

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА  
НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

УДК 544.478

ВЛИЯНИЕ ДОБАВКИ  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  НА ПРОЦЕСС СПЕКАНИЯ  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$   
ИЗ ПРЕДКЕРАМИЧЕСКОГО  $\text{Al,Mg}$ -ОЛИГОМЕРА

© 2021 г. Д. Д. Титов<sup>a, \*</sup>, Г. И. Щербакова<sup>b</sup>, Е. А. Гуменникова<sup>a</sup>, А. С. Похоренко<sup>b</sup>,  
А. С. Лысенков<sup>a</sup>, М. Г. Фролова<sup>a</sup>, Ю. Ф. Каргин<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Ленинский пр-т, 49, Москва, 119334 Россия

<sup>b</sup>Государственный научно-исследовательский институт химии и технологии элементоорганических соединений,  
ш. Энтузиастов, 38, Москва, 105118 Россия

\*e-mail: mitytitov@gmail.com

Поступила в редакцию 03.02.2021 г.

После доработки 30.03.2021 г.

Принята к публикации 01.04.2021 г.

Методом соконденсации органоалюмоксана и ацетилацетоната магния получен предкерамический олигомер органомагнийоксаналюмоксан. Пиролизом олигомера при 700 и 1250°C получены порошки алюмомагнезиальной шпинели (АМШ). Изучено влияние температуры пиролиза на физико-химические и реологические свойства порошка. С ростом температуры пиролиза форма частиц становится ближе к изометрической, что приводит к снижению предельного значения линейного участка кривых уплотнения. Для изучения влияния спекающей добавки получен порошок АМШ с 3 мас. %  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ . Дилатометрическим методом изучена кинетика спекания, оценено влияние спекающей добавки  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  на процесс и механизм массопереноса при спекании шпинели. По данным количественного анализа, величина энергии активации составила  $Q_{1250} = 481$  и  $Q_{\text{Sm}_2\text{O}_3} = 775$  кДж/моль для чистой АМШ и АМШ с  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  соответственно. Спекающая добавка не влияет на механизм массопереноса, однако на 60% повышает энергию активации, увеличивает усадку в 2 раза и снижает температуру начала спекания от 1546 до 1494°C.

**Ключевые слова:** шпинель, органомагнийоксаналюмоксан, энергия активации, процесс спекания, механизм спекания

DOI: 10.31857/S0044457X21080298

ВВЕДЕНИЕ

Алюмомагнезиальная шпинель  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (АМШ), обладающая высокой температурой плавления, механической, термической и химической стойкостью, представляет интерес для высокотемпературного применения. Керамика на основе АМШ используется в радиотехнике, химическом производстве, оптоэлектронике и рассматривается как перспективный бронематериал [1, 2]. АМШ обладает высокой термостойкостью, прочностью, является твердым огнеупорным материалом, устойчивым к воздействию агрессивных сред. Низкая диэлектрическая проницаемость (~8) АМШ позволяет использовать АМШ в качестве диэлектрика в микроволновых приложениях [3].  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  можно синтезировать методами твердофазных реакций [4, 5], ультразвуковой обработки [6], литья из геля [7], соосаждения [8], золь-гель методом [9] и механохимической активацией [10, 11]. В последние годы в ГНИИХТЭОС разработан новый метод синтеза  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  из керамообразующего олигомера [12, 13]. Керамооб-

разующие органомагнийоксаналюмоксаны (Al,Mg-олигомер) устойчивы на воздухе и растворимы в органических растворителях. Пиролиз Al,Mg-олигомера приводит к образованию  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , который может быть использован для создания термостойкой, оптически прозрачной, коррозионно- и радиационно-стойкой магний-алюминиевой керамики [13]. Преимуществом этого метода является возможность получения фазы, близкой к стехиометрической, благодаря формированию шпинели еще на стадии синтеза олигомера. Хелатированные алкоксиалюмоксановые олигомеры (органалюмоксаны) легко взаимодействуют с ацетилацетонатами металлов, в частности с ацетилацетонатом магния, и могут включать в свою структуру широкий набор металлов в различных сочетаниях и соотношениях с гомогенным (на молекулярном уровне) распределением в матрице олигомера [14]. Поэтому в процессе пиролиза органомагнийоксаналюмоксан с мольным соотношением Al/Mg = 2/1 трансформируется с образованием нанопорошка шпинели.

Таблица 1. Основные характеристики исходных порошков

№	$t_{\text{пиролиза}}, ^\circ\text{C}$	Спекающая добавка	Средний размер частиц, мкм	Размер кристаллитов (ОКР), нм	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	$\Delta h/h_0, \%$ линейного участка
1	700	—	5–10	4.6	40.3	12.4
2	800	—	0.5–5	6.2	—	11.5
3	1250	—	0.5–5	59	5.6	11.0
4	1250	3 мас. % Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2–4	—	—	10.2

Для снижения температуры спекания, увеличения относительной плотности и улучшения оптических свойств MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> применяли различные добавки. Например, добавление AlF<sub>3</sub> или CaF<sub>2</sub> ускоряет образование АМШ за счет замены кислорода в решетке [15]. Добавка Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> улучшает термостойкость и стойкость периклазошпинелевых кирпичей к горячему шлаку [16]. Применение спекающей добавки TiO<sub>2</sub> приводит к повышению относительной плотности MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> за счет растворения TiO<sub>2</sub> в шпинели [17]. В [18] отмечается влияние редкоземельной добавки CeO<sub>2</sub> на шпинель: в шпинели с высоким содержанием глинозема добавка CeO<sub>2</sub>, прореагировавшая с Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, выделяется с образованием пластинчатых частиц CeAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>, кристаллизующихся между зернами шпинели, препятствующих процессу спекания; в шпинели, богатой оксидом магния, присутствие CeO<sub>2</sub> ингибирует рекристаллизацию кристаллов АМШ. При введении добавки Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> образуется алюминат самария, что благодаря синергетическому эффекту благоприятно сказывается на оптических свойствах керамики [19].

Прозрачная керамика из шпинели может быть использована как элемент оптики космических телескопов, защитных обтекателей, колпаков и окон для ракет, выводных окон УФ- и ИК-лазерных устройств. Однако получение материала, соответствующего всем этим требованиям, является сложной задачей, требующей учета всех его этапов: метода синтеза исходного порошка шпинели, влияния спекающей добавки, изучения процесса уплотнения при прессовании и спекании.

Цель настоящей работы – исследование влияния условий синтеза исходного порошка АМШ из предкерамического Al, Mg-олигомера и спекающей добавки Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на спекание алюмомагнезистой шпинели.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

**Синтез** предкерамического олигомера – оргономагнийоксанолюмоксана проводили в ГНИ-ИХТЭОС по ранее описанной методике [12]. Полученный порошок подвергали пиролизу при 700

и 1250°С в течение 10 ч на воздухе. Измельчение порошка АМШ после пиролиза и смешение со спекающей добавкой оксида самария (Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ТУ 48-4-189-72) проводили в планетарной мельнице (Pulverisette 5 фирмы Fritsch GmbH) в течение 2 ч при 250 об/мин в растворе изопропилового спирта. Измельченный порошок сушили при 130°С до полного удаления спирта. Синтез шпинели со спекающей добавкой осуществляли в муфельной печи в течение 10 ч при 1250°С. Полученный порошок шпинели анализировали с помощью гранулометрического (лазерный дифракционный анализатор Fritsch Particle Sizer “analysette 22”) и рентгенофазового анализа (дифрактометр Rigaku D/MAX-2500), сканирующей электронной микроскопии (Tescan Vega II SBU, Tescan), удельная поверхность определена методом Браннауэра–Эммета–Теллера (Micromeritics TriStar) (табл. 1).

**Дилатометрические исследования.** Образцы для измерения относительной усадки формовали в стальной пресс-форме сухим прессованием при давлении 100 МПа в форме цилиндров, помещали в горизонтальный графитовый держатель дилатометра DIL 402 С с вакуум-плотной печью, оснащенной графитовым толкателем с высокоточным преобразователем смещения (диапазон измерения до 5000 мкм). Печь нагревали со скоростью 5, 10 и 20 град/мин до температуры 1650°С, охлаждение вели до комнатной температуры со скоростью 20 град/мин. При анализе уплотнения всех образцов делается допущение об отсутствии анизотропии. Плотность спеченного образца ( $\rho_s$ ) рассчитывали по следующему уравнению [20]:

$$\rho_s = \left[ \frac{1}{1 + \frac{\Delta L}{L_0} - \alpha(T - T_0)} \right]^3 \rho_g, \quad (1)$$

где  $L_0$  – начальная длина образца,  $\Delta L/L_0$  – относительная линейная усадка при дилатометрическом исследовании,  $T_0$  – начальная температура,  $T$  – измеренная температура,  $\rho_g$  – плотность исходного сырья,  $\alpha$  – температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР). Среднее значение ТКЛР определяли по кривой охлаждения образца после спекания с использованием различ-

ной скорости нагревания [21, 22]. Плотность образцов определяли методом гидростатического взвешивания (ГОСТ 7025-91).

Уравнения спекания (2) и (3) для постоянной скорости нагрева получены в работах [23, 24]:

$$\ln \left[ TC \frac{d\rho}{dT} \right] = -\frac{Q}{RT} + \ln[f(\rho) + \ln \left[ \frac{K\gamma\Omega D_0}{k_b} \right]] - p \ln(a), \quad (2)$$

$$\frac{d(\Delta L/L_0)}{dT} = \ln \left( \frac{K\gamma\Omega D_0 R}{k_b a^p C Q} \right)^n \exp \left( \frac{nQ}{RT^{2-n}} \right) \exp \left( -\frac{nQ}{RT} \right), \quad (3)$$

где  $Q$  – энергия активации,  $T$  – абсолютная температура,  $C$  – скорость нагрева,  $d\rho/dT$  – скорость уплотнения,  $R$  – универсальная газовая постоянная,  $f(\rho)$  – функция плотности,  $K$  – численная константа,  $\gamma$  – поверхностная энергия,  $\Omega$  – атомный объем,  $D_0$  – частотный коэффициент,  $k_b$  – постоянная Больцмана,  $a$  – радиус частицы,  $\Delta L = (L_0 - L)$  – изменение длины компактов,  $L_0$  – начальная длина образца, параметры  $n$  и  $p$  – порядок в зависимости от механизма диффузии. Уравнения (2) и (3) применимы для усадки менее 4% от исходного образца.

Энергию активации ( $Q$ ) и кажущуюся энергию активации ( $nQ$ ) начальной стадии спекания оценивали по формулам, представленным в работе [25]. Порядок ( $n$ ), связанный с механизмом спекания, равен отношению кажущейся энергии активации к энергии активации (уравнение (6)). Определяли значения  $T$  и скорости нагрева ( $dt/d\tau$ ) =  $C$  при одной и той же относительной плотности образцов для каждой скорости нагревания. Построенные в координатах графики  $\ln[TC(d\rho/dT)]$  от  $1/T$  позволяют определить угол наклона  $S_1$ . При одинаковом значении плотности энергия активации описывается уравнением:

$$Q = -RS_1. \quad (4)$$

Угол наклона  $S_2$  зависимости  $\ln[T(d\Delta L/L_0)/dT]$  от  $1/T$  позволяет определить кажущуюся энергию активации следующим образом:

$$nQ = -RS_2, \quad (5)$$

$$n = nQ/Q = S_1/S_2. \quad (6)$$

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты РФА порошков после пиролиза и помола представлены на рис. 1. После пиролиза при 700°C порошок имеет высокую дисперсность и, по-видимому, заметную долю аморфной фазы. Размер кристаллитов (область когерентного рас-

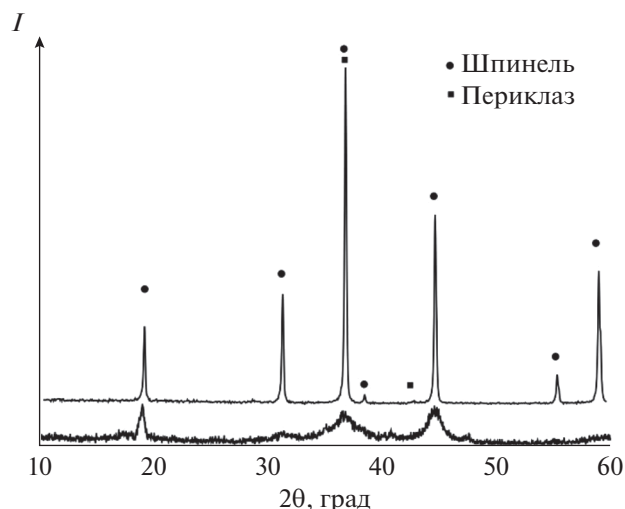
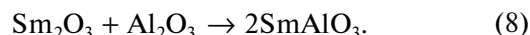


Рис. 1. Влияние температуры пиролиза на процесс формирования шпинели.

сеяния (ОКР)) АМШ, оцененный по формуле Шеррера–Селякова, составляет 4 нм. Дальнейшее повышение температуры пиролиза до 1250°C приводит к полной кристаллизации шпинели (рис. 2). Эти данные согласуются с результатами ДСК, представленными в работе [13], где показано, что в области 800°C наблюдается эндотермический эффект, соответствующий образованию кристаллической фазы алюмомагнезиальной шпинели. Исследование морфологии частиц после пиролиза олигомера при 700°C показывает (рис. 2), что порошок состоит преимущественно из крупных агломератов неправильной формы размером 5–10 мкм, включающих наночастицы шпинели (табл. 1). Повышение температуры пиролиза до 1250°C приводит к формированию кристаллических частиц правильной прямоугольной формы; по данным ОКР, размер кристаллитов увеличивается до 59 нм (рис. 2б). В работе [19] отмечается, что оксид самария вступает в реакцию с оксидом алюминия в шпинели в соответствии с реакциями, приведенными ниже:



Поскольку температура пиролиза влияет на гранулометрический состав порошка, для определения оптимальных условий компактирования исследовано влияние температуры пиролиза на зависимость относительного уплотнения порошка от приложенного давления прессования, полученные данные в дальнейшем использовали для расчета энергии активации начальной стадии процесса спекания. На рис. 3 приведены зависимости относительного уплотнения порошков, полученных при разной температуре пиролиза, от приложенного давления. Видно, что для порошка

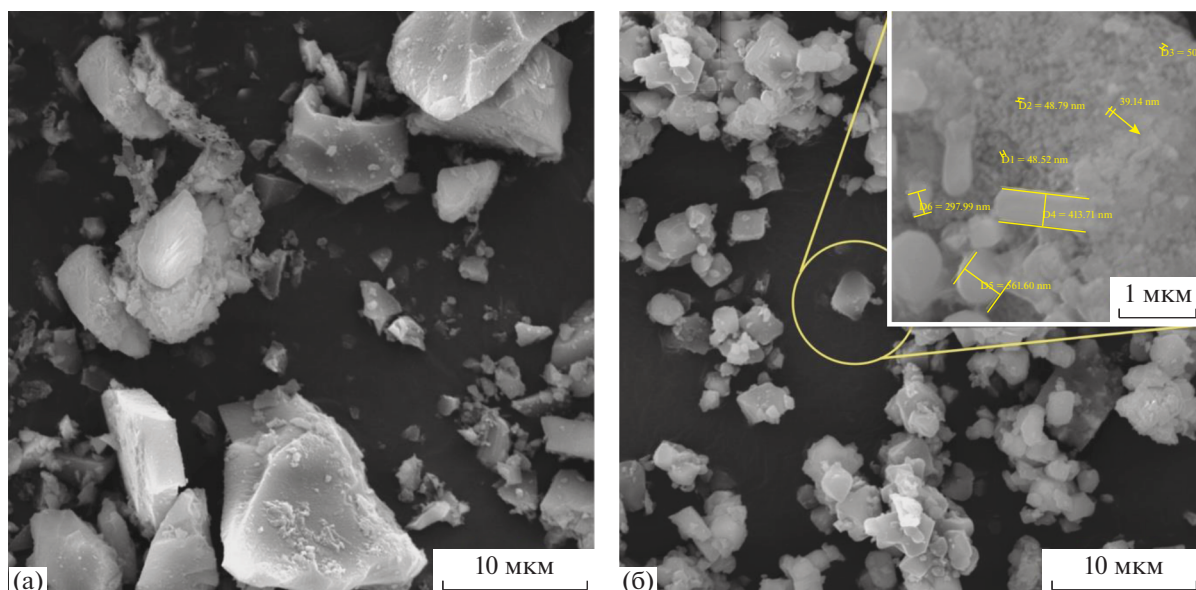


Рис. 2. СЭМ порошков шпинели после пиролиза: а – 700, б – 1250°C.

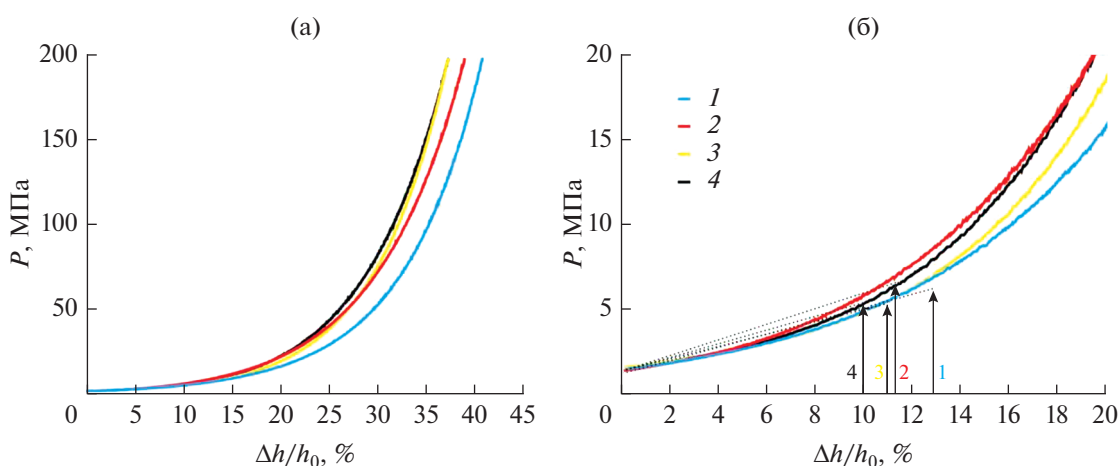


Рис. 3. Зависимости относительного уплотнения порошка АМШ от приложенного давления при 700 (1), 800 (2), 1250°C (3), 1250°C + 3%  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  (4).

после пиролиза олигомера при 700°C предельное значение линейного участка уплотнения составляет 12.4% от исходного, а после пиролиза при 1250°C – 11.0%. Это связано с тем, что с ростом температуры пиролиза форма частиц становится близкой к изометричной (рис. 2), вследствие чего частицы быстрее заполняют пустоты при приложении давления. Введение спекающей добавки способствует дальнейшему снижению предельного значения линейного участка уплотнения до 10.2%. По-видимому, добавка может выполнять роль ингибитора роста частиц и их агломерации.

График относительного уплотнения порошка можно разделить на 3 участка: 1 – линейный, рассмотренный выше (0–13%); 2 – параболический

(10–30%), на данном этапе происходит аккомодация или приспособление частиц порошка; 3 – экспоненциальный (30–45%), здесь наблюдается значительный рост напряжения при малых изменениях деформации, на этом участке частицы начинают деформироваться, так как свободного пространства в компакте уже не осталось. Попадание именно в третью область деформационной кривой приводит к образованию в образцах перепрессовочных трещин, так как при снижении давления деформированные частицы возвращаются к исходному состоянию и резко снижается площадь контакта между ними. Таким образом, для изучения процессов спекания были выбраны значения давления прессования компактов (сыр-

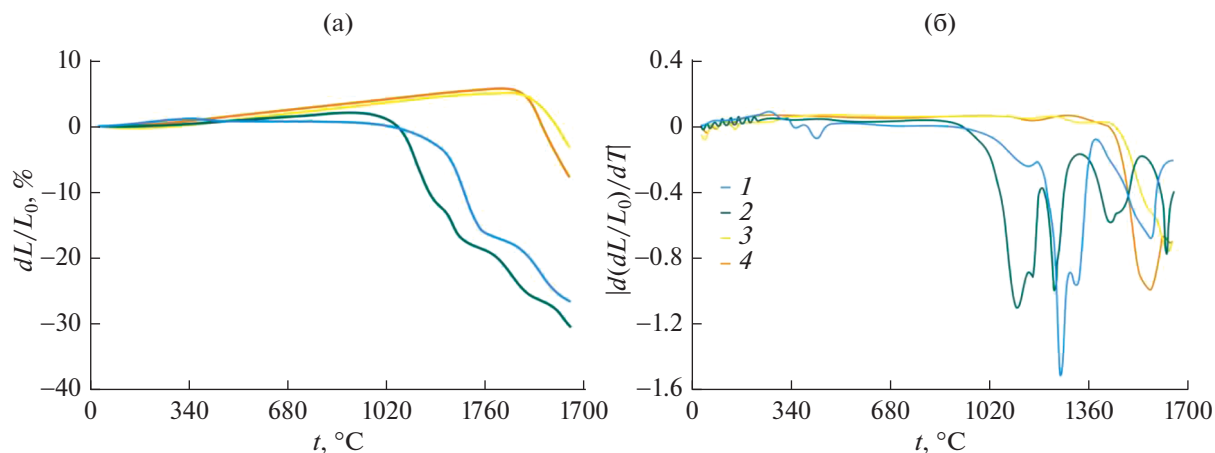


Рис. 4. Графики зависимости: а – относительной усадки, б – скорости усадки от температуры пиролиза олигомера: 1 – 700, 2 – 800, 3 – 1250°C, 4 – 1250°C с добавкой  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ .

цов), обеспечивающие близкие значения относительной плотности исследуемых образцов при отсутствии перепрессовочных трещин.

Для dilatометрического анализа использовали образцы компактов с относительной плотностью 55–60%, рассчитанной по геометрическим размерам. Экспериментальные dilatометрические кривые показывают (рис. 4), что на процесс спекания шпинели сильное влияние оказывает температура пиролиза исходного порошка олигомера: порошки, прокаленные при 1250°C, имеют классический ход кривой с началом усадки при 1490–1550°C и усадкой до 8%, в то время как кривые усадки порошка шпинели, полученной после пиролиза при 700–800°C, имеют сложный и многостадийный характер с началом усадки в области 1000–1250°C. Подобный эффект описан в работе [26], авторы предполагают, что двухстадийное спекание связано с образованием перешейков между частицами  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , что соответствует первому перегибу на кривой спекания, тогда как второй этап связан с уплотнением материала. Следует также отметить, что в порошках АМШ после осаждения и пиролиза до 1100°C в [26], по данным РФА, регистрируются фазы  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{MgO}$ .

На кривых скорости спекания порошков АМШ, полученных пиролизом при 700 и 800°C, в области температур 1020–1700°C наблюдается последовательность нескольких (от 4 до 6) пиков (рис. 4). Можно предположить, что в этом случае многостадийное спекание обусловлено протеканием ряда последовательных и параллельных процессов: на начальном этапе в области до 1200°C идет процесс кристаллизации аморфной фазы, твердофазный синтез шпинели  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , процесс усадки которой происходит в интервале температур 1350–1550°C (рис. 4). По этой причине применение уравнений (5) и (6) для вычисле-

ния энергии активации образцов после пиролиза при 700–800°C некорректно. Поэтому все расчеты проводили на образцах порошков шпинели после пиролиза при 1250°C.

Поведение образцов в процессе спекания порошков, полученных пиролизом олигомера при температуре 1250°C, меняется. До 1500°C наблюдается линейное расширение образца, связанное с ТКЛР шпинели. Далее при 1546°C начинается процесс усадки образца АМШ до 3.55% при 1650°C. По данным [18, 27], значение усадки нанопорошка шпинели (полученной другим способом) находится в том же диапазоне, а спекание происходит при более высоких температурах обжига.

Введение спекающей добавки  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  способствует активации процесса спекания и снижению начала спекания от 1546°C для АМШ до 1494°C для АМШ со спекающей добавкой, при этом усадка образца увеличивается более чем в 2 раза (до 8%) при 1650°C. Исследования образцов шпинели, полученной твердофазной реакцией из оксидов, но с большим содержанием оксида самария (от 5 до 15 мас. %) проводили в работах [28, 29]. Отмечено, что частицы  $\text{SmAlO}_3$ , образующиеся в результате реакции  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в межзеренном пространстве шпинели, повышают коэффициент объемной усадки, насыпную плотность и прочность на сжатие в холодном состоянии. Однако детальные dilatометрические исследования для определения достоверной температуры начала спекания шпинели с добавкой  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  не проводили.

Измерение усадки и скорости усадки образцов шпинели при неизотермическом спекании проводили при трех скоростях нагревания: 5, 10, 20 град/мин. Установлено, что максимальная скорость усадки зависит от скорости нагревания,

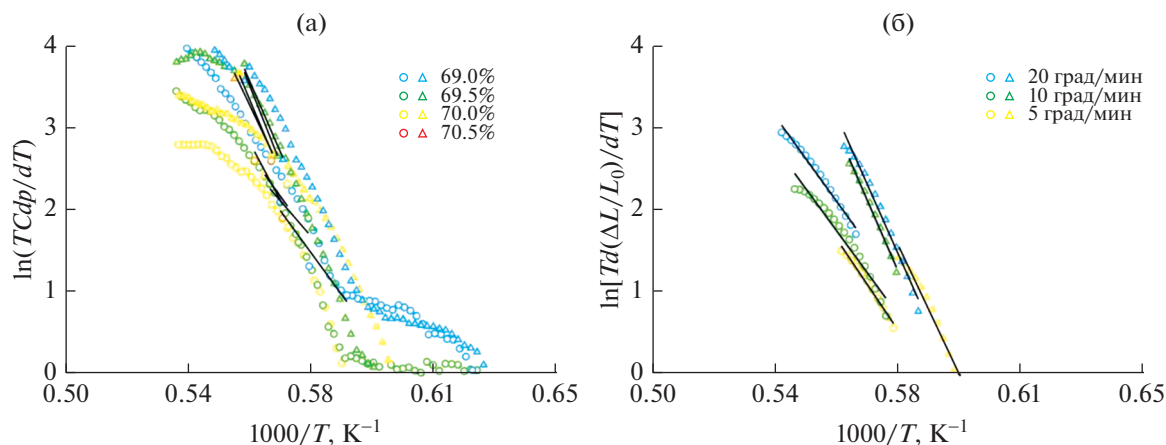


Рис. 5. Графики для определения  $Q$  (а) и  $nQ$  (б) шпинели после пиролиза при  $1250^\circ\text{C}$ : кружки – чистой, треугольники – с 3 мас. %  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ .

и чем выше скорость нагревания, тем больше скорость усадки. Эта тенденция хорошо известна и ранее обнаружена для  $\text{MoSi}_2$  [25],  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [30] и  $3\text{Y-TZP}$  [31].

Влияние спекающей добавки  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  на процесс спекания порошков АМШ оценивали по результатам расчетов значений параметра спекания и энергии активации спекания. Построены графики в координатах  $\ln[TC(dp/dT)]$  от  $1/T$  и  $\ln[T(d\Delta L/L_0)/dT]$  от  $1/T$  (рис. 5). Для каждой скорости нагревания  $(dT/dt) = C$  определяли значения температуры  $T$  при одном и том же значении относительной плотности образцов. Расчеты выполняли для величин относительной плотности  $\leq 71\%$ , что соответствует относительному диапазону усадки  $< 4\%$ , температура пиролиза олигомеров составляла  $1250^\circ\text{C}$  при получении порошков шпинели без добавки и со спекающей добавкой 3 мас. %  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ . Видно, что графики для каждого значения относительной плотности образцов имеют линейный характер. Значение энергии активации ( $Q$ ) процесса спекания при каждой относительной плотности определяли по наклону прямой линии. Полученные данные по энергии активации начала спекания и механизму массопереноса приведены в табл. 2. Изменение параметра спекания  $n$  от 0.98 до 0.93 в обоих случаях свидетельствует о том, что доминирующей меха-

низм массопереноса соответствует объемной диффузии как для АМШ без добавки, так и со спекающей добавкой. Спекающая добавка не влияет на механизм спекания. Авторы [31] провели исследования по влиянию оксидных добавок  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$  и  $\text{GeO}_2$  на процесс массопереноса диоксида циркония и выяснили, что  $\text{SiO}_2$  и  $\text{SnO}_2$  увеличивают энергию активации от 667 до 989 кДж/моль, для оксида  $\text{GeO}_2$  отмечается снижение до 537 кДж/моль при 5 мас. %. Механизм массопереноса  $\text{ZrO}_2$  изменяется от объемной диффузии для добавки  $\text{SnO}_2$  до зернограничной диффузии с добавкой  $\text{SiO}_2$ . Однако добавка  $\text{GeO}_2$  не влияет на механизм. Авторы отмечают, что на механизм массопереноса влияет размер ионов и способность добавки образовывать соединения с основной фазой. В работе [32] для процесса спекания порошка АМШ получено значение энергии активации 37.9 кДж/моль. Поскольку в [32] энергию активации рассчитывали для порошков АМШ, полученной методом совместного обратного осаждения гидроксидов металлов, исходя из среднего размера зерен и плотности заготовок, полученных при разных температурах в вакуумной печи, значения энергии активации значительно отличаются от полученных в данной работе.

Таблица 2. Параметры спекания  $n$ , энергия активации  $Q$  процесса спекания и механизмы спекания всех исследованных образцов

№	Образец	$n$	$Q$ , кДж/моль	Станд. откл.	Механизм спекания
3	$\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , пиролиз $1250^\circ\text{C}$	0.98	481	103	Объемная диффузия
4	$\text{MgAl}_2\text{O}_4 + 3$ мас. % $\text{Sm}_2\text{O}_3$ , пиролиз $1250^\circ\text{C}$	0.93	775	59	Объемная диффузия

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано влияние температуры пиролиза предкерамического Al,Mg-олигомера и спекающей добавки оксида самария на свойства порошков алюмомагнезиальной шпинели. Показано, что порошки АМШ, полученной пиролизом олигомера при 700°C, состоят из крупных агломератов размером 5–10 мкм, состоящих из наночастиц шпинели с величиной ОКР 4–6 нм и аморфных частиц; повышение температуры пиролиза до 1250°C приводит к формированию изометричных кристаллических частиц, характеризующихся величиной ОКР 50–60 нм.

Рассчитана энергия активации начала спекания порошков алюмомагнезиальной шпинели без добавок и с 3 мас. %  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  после пиролиза при 1250°C, составляющая  $Q_{1250} = 481$  и  $Q_{\text{Sm}_2\text{O}_3} = 775$  кДж/моль соответственно. Значения параметра спекания  $n$  от 0.98 до 0.93 показывают, что доминирующий механизм массопереноса соответствует объемной диффузии, а спекающая добавка не влияет на механизм спекания.

## ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента Российской Федерации № МК-39.2019.3. Методическая часть (рентгенофазовый анализ, гранулометрический анализ и сканирующая электронная микроскопия) выполнена в рамках государственного задания № 075-00328-21-00.

## КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

Статья публикуется по итогам Шестого Междисциплинарного научного форума с международным участием “Новые материалы и перспективные технологии”, Москва, 23–26 ноября 2020 г., <https://n-materials.ru>.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Dal Maschio R., Fabbri B., Fiori C.* // *Ind. Ceram.* 1988. V. 8. P. 121.
- Sarkar R.* // *Intercer. Ref. Man.* 2011. V. 1. P. 28.
- Zegadi A., Kollu M., Hamidouche M. et al.* // *Ceram. Int.* 2018. V. 44. № 15. P. 18828. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.07.117>
- Obradović A., Matić M., Ognjanović B. et al.* // *Sci. Sint.* 2019. V. 51. № 4. P. 363. <https://doi.org/10.2174/1871520619666190425180610>
- Rahmat N., Yaakob Z., Pudukudy M. et al.* // *Powder Technol.* 2018. V. 329. P. 409. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.02.007>
- Raghu R., Nampoothiri J., Satish Kumar T.* // *Measur.* 2018. V. 129. P. 389. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.07.056>
- Shahbazi H., Tataei M.* // *Ceram. Int.* 2019. V. 45. P. 8727. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.01.196>
- Saelee A., Jiemsirilers S., Jinawath S. et al.* // *Key Eng. Mater.* 2016. V. 690. P. 224. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.690.224>
- Евстропьев С.К., Никоноров Н.В.* Жидкостные методы получения оптических наноматериалов: учеб. пособие. СПб.: Университет ИТМО, 2018. 84 с.
- Obradović N., Fahrenholtz W.G., Filipović S. et al.* // *Ceram. Int.* 2019. V. 45 № 9. P. 12015. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.03.095>
- Bar-On P., Lin I., Nadiv S. et al.* // *J. Therm. Anal. Calorim.* 1994. V. 42. № 1. P. 207.
- Shcherbakova G.I., Pokhorenko A.S., Storozhenko P.A. et al.* // *Russ. J. Inorg. Chem.* 2021. V. 66. № 1. P. 25. <https://doi.org/10.1134/S0036023621010083>
- Shcherbakova G.I., Storozhenko P.A., Apukhtina T.L. et al.* // *Polyhed.* 2017. V. 135. P. 144. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2017.07.006>
- Shcherbakova G.I., Storozhenko P.A., Zhigalov D.V. et al.* // *Russ. Chem. Bull.* 2020. V. 69. P. 875. <https://doi.org/10.1007/s11172-020-2844-1>
- Kostic E., Boskovic S., Kis S.* // *J. Mater. Sci. Lett.* 1982. V. 1. P. 507.
- Sarkar R., Das S.K., Banerjee G.* // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2002. V. 22. P. 1243. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(01\)00446-0](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00446-0)
- Naghizadeh R., Rezaie H.R., Golestani-Fard F.* // *Ceram. Int.* 2011. V. 37. № 1. P. 349. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.09.016>
- Quan Z., Wang Z., Wang X. et al.* // *Ceram. Int.* 2019. V. 45. № 1. P. 488. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.09.194>
- Ren X., Ma B., Zhang G. et al.* // *Mater. Chem. Phys.* 2020. V. 252. P. 123309. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123309>
- Abbasian A.R., Rahimipour M.R., Hamnabard Z.* // *Iranian J. Mat. Sci. Eng.* 2013. V. 10. № 3. P. 44. <http://ijmse.iust.ac.ir/article-1-573-en.html>
- Mazaheri M., Simchi A., Dourandish M. et al.* // *Ceram. Int.* 2009. V. 35. № 2. P. 547. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2008.01.008>
- Bernard-Granger G., Guizard C.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 2007. V. 90. № 4. P. 1246. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01415.x>
- Matsui K., Ohmichi N., Ohgai M. et al.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 2005. V. 88. № 12. P. 3346. <https://doi.org/10.2109/jcersj.114.763>
- Matsui K., Tanaka K., Enomoto N. et al.* // *J. Ceram. Soc. Jpn.* 2006. V. 114. № 1333. P. 763. <https://doi.org/10.2109/jcersj.114.763>

25. *Titov D.D., Miloserdov P.A., Frolova M.G. et al.* // Inorg. Mater. 2018. V. 54. № 11. P. 1113.  
<https://doi.org/10.1134/S0020168518110134>
26. *Mouyane M., Jaber B., Bendjemil B. et al.* // Int. J. App. Cer. Tech. 2019. V. 16. № 3. P. 1138.  
<https://doi.org/10.1111/ijac.13172>
27. *Tolstikova D.V., Gol'eva E.V., Lebanin V.S. et al.* // J. Opt. Tech. 2014. V. 81. № 12. P. 754.  
<https://doi.org/10.1364/JOT.81.000754>
28. *Ma B., Yin Y., Zhu Q. et al.* // Ceram. Silik. 2015. V. 59. № 2. P. 109.
29. *Yuan L., Ma B., Zhu Q. et al.* // Ceram. Int. 2017. V. 43. № 18. P. 16258.  
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.08.210>
30. *Aminzare M., Golestani-Fard F., Guillon O. et al.* // Mater. Sci. Eng. A. 2010. V. 527. № 16-17. P. 3807.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.03.051>
31. *Lakusta M., Danilenko I., Volkova G. et al.* // Int. J. App. Ceram. Tech. 2019. V. 16. № 4. P. 1481.  
<https://doi.org/10.1111/ijac.13215>
32. *Габелков С.В., Тарасов Р.В., Полтавцев Н.С. и др.* // Вопросы атомной науки и техники. 2014. Т. 90. № 2. С. 107.