

на процесс фазообразования в системе $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ и возможность формирования $\text{Cr}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ (Е-фазы).

Для обеспечения гомогенизации исходных компонентов были применены методы высокоэнергетического измельчения в присутствии изопропилового спирта (1000 об./мин.), Соосаждение гидроксидов титана и хрома из водных растворов соответствующих солей, а также метод растворного горения. Полученные смеси с соотношением компонентов $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{:TiO}_2 = 1\text{:}1, 1\text{:}2$ и $1\text{:}2,3$ были подвергнуты термической обработке в широком диапазоне температур ($T=1000\text{-}1550^\circ\text{C}$) и продолжительности (1-24 часа). Полученные материалы были подвергнуты физико-химическому анализу.

Был проведен анализ последовательности фазовых трансформаций в исследуемых композициях в процессе термообработки.

Рентгеновские дифрактограммы для всех образцов при температурах выше 1400°C практически идентичны и совпадают с эталоном для Е-фазы (JCPDS № 49-1584). Однако в дифракционных спектрах всех образцов присутствуют дополнительные пики, по-видимому, свидетельствующие о неоднородности системы.

Тем не менее, использование метода соосаждения с последующей термообработкой позволяет получить преимущественно Е-фазу $\text{Cr}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ при более низкой температуре по сравнению с классическим твердофазным синтезом и твердофазным синтезом с применением дополнительного высокоэнергетического измельчения.

Анализ спектров отражения в видимом и ультрафиолетовом диапазонах для образцов показал существенное снижение существовавшего до термообработки пика отражения и его смещение к большим длинам волн.

Литература:

1. Chromium Doped TiO_2 Sputtered Thin Films : SpringerBriefs in Applied Sciences and Technology / A. Hajjaji, M. Amlouk, M. Gaidi [et al.]. – Cham : Springer International Publishing, 2015.
2. Devi P. S. Preparation of Fine Particle $\text{Cr}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ Powders by the Citrate Gel Process / P. S. Devi // Journal of Solid State Chemistry. – 1994. – Vol. 110. – № 2. – P. 345-349.

УДК 546:54.057

МИШЕНИ ($\text{MgO}:\text{CoO}$ И $\text{ZnO}:\text{CoO}$), ПОЛУЧАЕМЫЕ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ ДЛЯ ВАКУУМНОГО НАПЫЛЕНИЯ

Аль-Камали М.Ф.С.Х., Бойко А.А.

*Республика Беларусь, Гомельский государственный технический университет имени П.О. Сухого, 246746, г. Гомель, пр-т Октября, 48,
boiko@gstu.by*

Аннотация. Изучено влияние технологических режимов синтеза порошков $\text{MgO}:\text{CoO}$ и $\text{ZnO}:\text{CoO}$ на структуру и валентное состояние ионов кобальта. Установлено, что размеры частиц $\text{ZnO}:\text{CoO}$ находятся в пределах от 390 до 800 нм, а размеры частиц $\text{MgO}:\text{CoO}$ – от 430 до 810 нм. Показано, что при формировании мишеней (методом прессования) из полученных порошков происходит трансформация валентности ионов кобальта с формированием Co_2O_3 . По результатам EDX-анализа установлено, что распределение ионов кобальта в матрице оксидов цинка и магния имеет интегрально-однородный характер, а концентрация кобальта соответствует расчетной.

Ключевые слова: оксиды, магний, цинк, кобальт, золь-гель метод, структура, EDX-анализ

Одним из основных требований получения методами напыления в вакууме покрытий с оптимальной однородностью является высокая степень гомогенности гранулометрического и химического состава исходной мишени. Как было показано в работе [1], покрытия оптического качества и однородной стехиометрии получают только в режиме сильного «отравления» материала мишени при малой скорости распыления (т.е. когда на поверхности

мишени находится тонкий слой диэлектрика). В нашем случае, используя для ее создания компоненты химической чистоты не ниже марки «осч», а также аэросил (в качестве матрицы-носителя веществ-допантов), становится возможным распределять легирующие добавки с однородностью на молекулярном уровне, сорбируя их на поверхность глобулы аэросила (пирогенного кремнезема) в виде тонкого слоя нанометровой толщины. .

Процессы формирования порошков в жидких средах имеют несколько основных направлений: синтез наночастиц методами осаждения; синтез в сверхкритических жидкостях; синтез при физическом воздействии на реакционную среду; образование частиц при распылении растворов в пламени (мокрое сжигание); криохимический метод синтеза; электрохимический метод получения наноматериалов; матричный (темплатный) синтез; биологические методы синтеза порошков; получение материалов при самоорганизации наночастиц.

Одним из основных требований получения методами напыления в вакууме покрытий с оптимальной однородностью является высокая степень гомогенности гранулометрического и химического состава исходной мишени. Используя для ее создания компоненты химической чистоты не ниже марки «осч», становится возможным распределять легирующие добавки с однородностью на молекулярном уровне, сорбируя их на поверхность глобулы ультрадисперсных порошков в виде тонкого слоя нанометровой толщины. На рисунке 1 представлены основные этапы формирования микропорошков состава $MgO:CoO$ и $ZnO:CoO$.

Для получения порошков $MgO:CoO$ и $ZnO:CoO$, применяли золь-гель метод. Для синтеза использовали следующие компоненты: Магний окись MgO (хч; гост 4526-75), цинк окись ZnO (хч; гост 10262-73) и кобальт хлористый 6- водный $CoCl_2 \times 6H_2O$ (ч; гост 4525-77)

Этапы получения наночастиц металлов с применением золь-гель метода имели следующую последовательность (рисунок 1):

- Формирование золя на основе оксидов;
- Отдельное введение ионов кобальта в жидкий золь в виде водорастворимой соли заданной концентрации (в нашем случае использовался хлорид кобальта);
- Синтез геля на основе сформированной золь-гель коллоидной системы (чистого или содержащего кобальт) путём естественного гелирования в открытых пластиковых формах на воздухе;
- Сушка геля до состояния ксерогеля в вентилируемом термощкафу при $T=80^{\circ}C$ (3-5 дней).

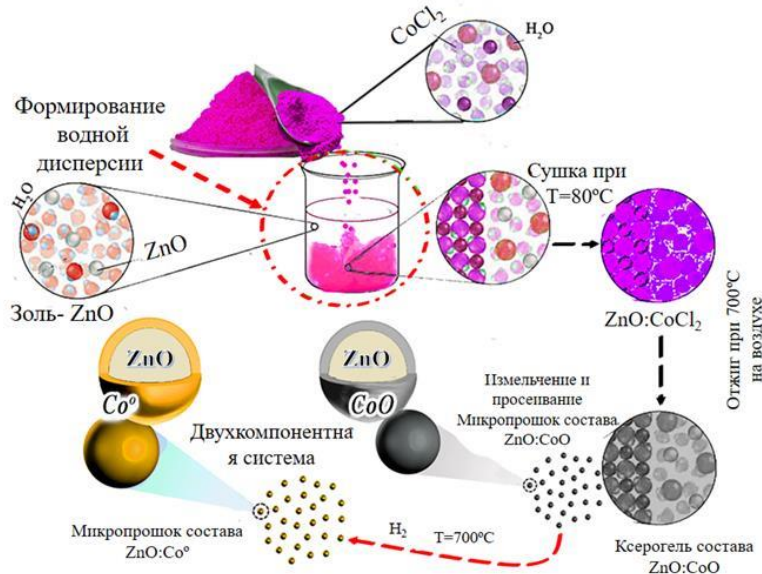


Рис.1. Технологическая схема получения микропорошков.

УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

Для получения таблетированных мишеней методом одноосного прессования смешивали микропорошок с раствором ПВС для получения шихты с влажностью ~ 10 %. Заготовки, полученные прессованием шихты, сушили на воздухе при комнатной температуре в течение 1 суток, а затем высушенные заготовки подвергали термообработке при температуре 700 °С в течение 3 часов на воздухе.

Методом EDX (EDS) был проведен элементный анализ - состав определялся с помощью энергодисперсионного микроанализатора Quantex 200 (беззотный микроанализатор с XFlash Detector 5030) с разрешением 125 эВ (производства фирмы Bruker, Германия). Исследования проводились сотрудниками НТЦ «Белмикроанализ» филиала «Белмикросистемы» ОАО «ИНТЕГРАЛ» - управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ».

На рисунке 2 приведены результаты EDX-анализа порошка ZnO:CoO и MgO:CoO соответственно. Видно, что распределение ионов кобальта в матрице интегрально однородно, а расчетная вводимая концентрация соответствует концентрации полученной в порошке.

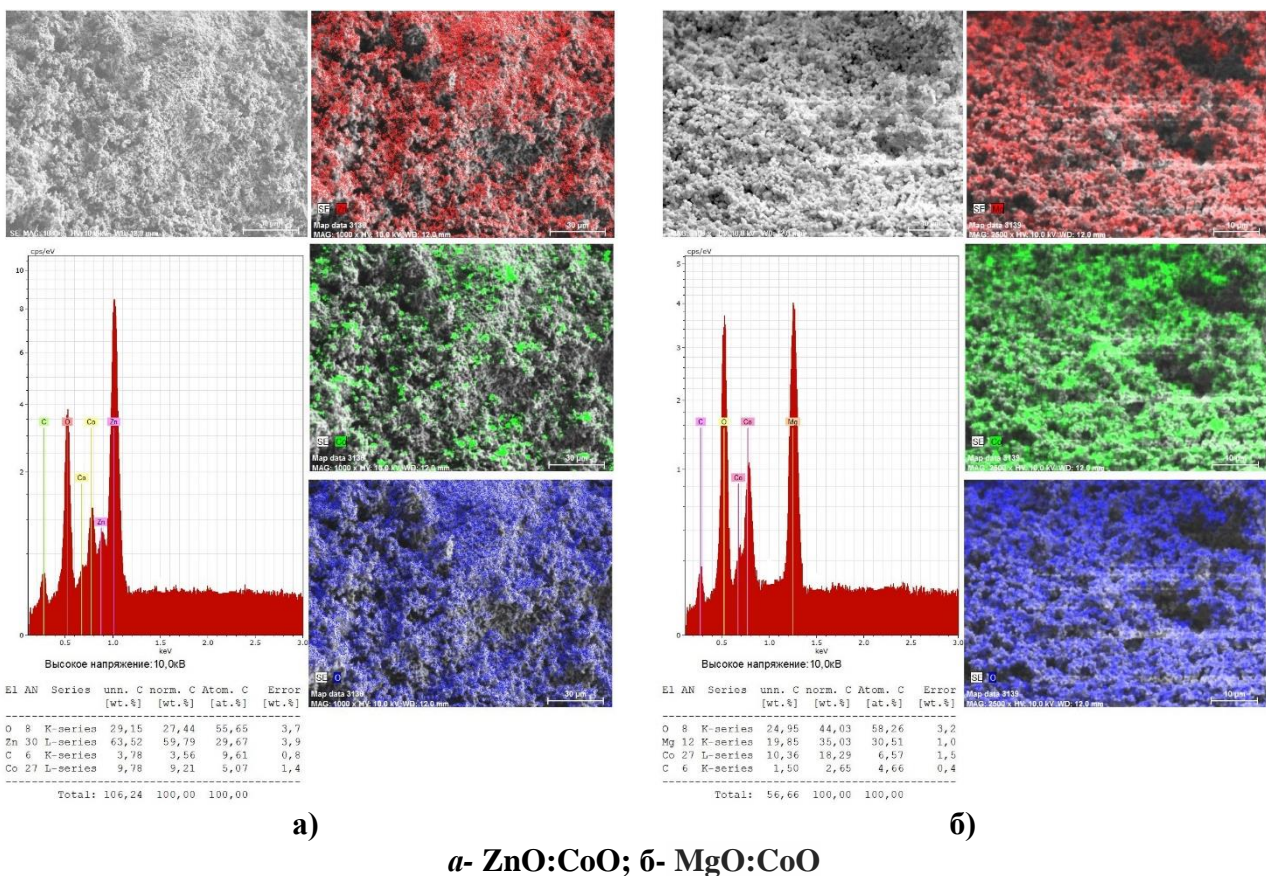


Рис. 2. EDX-анализ порошка состава, после термообработки на воздухе при 700 °С

Литература:

1. Вольпян, О. Д. Магнетронное нанесение оптических покрытий при питании магнетронов переменным напряжением средней частоты / О.Д. Вольпян, А.И. Кузьмичев // Прикладная физика. – 2008. - № 3. – С. 34-51.