

Афанасьева Е.В., к.х.н.

доцент Высшей школы физики и технологий материалов

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

Буданова А.Н.

студент магистратуры

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

**ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА НАНОПОРОШКОВ ГАЛЛАТА
МАГНИЯ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ МОДИФИЦИРОВАННЫМ
МЕТОДОМ ПЕЧИНИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОКСИДА И
НИТРАТА ГАЛЛИЯ В КАЧЕСТВЕ ИСХОДНЫХ РЕАГЕНТОВ**

Аннотация: статья посвящена синтезу нанопорошков галлата магния модифицированным методом Печини с использованием различных исходных реагентов: оксида галлия и нитрата галлия, соответственно. Изучен фазовый состав полученных образцов методом рентгенофазового анализа и определен оптимальный реагент с точки зрения получения однофазного образца.

Ключевые слова: галлат магния, нанопорошки, модифицированный метод метод Печини, рентгенофазовый анализ.

Afanaseva E.V., PhD in Chemistry

*Associate Professor at the Graduate School of Physics and Materials
Technology*

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

Russia, St. Petersburg

Budanova A.N.

master's student

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

Russia, St. Petersburg

STUDY OF THE PHASE COMPOSITION OF MAGNESIUM GALLATE NANOPOWDERS SYNTHESISED BY THE MODIFIED PECHINI METHOD USING GALLIUM OXIDE AND NITRATE AS INITIAL REAGENTS

Abstract: the article is devoted to the synthesis of magnesium gallate nanopowders by the modified Pechini method using various initial reagents: gallium oxide and gallium nitrate, respectively. The phase composition of the obtained samples was studied by X-ray phase analysis and the optimal reagent was determined in terms of obtaining a single-phase sample.

Keywords: magnesium gallate, nanopowders, modified Pechini method, X-ray phase analysis.

Оксидные материалы со структурой шпинели привлекают большое внимание исследователей благодаря своим оптическим и люминесцентным свойствам, хорошей стойкости к радиационному облучению, высокотемпературной и химической стабильности. В частности, соединения галлата магния ($MgGa_2O_4$) являются перспективными материалами в качестве основы для светоизлучающих диодов (светодиодов), твердотельных лазеров и различных видов технологий отображения, а также люминофоров для различных люминесцентных применений [1]. Важной задачей при синтезе является получение однофазных материалов, поскольку посторонние примеси оказывают негативное влияние на оптические (в частности, люминесцентные) свойства.

Цель настоящего исследования заключалась в изучении влияния исходных галлийсодержащих реагентов на фазовый состав получаемых нанопорошков галлата магния. В качестве метода синтеза нанокристаллических образцов был выбран модифицированный метод Печини, основанный на стандартном методе Печини, представляющий собой разновидность золь-гель синтеза. Модификация заключалась в применении дополнительной температурной обработки в расплаве

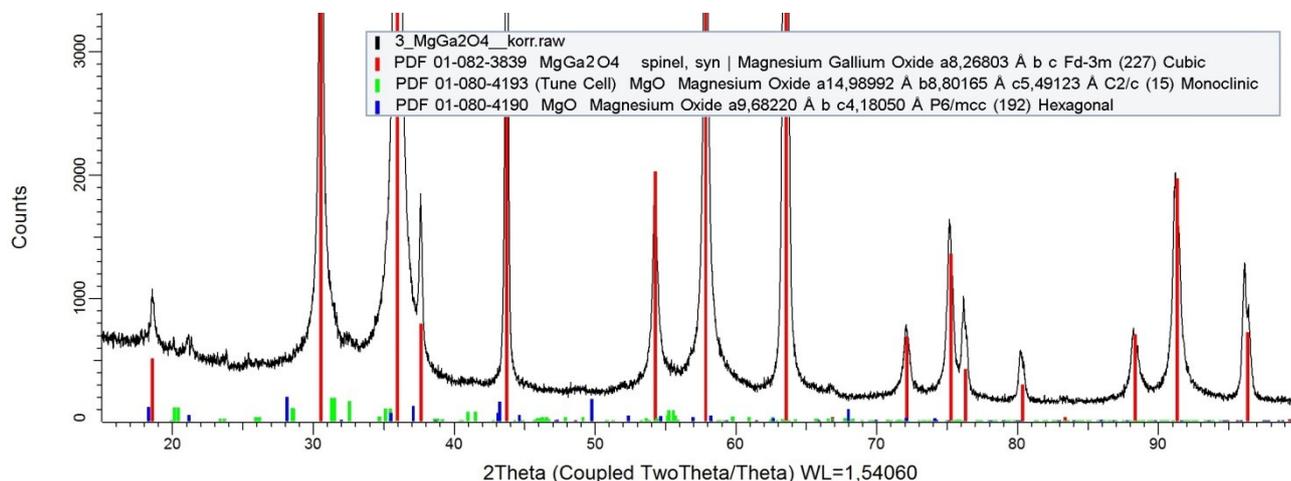
инертной соли (в нашем случае, хлорида калия). Данный модифицированный метод Печини был ранее успешно реализован нами для синтеза других оксидных матриц [2,3].

В качестве исходных реагентов, влияние которых изучалось на состав порошков, использовались оксид и нитрат галлия (Ga_2O_3 и $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$). Помимо галлийсодержащего реагента исходными веществами являлись: нитрат магния ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$), лимонная кислота, азотная кислота, этиленгликоль и хлорид калия. Условия синтеза в обоих случаях были одинаковые: температура и длительность первичного прокаливания – 550°C 2 часа; вторичного прокаливания в расплаве KCl – 900°C 3 часа. После двухэтапной термической обработки нанопорошки очищали от остатков соли хлорида калия путем их промывания в дистиллированной воде и центрифугирования, а после сушили в сушильном шкафу.

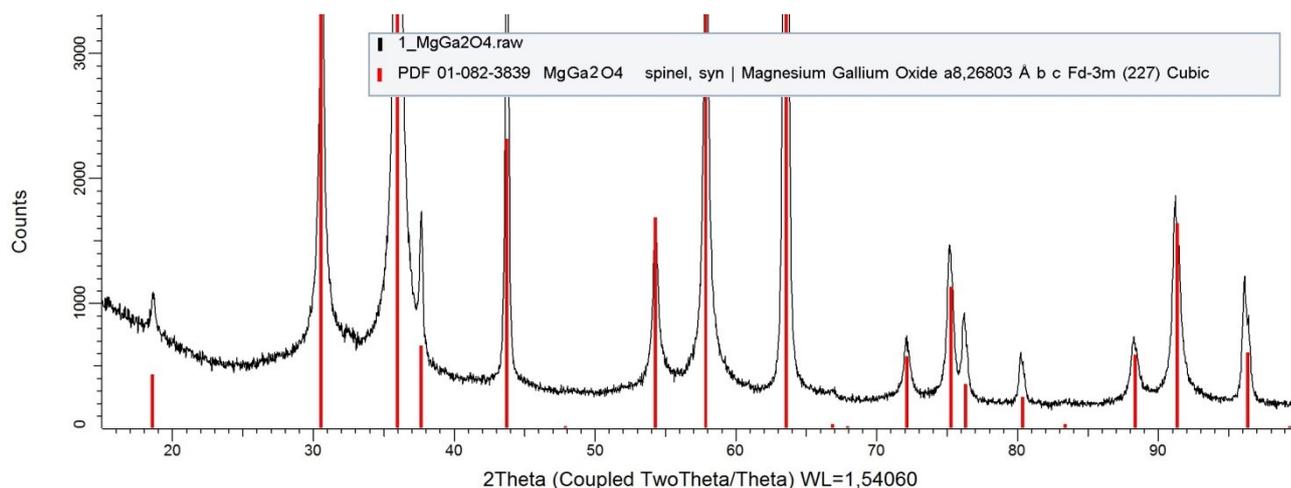
Для изучения фазового состава нанопорошков применялся рентгенофазовый анализ (РФА), который выполнялся с помощью дифрактометра «D8 Advance Bruker AXS», с излучением $\text{Cu-K}\alpha_1$ длиной волны $1,5406 \text{ \AA}$. На рисунке 1 представлены дифрактограммы полученных образцов: (а) – синтезированного с использованием оксида галлия, (б) – синтезированного с использованием нитрата галлия.

Согласно полученным рентгеновским данным можно заключить, что в нанопорошке, полученным с использованием оксида галлия (рис. 1(а)), преобладает фаза галлата магния (MgGa_2O_4), но помимо нее присутствуют примесные фазы оксидов магния моноклинной и гексагональной сингоний. Образец, полученный с использованием нитрата магния (рис. 1(б)), является однофазным с кристаллической структурой кубического галлата магния (MgGa_2O_4). Наблюдаемые различия в фазовом составе можно объяснить тем, что в случае оксида галлия, его растворяют в азотной кислоте с образованием соответствующего оксида, а в случае нитрата – реактив растворяют сразу в воде с образованием раствора нитрата. Поскольку оксид галлия является химически инертным, он плохо

растворяется в азотной кислоте, вследствие чего, вероятно, происходит его неполное растворение, и в последующих химических реакциях нарушается стехиометрическое соотношение ионов галлия и магния, что выражается в появлении примесных фаз на дифрактограмме (рис. 1(a)).



(a)



(б)

Рис. 1. Дифрактограммы образцов $MgGa_2O_4$: (а) – синтезированного с использованием оксида галлия; (б) – синтезированного с использованием нитрата галлия; вертикальными штрихами обозначены данные из рентгеновской картотеки

Таким образом, в ходе исследования фазового состава нанопорошков галлата магния, синтезированных модифицированным методом Печини с

использованием различных исходных реагентов, установлено, что предпочтительным с точки зрения получения однофазных образцов является нитрат галлия.

Авторы выражают благодарность доценту Высшей школы физики и технологий материалов СПбПУ Андреевой В.Д. за помощь в проведении рентгенофазового анализа.

Использованные источники:

1. Luchechko A., Zhydachevskyy Y., Maraba D., et al. TL and OSL properties of Mn^{2+} -doped $MgGa_2O_4$ phosphor // *Optical Materials*. – 2018. – Т. 78. – С. 502-507.
2. Afanaseva E.V. et al. Synthesis and study of upconversion $Lu_2(WO_4)_3: Yb^{3+}, Tm^{3+}$ nanoparticles synthesized by modified Pechini method // *Optical Materials*. – 2021. – Т. 117. – С. 111179.
3. Golyeva E.V. et al. Effect of synthesis conditions on structural, morphological and luminescence properties of $MgAl_2O_4: Eu^{3+}$ nanopowders // *Journal of Luminescence*. – 2018. – Т. 194. – С. 387-393.