

дисилицида молибдена со специальными добавками, позволяющими по простой шликерно-обжиговой технологии снизить энергетические затраты и сохранить высокую температуру службы. Заявленная шихта обеспечивается энергетической эффективностью получения жаростойких стеклокерамических материалов и покрытий, которая достигается тем, что не требуется специальная варка стекла, кроме того, материал покрытия наносят до его определенной толщины, а затем производят однократный обжиг. В результате получают градиентное по составу покрытие: наличие неокисленного подслоя обеспечивает возможность залечивания поверхности в случае образования трещин при термоциклировании. Заявленный состав шихты способен формировать в воздушной среде в широком интервале температур (от 500 до 1600°C) на поверхности некоторых углеродных материалов, например, графита, ровные и прочные покрытия. По результатам экспериментов установлено, что плотные со стекловидным блеском и прочно сцепленные с субстратом слои термически стабильного материала формируются при содержании тонкодисперсного порошка бора более 12 до 20 мас. % и тонкодисперсного порошка оксида алюминия - 5-7 мас. %. Увеличение содержания оксида алюминия свыше 7 мас. % снижает жаростойкость, поскольку в процессе термообработки исходных компонентов в воздушной среде формируются новые оксидные фазы в виде муллита, бората алюминия и кристобалита, которые снижают жаростойкость материала [3]. Получаемые из заявленной шихты материалы формируются при относительно низких температурах по сравнению с температурой эксплуатации благодаря формированию легкоплавкой фазы за счет окисления аморфного бора. Кроме того, в случае образования дефектов наблюдается способность залечивать их благодаря окислению нижележащих неокисленных исходных компонентов.

1. Баньковская И.Б., Коловертнов Д.В. «Высокотемпературные защитные стеклокерамические покрытия для неметаллических материалов». СПб.: Изд. ВВМ, 2022. 118 с.

2. Kolovertnov D.V., Ban'kovskaya I.B., Sazonova M.V. Effect of temperature – time parameters on the structure and properties of glass-ceramic composites based on molybdenum disilicide // Glass Phys. Chem. 2022. Vol. 48, № 6. P. 642-645.

3. Патент № 2818057 Российская Федерация, Шихта для получения композиционного материала на основе дисилицида молибдена / Баньковская И.Б., Коловертнов Д.В., Заявл. 11.07.2023, Оpubл. 23.04.2024 Бюл. № 12.

### СИНТЕЗ СУБМИКРОННЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДА ЦЕРИЯ, АКТИВИРОВАННОГО ЕВРОПИЕМ, ТЕРМОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Бойко А.А.<sup>1</sup>, Подденежный Е.Н.<sup>1</sup>, Дробышевская Н.Е.<sup>1</sup>, Здравков А.В.<sup>2</sup>, Химич Н.Н.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>ГГТУ им. П.О. Сухого, Гомель, Беларусь

<sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт» – Институт химии силикатов им. И.В. Гребеницкова,  
Санкт-Петербург, Россия

<sup>3</sup>Военно – медицинская академия имени С.М. Кирова, Санкт-Петербург, Россия  
[boiko@gstu.by](mailto:boiko@gstu.by)

Интерес к оксиду церия ( $\text{CeO}_2$ ) связан с возможностью использования его в составе высокоэффективных фотокатализаторов и систем дожигания газовых выбросов [1], а также в оптоэлектронных приборах в качестве люминофора, излучающего в оранжево-красной области спектра [2]. Ультрадисперсные порошки оксида церия, активированные оптически-активными ионами, могут быть получены с использованием прямого высокотемпературного спекания, в золь-гель-процессах, гидротермальным методом и путем соосаждения гидроокисей с последующим прокаливанием осадков [3]. Целью данной работы является изучение новых методов синтеза наноструктурированных порошков  $\text{CeO}_2:\text{Eu}^{3+}$  путем термохимических реакций (горения) с использованием в качестве горючего смеси карбамида и гексаметилентетрамина и изучение влияние условий проведения реакций на структурные, физико-химические и спектрально-люминесцентные характеристики.

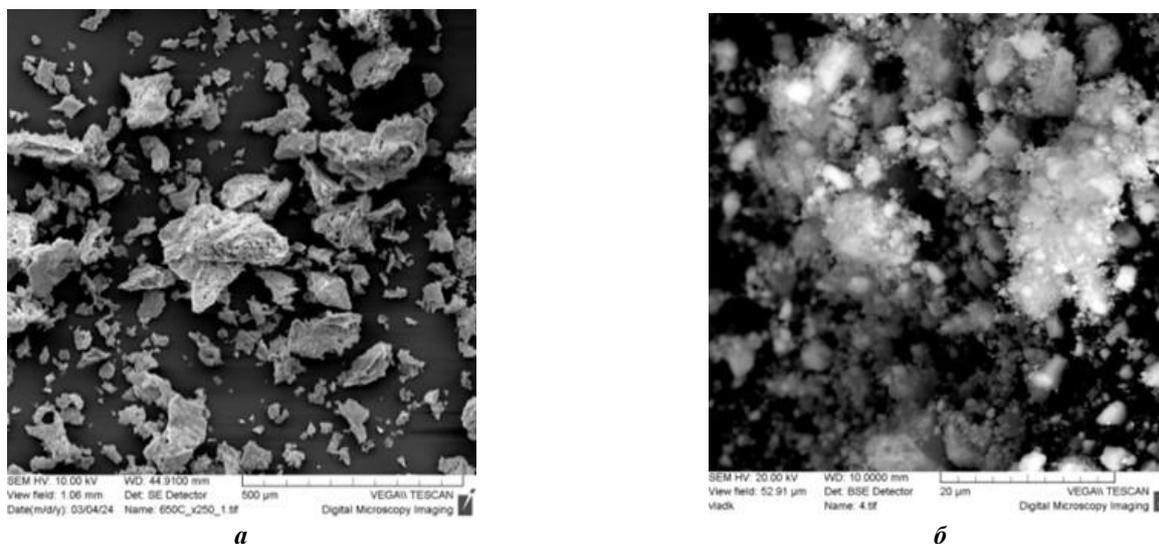
Для изучения физико-химических, структурных и люминесцентных свойств синтезированных материалов были использованы методы рентгенофазового анализа (РФА) (дифрактометр ДРОН-7), сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) (микроскоп TESCAN, Чехия). Спектры люминесценции регистрировались с помощью спектрофлуориметра СДЛ-2 при комнатной температуре.

Для получения люминесцентных ультрадисперсных порошков оксида церия, активированного ионами европия, проводили процесс термохимических реакций (горения) гелеобразной смеси солей

$\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$  и  $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3$  и карбамид –  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ , взятых в молярном соотношении безводная соль : карбамид, равном 1 : 2, с добавлением гексаметилентетрамина (ГМТА) в качестве инициатора реакции окисления-восстановления.

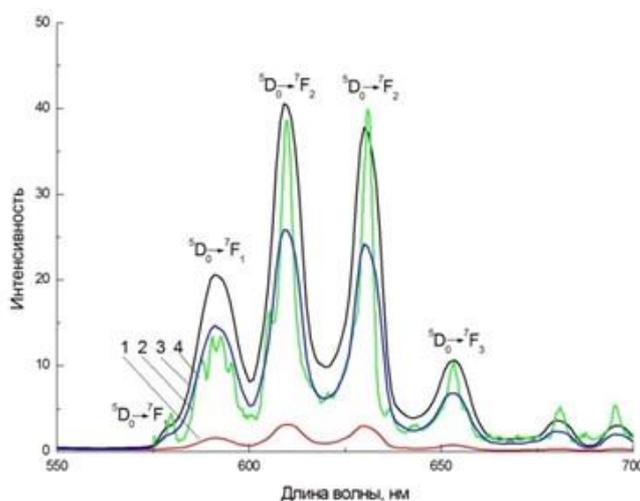
Ингредиенты для синтеза  $\text{CeO}_2:\text{Eu}^{3+}$  в виде азотнокислых солей церия и европия растворяли в дистиллированной воде, добавляли в смесь ГМТА и карбамид. Затем раствор в термостойкой выпарительной чаше ставили в термошкаф с температурой 80 – 100 °С и при помешивании концентрировали смесь до состояния вязкого геля (1,5 – 2 ч). Затем закрывали чашу алюминиевой фольгой, проделывали отверстия для выхода газов, помещали эту чашу в муфельную печь, нагретую до температуры 350 °С. В печи, под воздействием быстрого нагрева происходила бурная химическая реакция окисления-восстановления, инициируемая гексаметилентетрамином. Продукт выдерживали в печи при температуре 650 °С в течение 1 ч. За время выдержки удалялись остаточные молекулы воды, выгорали остатки органических реагентов. После остывания печи извлекали выпарительную чашу, в которой сформировался пенообразный пористый продукт (рис. 1а). Концентрация ионов  $\text{Eu}^{3+}$  в структуре оксида церия составляла 6,0 ат.%, что является оптимальным для получения эффективной оранжево-красной люминесценции. Термохимический процесс формирования оксида церия осуществляется в несколько этапов: раствор – золь–гель – кристаллическая фаза. На стадии упаривания смеси образуются комплексные соединения нитратов церия и европия с карбамидом состава  $[\text{Ce}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{Ur})_2(\text{NO}_3)_3]$  и  $[\text{Eu}(\text{H}_2\text{O})(\text{Ur})_4(\text{NO}_3)_2]\text{NO}_3$ , в виде гелеобразного прекурсора, который разлагается с образованием соответствующих кристаллических оксидов. Ионы европия замещают в узлах решетки часть ионов церия, способствуя формированию люминесцирующего порошка.

Применение в качестве восстановителя смеси карбамид и ГМТА в процессе формирования легированного оксида иттрия методом горения приводит к образованию агломерированных рыхлых порошков с большим количеством пустот и размерами агломератов, лежащими в пределах 10 – 200 мкм. Такие агломерированные порошки легко диспергируются в агатовой ступке или шаровой мельнице до размеров частиц 0,2 – 0,5 мкм (рис. 1б).



**Рисунок 1.** СЭМ-изображение порошка  $\text{CeO}_2:\text{Eu}^{3+}$ , полученного горением в карбамиде и ГМТА после синтеза и прокаливания при 650 °С (а) и размолотого в агатовой ступке (б)

Спектры люминесценции образцов, прокаленных при различных температурах, приведены на рис. 2. При возбуждении ультрафиолетовым светом порошки  $\text{CeO}_2:\text{Eu}^{3+}$  демонстрировали оранжево-красное излучение, обусловленное 4f-4f переходами ионов  $\text{Eu}^{3+}$ . В спектрах возбуждения  $\text{CeO}_2:\text{Eu}^{3+}$  преобладала широкая полоса при 300-390 нм, что свидетельствует об эффективной передаче энергии от состояния  $\text{O}^{2-} \rightarrow \text{Ce}^{4+}$  с переносом заряда к легирующему  $\text{Eu}^{3+}$ . Порошки, прокаленные при 1100 °С, продемонстрировали самую высокую интенсивность люминесценции, которая резко снизилась с увеличением температуры. Причиной этого может быть увеличение количества кислородных вакансий при повышении температуры прокаливания.



**Рисунок 2. Спектры люминесценции порошков  $\text{CeO}_2:\text{Eu}^{3+}$ , полученных горением в карбамиде и ГМТА в зависимости от температуры прокаливания: 1 – 650; 2 – 900; 3 – 1100; 4 - 1200 °С;  $\lambda_{\text{возб.}} = 300$  нм**

1. Ankita A., Chahal S., Singh S., et al. Europium-doped cerium oxide nanoparticles: investigating oxygen vacancies and their role in enhanced photocatalytic and magnetic properties // Environmental Science and Pollution Research (IF 5.8). 2023-12-01. doi:10.1007/s11356-023-30686-3.

2. Chandrakar D., Kaur J., Dubey V., et al.  $\text{CeO}_2$  phosphor // Luminescence. 2015. V. 30(8). P. 1201-1206. doi: 10.1002/bio.2881.

3. Vimal G., Mani K.P., Biju Cyriac Joseph P. R. et al. Structural studies and luminescence properties of  $\text{CeO}_2:\text{Eu}^{3+}$  nanophosphors synthesized by oxalate precursor method // Applied Nanoscience. 2014. V. 5(7). P. 837–846. doi:10.1007/s13204-014-0375-5.

## ИЗВЛЕЧЕНИЕ АНИОНОВ ПОРОШКАМИ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ И ЦИРКОНИЯ

Вахрушев Н.Е.<sup>1,2</sup>, Ильичева А.А.<sup>1</sup>, Михаленко И.И.<sup>2</sup>, Коновалов А.А.<sup>1</sup>, Подзорова Л.И.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup>Российский университет дружбы народов, Москва, Россия

[vakhrushev@yandex.ru](mailto:vakhrushev@yandex.ru), [mikhalenko\\_ii@pfur.ru](mailto:mikhalenko_ii@pfur.ru)

В глобальном масштабе с ростом промышленного и сельскохозяйственного секторов возрастает загрязнённость водных ресурсов. С точки зрения простоты эксплуатации, низких затрат на обработку и высокой эффективности адсорбция является перспективным методом очистки воды. В связи с чем сохраняется и повышается актуальность разработок действенных сорбентов, имеющих ряд преимуществ перед природными материалами [1].

Цель работы – протестировать в качестве сорбентов метилоранжа порошки оксидов алюминия (А) и циркония (Z) и бинарных оксидных составов (AZ).

Исследования проведено на порошках составов А, Z, А-35Z и А-65Z, полученных после термообработки при температурах 180, 500 и 800 °С прекурсоров, синтезированных гидролизным золь-гель методом при комнатной температуре [2].

В работе приведены результаты исследования образцов методами низкотемпературной адсорбции азота, дифференциальной сканирующей калориметрии, дифрактометрии, электронной микроскопии, ИК-спектроскопии. На основании данных спектрофотометрии определена сорбция тест-красителя метилового оранжевого [2].

**Таблица 1. Результаты определения удельной поверхности образцов и адсорбции метилоранжа**

	А		65% А-Z		35% А-Z		Z	
	S <sub>уд</sub>	Г	S <sub>уд</sub>	Г	S <sub>уд</sub>	Г	S <sub>уд</sub>	Г
180 °С	21	4,2	33	4,9	172	5,4	<b>298</b>	<b>5,8</b>
500 °С	<b>186</b>	3,1	181	5,5	147	<b>7,2</b>	79	7,0
800 °С	<b>126</b>	0,3	108	<b>5,7</b>	52	3,1	17	0,5

Т°С — Температура, °С; S<sub>уд</sub> - Удельная поверхность, м<sup>2</sup>/г; Г - Адсорбция в течение 24 часов, мкмоль/г

Отмечено, что образцы А и А-35Z, полученные при 180 °С, имеют низкую удельную поверхность вследствие слоистой структуры со щелевыми порами, заполненными водой. После