовый состав методом РФА не представляется возможным. По мере повышения температуры прокаливания до 1 100°C порошки демонстрируют дифракционные пики, характерные для соединений системы $Al_2O_3-Y_2O_3$.

Для порошка CD (см. рис. 2, а) наличие фазы YAG обнаруживается при температуре прокаливания 950°C. С повышением температуры прокаливания

от 950 до 1 100°C ее содержание возрастает с 64,2 до 81 об. %. В порошке NS (см. рис. 2, б), полученном при 950°C, фаза YAG отсутствует. Порошок состоит из YAP (70,9 об. %) и YAM (29,1 об. %). YAG обнаруживается при температуре прокаливания 1 000°C. При повышении температуры прокаливания до 1 100°C содержание YAG увеличивается с 40,9 до 96 об. %.

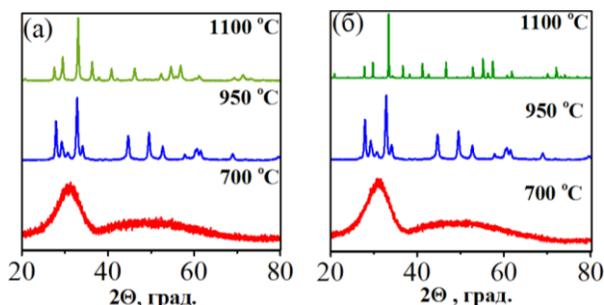


Рис. 2. Экспериментальные дифрактограммы порошков CD (а) и NS (б)

Стоит отметить, что при выделении порошка способом фильтрации присутствующие в растворе или суспензии растворимые примеси выделяются вместе с основным продуктом. Нанораспылительная сушка, в отличие от фильтрации, позволяет селективно извлекать целевой продукт за счет разницы температур кристаллизации. Это особенно актуально при использовании таких порошков для изготовления оптически прозрачной керамики.

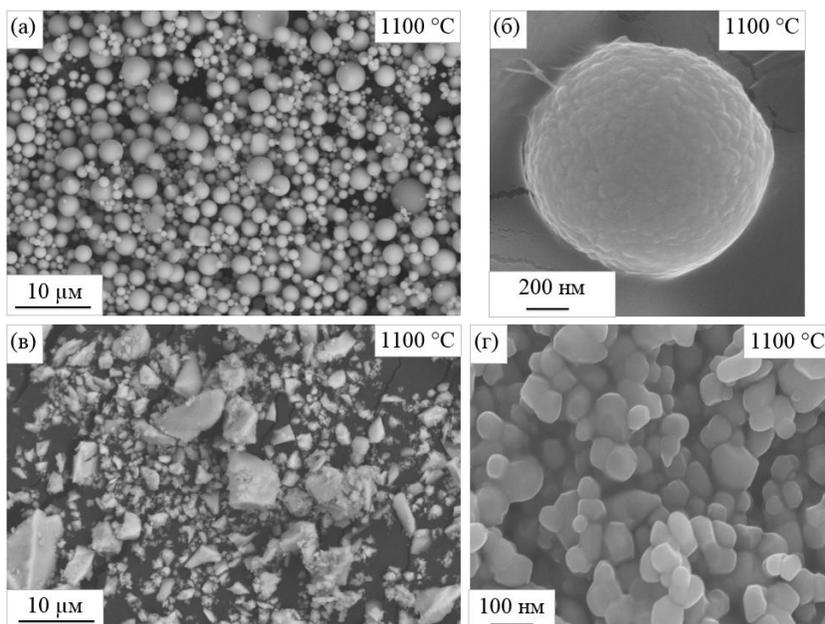


Рис. 3. СЭМ-изображения порошков (а, б) NS и (в, г) CD после прокаливания при температуре 1 000°C

На рис. 3 представлены изображения порошков, выделенных из суспензий различными способами. Порошки NS (рис. 3, а, б) представляют собой сферические частицы диаметром до 3 мкм, состоящие из кристаллитов размером до 100 нм. Порошки CD (рис. 3, в, г) – это агломераты частиц размерами от нескольких сотен нанометров до нескольких десятков микрон, размер первичных частиц лежит в диапазоне от 80 до 300 нм. Частицы порошков NS, в отличие от порошков CD, после прокаливания не образуют агломератов, а их кристаллиты связаны между собой прочнее.

В табл. 2 представлены результаты определения среднего размера кристаллитов ($d_{\text{ОКР}}$) основной фазы YAG, удельной поверхности ($S_{\text{уд}}$), среднего размера структурных элементов по результатам БЭТ ($d_{\text{БЭТ}}$) и степени агломерации порошков CD и NS. Степень агломерации порошков рассчитана как отношение среднего размера структурных элементов, определенного по результатам БЭТ, и среднего размера кристаллитов.

Таблица 2

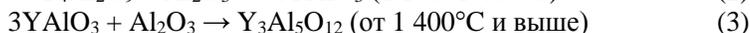
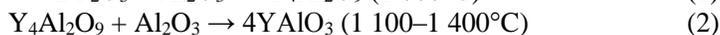
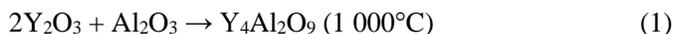
Размер ОКР и площадь удельной поверхности порошков системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$

Способ выделения	Температура, °С	$S_{\text{уд}}$, м ² /г	$d_{\text{БЭТ}}$, нм	$d_{\text{ОКР}}(\text{YAG})$, нм	Степень агломерации
Фильтрация (CD)	700	5,3	249	–	–
	950	3,8	347	56	6,2
	1 000	1,5	879	60	14,6
	1 100	1,2	1099	77	14,3
Нанораспылительная сушка (NS)	700	12,1	109	–	–
	950	5,4	244	–	–
	1 000	4,45	296	52	5,7
	1 100	3,4	388	53	7,3

С увеличением температуры прокаливания от 700 до 1 100°С площадь удельной поверхности порошков, полученных с применением фильтрации, уменьшается с 5,3 до 1,2 м²/г, а порошков, полученных с применением нанораспылительной сушки, уменьшается с 12,1 до 3,4 м²/г. Степень агломерации увеличивается с повышением температуры прокаливания.

Применение нанораспылительной сушки обеспечивает большие значения площади удельной поверхности порошков и меньшую степень агломерации по сравнению с аналогичными, полученными методом фильтрации. Кристаллиты в частицах порошков NS прочно агломерированы, а частицы практически не коагулируют между собой. В порошках CD процессы агломерации протекают хаотично, образуются жесткие агломераты размерами до нескольких десятков микрон. Средние размеры кристаллитов порошков NS меньше. Отличие в морфологии между порошками NS и CD должно оказывать влияние на процессы их термической и компрессионной консолидации.

На рис. 4 представлены кривые относительной усадки порошков в процессе SPS до 1 700°С под давлением 80 МПа. Интенсивная усадка материала начинается при температуре 1 250°С и продолжается до 1 375°С, затем замедляется вплоть до 1 700°С. Процесс усадки порошка CD сопровождается образованием соединений системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ в соответствии с [16]:



Можно предположить, что замедление усадки в указанном диапазоне температур обусловлено образованием орторомбической фазы YAP [18] в образце CD. По достижении $1 \ 700^\circ C$ на кривой наблюдается участок продолжительностью 4,5 мин, который связан с образованием фазы YAG [18]. Для образца NS участки, явно характеризующие фазовые переходы, отсутствуют. Температура начала интенсивной усадки порошка NS на $50^\circ C$ ниже, чем у порошка CD. Окончание интенсивной усадки образца NS наблюдается при $1 \ 450^\circ C$.

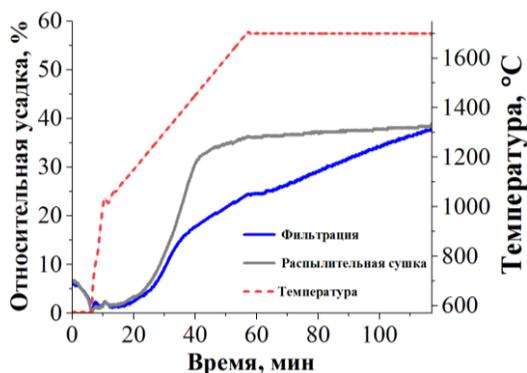


Рис. 4. Динамика относительной усадки синтезированных порошков при нагреве до $1 \ 700^\circ C$ под давлением 80 МПа

Таким образом, интенсивная усадка при спекании порошка, полученного с применением нанораспылительной сушки, проходит при меньших температурах, чем порошка, полученного фильтрацией, а процесс его спекания проходит более полно благодаря однородной структуре и более развитой поверхности частиц порошка.

Заключение

Продемонстрирована возможность получения порошков системы Al_2O_3 – Y_2O_3 из солей алюминия и иттрия в водной суспензии методом нанораспылительной сушки. Исследованы морфологические характеристики и фазовый состав порошков, изучена динамика их линейной усадки, проведен сравнительный анализ порошков, полученных методами распылительной сушки (NS) и фильтрации (CD).

Установлено, что нанораспылительная сушка обеспечивает большие значения площади удельной поверхности порошков и меньшую степень агломерации по сравнению с фильтрацией. Интенсивная усадка при спекании порошка, полученного с применением нанораспылительной сушки, проходит при меньших температурах, чем порошка, полученного фильтрацией,

а процесс его спекания проходит более полно благодаря однородной структуре и более развитой поверхности частиц порошка

Показано, что нанораспылительная сушка позволяет получать слабоагломерированные порошки, состоящие из частиц сферической формы с прочно связанными кристаллитами нанометровых размеров. Площадь удельной поверхности порошков, полученных таким способом, в зависимости от температуры прокаливания варьирует в диапазоне от 12,1 до 3,4 м²/г. Средний размер частиц варьирует в диапазоне от 109 до 388 нм, а степень агломерации достигает 7,3.

Прокаливание прекурсоров, полученных методом распылительной сушки при 1 100°С, позволяет получать порошок со средним размером кристаллитов 53 нм, удельной площадью поверхности 3,4 м²/г, средним размером частиц 388 нм, преимущественно состоящий из иттрий-алюминиевого граната (96 об. %).

Показано, что температура начала и окончания интенсивной усадки при электроимпульсном плазменном спекании порошка, полученного распылительной сушкой, составляет 1 200 и 1 450°С соответственно, а сам процесс спекания происходит более полно по сравнению с аналогичным порошком, полученным фильтрацией.

Порошки, полученные с применением распылительной сушки, имеют определенные перспективы применения при изготовлении оптических и люминесцентных керамических материалов.

Список источников

1. Abell J.S., Harris I.R., Cockayne B., Lent B. An investigation of phase stability in the Y₂O₃-Al₂O₃ system // *Journal of Materials Science*. 1974. Vol. 9 (4). P. 527–537.
2. Rahmani M., Mirzaee O., Tajally M., Loghman-Estarki M.R. Comparison of synthesis and spark plasma sintering of YAG nano particles by variation of pH and precipitator agent // *Ceramics International*. 2018. Vol. 44 (18). P. 23215–23225.
3. Yoder H.S., Keith M.L. Complete substitution of aluminum for silicon: The system 3MnO-Al₂O₃-3SiO₂·3Y₂O₃-5Al₂O₃ // *American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials*. 1951. Vol. 36 (7-8). P. 519–533.
4. Li X., Li J.G., Xiu Z., Huo D., Sun X. Transparent Nd: YAG Ceramics Fabricated Using Nanosized γ -Alumina and Yttria Powders // *Journal of the American Ceramic Society*. 2009. Vol. 92 (1). P. 241–244.
5. Geller S., Wood E.A. Crystallographic studies of perovskite-like compounds. I. Rare earth orthoferrites and YFeO₃, YCrO₃, YAlO₃ // *Acta Crystallographica*. 1956. Vol. 9 (7). P. 563–568.
6. Kinsman K.M., Mc Kittrick J., Sluzky E., Hesse K. Phase development and luminescence in chromium-doped yttrium aluminum garnet (YAG: Cr) phosphors // *Journal of the American Ceramic Society*. 1994. Vol. 77 (11). P. 2866–2872.
7. Sim S.M., Keller K.A., Mah T.I. Phase formation in yttrium-aluminum garnet powders synthesized by chemical methods // *Journal of Materials Science*. 2000. Vol. 35(3). P. 713–717.
8. Xiao Z., Yu S., Li Y., Ruan S., Kong L.B., Huang Q., Tang D. Materials development and potential applications of transparent ceramics : a review // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2020. Vol. 139. Art. 100518.
9. Малявин Ф.Ф., Кравцов А.А., Тарала В.А., Никова М.С., Чикулина И.С., Вакалов Д.С., Медяник Е.В. Исследование влияния концентрации оксида магния и отклонения от стехиометрии иттрий-алюминиевого граната на микроструктуру и оптическое

- пропускание керамики на его основе // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2020. № 21 (6). С. 872–879.
10. Liu Q., Liu J., Li J., Ivanov M., Medvedev A., Zeng Y., Guo J. Solid-state reactive sintering of YAG transparent ceramics for optical applications // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 616. P. 81–88.
 11. Протасов А.С., Сенина М.О., Лемешев Д.О. Методы синтеза порошков иттрий-алюминиевого граната для получения прозрачной керамики // *Успехи в химии и химической технологии*. 2020. № 34. С. 80–82.
 12. Yagi H., Takaichi K., Ueda K.I., Yamasaki Y., Yanagitani T., Kaminskii A.A. The physical properties of composite YAG ceramics // *Laser Physics-Lawrence*. 2005. Vol. 15 (9). P. 1338–1344.
 13. Lu J., Prabhu M., Song J., Li C., Xu J., Ueda K., Yanagitani T. Optical properties and highly efficient laser oscillation of Nd: YAG ceramics // *Applied Physics B*. 2000. Vol. 71 (4). P. 469–473.
 14. Гаранин С.Г., Дмитриук А.В., Жилин А.А., Михайлов М.Д., Рукавишников Н.Н. Лазерная керамика. 1. Методы получения // *Оптический журнал*. 2010. № 77 (9). С. 52–68.
 15. Салихов Т.П., Кан В.В., Уразаева Э.М., Саватюгина Т.В., Арушанов Г.М., Кан С.Н. Получение мелкокристаллического иттрий-алюминиевого граната в солнечных печах // *Новые огнеупоры*. 2017. № 3. С. 144–147.
 16. Нейман А.Я., Ткаченко Е.В., Квичко Л.А., Коток Л.А. Условия и макромеханизм твердофазного синтеза алюминатов иттрия // *Журнал неорганической химии*. 1980. № 25 (9). С. 2340–2345.
 17. Valiev D., Han T., Vaganov V., Stepanov S. The effect of Ce^{3+} concentration and heat treatment on the luminescence efficiency of YAG phosphor // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2018. Vol. 116. P. 1–6.
 18. Федоров П.П., Маслов В.А., Усачев В.А., Кононенко Н.Э. Синтез лазерной керамики на основе нанодispersных порошков алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$ // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Приборостроение*. 2012. № 8. С. 28–44.
 19. Katelnikovas A., Barkauskas J., Ivanauskas F., Beganskiene A., Kareiva A. Aqueous sol-gel synthesis route for the preparation of YAG: Evaluation of sol-gel process by mathematical regression model // *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 2007. Vol. 41 (3). P. 193–201.
 20. Singlard M., Rémondière F., Oriol S., Fiore G., Vieille B., Vardelle M., Rossignol S. Sol-gel synthesis of yttrium aluminum garnet (YAG): effects of the precursor nature and concentration on the crystallization // *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 2018. Vol. 87 (2). P. 496–503.
 21. Li X., Liu H., Wang J.Y., Cui H.M., Han F., Zhang X.D., Boughton R.I. Rapid synthesis of YAG nano-sized powders by a novel method // *Materials Letters*. 2004. Vol. 58 (19). P. 2377–2380.
 22. Rahmani M., Mirzaee O., Tajally M., Loghman-Estarki M.R. A comparative study of synthesis and spark plasma sintering of YAG nano powders by different co-precipitation methods // *Ceramics International*. 2018. Vol. 44 (9). P. 10035–10046.
 23. Arabgari S., Malekfar R., Motamedi K. Parameters effects on the surface morphology and structure of Nd: YAG nanopowders synthesized by co-precipitation method // *Journal of Nanoparticle Research*. 2010. Vol. 13 (2). P. 597–611.
 24. Lyamina G., Ilea A., Khasanov O., Petyukevich M., Vaitulevich E. Synthesis of Al_2O_3 - ZrO_2 powders from differently concentrated suspensions with a spray drying technique // *AIP Conference Proceedings*. 2016. Vol. 1772 (1). Art. 020011.
 25. Илела А.Э. Разработка технологии получения нанопорошков оксидов алюминия и циркония и материалов на их основе методом распылительной сушки растворов и суспензий : дис. ... канд. техн. наук : 05.17.11. Томск, 2020. 163 л.
 26. Suárez M., Fernández A., Menéndez J. L., Torrecillas R. Production of dispersed nanometer sized YAG powders from alkoxide, nitrate and chloride precursors and spark plasma

- sintering to transparency // *Journal of Alloys and Compounds*. 2010. Vol. 493 (1-2). P. 391–395.
27. Peng D.A.I., Cheng J.I., Liming S.H., Qi Q.I., Guobiao G.U., Zhang X., Ningzhong B. Photoluminescence properties of YAG: Ce³⁺, Pr³⁺ nano-sized phosphors synthesized by a modified co-precipitation method // *Journal of Rare Earths*. 2017. Vol. 35 (4). P. 341–346.
 28. Li X., Liu H., Wang J., Zhang X., Cui H. Preparation and properties of YAG nano-sized powder from different precipitating agent // *Optical Materials*. 2004. Vol. 25 (4). P. 407–412.
 29. Liu W., Zhang W., Li J., Kou H., Shen Y., Wang L., Pan, Y. Influence of pH values on (Nd⁺ Y): Al molar ratio of Nd: YAG nanopowders and preparation of transparent ceramics // *Journal of Alloys and Compounds*. 2010. Vol. 503 (2). P. 525–528.
 30. Li J.G., Ikegami T., Lee J.H., Mori T. Characterization of yttrium aluminate garnet precursors synthesized via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant // *Journal of Materials Research*. 2000. Vol. 15 (11). P. 2375–2386.
 31. Gong H., Tang D.Y., Huang H., Ma J. Agglomeration control of Nd: YAG nanoparticles via freeze drying for transparent Nd: YAG ceramics // *Journal of the American ceramic society*. 2009. Vol. 92 (4). P. 812–817.
 32. Li J., Pan Y., Qiu F., Wu Y., Liu W., Guo J. Synthesis of nanosized Nd: YAG powders via gel combustion // *Ceramics International*. 2007. Vol. 33 (6). P. 1047–1052.

References

1. Abell, J.S.; Harris, I.R.; Cockayne, B.; Lent, B. An investigation of phase stability in the Y₂O₃-Al₂O₃ system. *Journal of Materials Science*. 1974, 9(4), 527-537.
2. Rahmani, M.; Mirzaee, O.; Tajally, M.; Loghman-Estarki, M.R. Comparison of synthesis and spark plasma sintering of YAG nano particles by variation of pH and precipitator agent. *Ceramics International*. 2018, 44(18), 23215-23225.
3. Yoder, H.S.; Keith, M.L. Complete substitution of aluminum for silicon: The system 3MnO-Al₂O₃-3SiO₂-3Y₂O₃-5Al₂O₃. *American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials*. 1951, 36(7-8), 519-533.
4. Li, X.; Li, J.G.; Xiu, Z.; Huo, D.; Sun, X. Transparent Nd: YAG Ceramics Fabricated Using Nanosized γ -Alumina and Yttria Powders. *Journal of the American Ceramic Society*. 2009, 92(1), 241-244.
5. Geller, S.; Wood, E.A. Crystallographic studies of perovskite-like compounds. I. Rare earth orthoferrites and YFeO₃, YCrO₃, YAlO₃. *Acta Crystallographica*. 1956, 9(7), 563-568.
6. Kinsman, K.M.; McKittrick, J.; Sluzky, E.; Hesse, K. Phase development and luminescence in chromium-doped yttrium aluminum garnet (YAG: Cr) phosphors. *Journal of the American Ceramic Society*. 1994, 77(11), 2866-2872.
7. Sim, S.M.; Keller, K.A.; Mah, T.I. Phase formation in yttrium-aluminum garnet powders synthesized by chemical methods. *Journal of materials science*. 2000, 35(3), 713-717.
8. Xiao, Z.; Yu, S.; Li, Y.; Ruan, S.; Kong, L.B.; Huang, Q.; Tang, D. Materials development and potential applications of transparent ceramics: A review. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2020, 139, 100518.
9. Malyavin, F.F.; Kravcov, A.A.; Tarala, V.A.; Nikova, M.S.; Tchikolina, I.S.; Vakalov, D.S.; Medyanik E.V. Impact of magnesium oxide concentration and yttrium-aluminum garnet stoichiometry deviation on the microstructure and optical transmission of YAG-based ceramics. *Scientific and Technical Bulletin of Information Technologies, Mechanics and Optics*. 2020, 21(6), 872-879.
10. Liu, Q.; Liu, J.; Li, J.; Ivanov, M.; Medvedev, A.; Zeng, Y.; Guo, J. Solid-state reactive sintering of YAG transparent ceramics for optical applications. *Journal of alloys and compounds*. 2014, 616, 81-88.
11. Protasov, A.S.; Senina, M.O.; Lemeshev, D.O. Methods of synthesis of powders of yttrium-aluminum granate for producing transparent. *Advances in chemistry and chemical technology*. 2020, 34, 80-82.

12. Yagi, H.; Takaichi, K.; Ueda, K.I.; Yamasaki, Y.; Yanagitani, T.; Kaminskii, A.A. The physical properties of composite YAG ceramics. *Laser Physics-Lawrence*. 2005 15(9), 1338-1344.
13. Lu, J.; Prabhu, M.; Song, J.; Li, C.; Xu, J.; Ueda, K.; Yanagitani, T. Optical properties and highly efficient laser oscillation of Nd: YAG ceramics. *Applied Physics B*. 2000, 71(4), 469-473.
14. Garanin, S.G.; Dmitryuk, A.V.; Zhilin, A.A.; Mikhailov, M.D.; Rukavishnikov, N.N. Laser ceramic. 1. Production methods. *Journal of Optical Technology*. 2010, 77(9), 52-68.
15. Salikhov, T.P.; Kan, V.S. Urazaeva, E.M.; Savatyugina, T.S. Arushanov, G.M.; Kan, S.N. The preparation of the fine crystalline yttrium-aluminum garnet in the solar furnaces. *Refractories and Industrial Ceramics*. 2017, (3), 144-147.
16. Neiman, A.Ya.; Tkachenko, E.V.; Kvichko, L.A.; Kotok, L.A. Conditions and macro-mechanism of solid-phase synthesis of yttrium aluminates. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 1980, 25(9), 2340-2345.
17. Valiev, D.; Han, T.; Vaganov, V.; Stepanov, S. The effect of Ce^{3+} concentration and heat treatment on the luminescence efficiency of YAG phosphor. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2018, 116, 1-6.
18. Fedorov, P.P.; Maslov, V.A.; Usachev, V.A.; Kononenko, N.E. Synthesis of laser ceramics based on nanodisperse powders of aluminum yttrium garnet $Y_3Al_5O_{12}$. *Herald of the Bauman Moscow State Technical University, Series Instrument Engineering*. 2012, (8), 28-44.
19. Katelnikovas, A.; Barkauskas, J.; Ivanauskas, F.; Beganskiene, A.; Kareiva, A. Aqueous sol-gel synthesis route for the preparation of YAG: Evaluation of sol-gel process by mathematical regression model. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 2007, 41(3), 193-201.
20. Singlard, M.; Rémondière, F.; Oriol, S.; Fiore, G.; Vieille, B.; Vardelle, M.; Rossignol, S. Sol-gel synthesis of yttrium aluminum garnet (YAG): effects of the precursor nature and concentration on the crystallization. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 2018, 87(2), 496-503.
21. Li, X.; Liu, H.; Wang, J.Y.; Cui, H.M.; Han, F.; Zhang, X.D.; Boughton, R.I. Rapid synthesis of YAG nano-sized powders by a novel method. *Materials Letters*. 2004, 58(19), 2377-2380.
22. Rahmani, M.; Mirzaee, O.; Tajally, M.; Loghman-Estarki, M.R. A comparative study of synthesis and spark plasma sintering of YAG nano powders by different co-precipitation methods. *Ceramics International*. 2018, 44(9), 10035-10046.
23. Arabgari, S.; Malekfar, R.; Motamedi, K. Parameters effects on the surface morphology and structure of Nd: YAG nanopowders synthesized by co-precipitation method. *Journal of Nanoparticle Research*. 2010, 13(2), 597-611.
24. Lyamina, G.; Ilela, A.; Khasanov, O.; Petyukevich, M.; Vaitulevich, E. Synthesis of Al_2O_3 - ZrO_2 powders from differently concentrated suspensions with a spray drying technique. *AIP Conference Proceedings*. 2016, 1772 (1), 020011.
25. Ilela, A.E. Razrabotka tehnologii polucheniya nanoporoshkov oksidov aluminia i zirconiya i materialov na ih osnove metodom raspilitelnoi usushki rastvorov i suspenzii [Development of technology for obtaining nanopowders of aluminum and zirconium oxides and materials based on them by spray drying of solutions and suspensions]: Ph. D. Thesis: spec. 05.17.11: thesis – 2020 (In Russian).
26. Suárez, M.; Fernández, A.; Menéndez, J. L.; Torrecillas, R. Production of dispersed nanometer-sized YAG powders from alkoxide, nitrate and chloride precursors and spark plasma sintering to transparency. *Journal of alloys and compounds*. 2010, 493(1-2), 391-395.
27. Peng, D.A.I.; Cheng, J.I.; Liming, S.H.; Qi, Q.I.; Guobiao, G.U.; Zhang, X.; Ningzhong, B. Photoluminescence properties of YAG: Ce^{3+} , Pr^{3+} nano-sized phosphors synthesized by a modified co-precipitation method. *Journal of Rare Earths*. 2017, 35(4), 341-346.

28. Li, X.; Liu, H.; Wang, J.; Zhang, X.; Cui, H. Preparation and properties of YAG nano-sized powder from different precipitating agent. *Optical Materials*. 2004, 25(4), 407-412.
29. Liu, W.; Zhang, W.; Li, J.; Kou, H.; Shen, Y.; Wang, L.; Pan, Y. Influence of pH values on (Nd⁺ Y): Al molar ratio of Nd: YAG nanopowders and preparation of transparent ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*. 2010, 503(2), 525-528.
30. Li, J.G.; Ikegami, T.; Lee, J.H.; Mori, T. Characterization of yttrium aluminate garnet precursors synthesized via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant. *Journal of Materials Research*. 2000, 15(11), 2375-2386.
31. Gong, H.; Tang, D.Y.; Huang, H.; Ma, J. Agglomeration control of Nd: YAG nanoparticles via freeze drying for transparent Nd: YAG ceramics. *Journal of the American ceramic society*. 2009, 92(4), 812-817.
32. Li, J.; Pan, Y.; Qiu, F.; Wu, Y.; Liu, W.; Guo, J. Synthesis of nanosized Nd: YAG powders via gel combustion. *Ceramics international*. 2007, 33(6), 1047-1052.

Сведения об авторах:

Пайгин Владимир Денисович – научный сотрудник НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: vpaygin@mail.ru

Деулина Дарья Евгеньевна – студент отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: ded5@tpu.ru

Илела Алфа Эдисон – канд. техн. наук, ассистент отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: alfaedison@mail.ru

Лямина Галина Владимировна – канд. хим. наук, доцент отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: lyamina@tpu.ru

Двилис Эдгар Сергеевич – д-р физ.-мат. наук, старший научный сотрудник НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: dvilis@tpu.ru

Валиев Дамир Талгатович – доцент, канд. физ.-мат. наук, доцент отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: gubinfc@tpu.ru

Степанов Сергей Александрович – канд. физ.-мат. наук, доцент отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: stepanovsa@tpu.ru

Хасанов Олег Леонидович – профессор, д-р техн. наук, профессор отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: khasanov@tpu.ru

Дитц Александр Андреевич – канд. техн. наук, доцент НОЦ Н.М. Кижнера Национального исследовательского Томского политехнического университета, Томск, Россия. E-mail: ditts@tpu.ru

Вклад авторов: все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Information about the authors:

Paygin Vladimir D. – Researcher, Research center “Nanomaterials and Nanotechnologies”, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: vpaygin@mail.ru

Deulina Daria E. – Student, Division for Materials Science, School of Advanced Manufacturing Technologies, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: ded5@tpu.ru

Iela Alfa E. – Ph.D., Assistant, Division for Materials Science, School of Advanced Manufacturing Technologies, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: alfaedison@mail.ru

Lyamina Galina V. – Ph.D., Associate professor, Division for Materials Science, School of Advanced Manufacturing Technologies, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: lyamina@tpu.ru

Dvilis Edgar S. – Ph.D., Senior researcher, Research center “Nanomaterials and Nanotechnologies”, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: dvilis@tpu.ru

Valiev Damir T. – Ph.D., Associate professor, Division for Materials Science, School of Advanced Manufacturing Technologies, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: rubinf@tpu.ru

Stepanov Sergei A. – Ph.D., Associate professor, Division for Materials Science, School of Advanced Manufacturing Technologies, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: stepanovsa@tpu.ru

Khasanov Oleg L. – Prof. Ph.D., Professor, Division for Materials Science, School of Advanced Manufacturing Technologies, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: khasanov@tpu.ru

Ditts Alexander Andreevich – Ph.D., Associate professor, Kizhner Research Center, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia. E-mail: ditts@tpu.ru

Contribution of the authors: the authors contributed equally to this article.

The authors declare no conflicts of interests.

Статья поступила в редакцию 21.09.2022; принята к публикации 09.11.2022

The article was submitted 21.09.2022; accepted for publication 09.11.2022