

УДК 54.057; 666.3

doi: 10.17586/2226-1494-2019-19-3-443-450

ВЛИЯНИЕ СУЛЬФАТА АММОНИЯ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОПОРОШКОВ И ОПТИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ YAG:Yb

М.С. Никова^а, А.А. Кравцов^{а,б}, И.С. Чикулина^а, Ф.Ф. Малявин^а, В.А. Тарала^а,
 Д.С. Вакалов^а, Д.С. Кулешов^а, Л.В. Тарала^а, Е.А. Евтушенко^а, В.А. Лапин^{а,б}

^аНаучно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ростов-на-Дону, 355009, Российская Федерация

^бЛаборатория физики и технологии полупроводниковых наногетероструктур для СВЧ-электроники и фотоники, Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук, Ростов-на-Дону, 344006, Российская Федерация
 Адрес для переписки: m-s-shama@yandex.ru

Информация о статье

Поступила в редакцию 22.03.19, принята к печати 25.04.19

Язык статьи — русский

Ссылка для цитирования: Никова М.С., Кравцов А.А., Чикулина И.С., Малявин Ф.Ф., Тарала В.А., Вакалов Д.С., Кулешов Д.С., Тарала Л.В., Евтушенко Е.А., Лапин В.А. Влияние сульфата аммония на характеристики нанопорошков и оптической керамики YAG:Yb // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2019. Т. 19. № 3. С. 443–450. doi: 10.17586/2226-1494-2019-19-3-443-450

Аннотация

Предмет исследования. Исследовано влияние концентрации сульфата аммония на содержание примесей, морфологию и степень агломерации порошков оксигидратов и керамических порошков. **Метод.** Синтез порошков-прекурсоров осуществляли методом обратного гетерофазного осаждения из хлоридов. Для анализа динамики изменения концентрации примесей хлора и серы в порошках оксигидратов и керамических порошках применяли метод энергодисперсионного анализа элементного состава. Морфологию экспериментальных образцов оценивали по данным растровой электронной микроскопии. Установление зависимости степени агломерации керамических порошков от концентрации сульфата аммония осуществляли с применением методов рентгенофазового анализа и газовой адсорбции Брунауэра, Эммета и Теллера. **Основные результаты.** Обнаружено, что применение сульфата аммония позволяет не только снизить степень агломерации керамических порошков на два порядка, но также уменьшает концентрацию примеси хлора с 0,2 до менее 0,01 ат. %. Кроме того, выявлена возможность управления величиной удельной площади поверхности в диапазоне 1,5–15 м²/г путем изменения концентрации сульфата аммония. **Практическая значимость.** С применением усовершенствованной методики синтеза керамических порошков получены образцы оптической керамики со светопропусканием в видимом и ближнем инфракрасном диапазоне более 70 % без учета полос поглощения итербия.

Ключевые слова

гранат, обратное соосаждение, дисперсант, примесный состав, нанопорошки YAG:Yb, удельная поверхность, степень агломерации

Благодарности

Исследование было проведено при поддержке Фонда перспективных исследований, договор № 6/023/2014-2017 от 15 декабря 2014 года.

doi: 10.17586/2226-1494-2019-19-3-443-450

AMMONIUM SULPHATE EFFECT ON CHARACTERISTICS OF YAG:Yb NANOPOWDERS AND OPTICAL CERAMICS

M.S. Nikova^a, A.A. Kravtsov^{a,b}, I.S. Chikulina^a, F.F. Malyavin^a, V.A. Tarala^a,
 D.S. Vakalov^a, D.S. Kuleshov^a, L.V. Tarala^a, E.A. Evtushenko^a, V.A. Lapin^{a,b}

^aScientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation

^bLaboratory of Physics and Semiconductor Nanoheterostructure Technology for Microwave Electronics and Photonics, Southern Scientific Center of Russian Academy of Sciences, Rostov on Don, 344006, Russian Federation
 Corresponding author: m-s-shama@yandex.ru

Article info

Received 22.03.19, accepted 25.04.19

Article in Russian

For citation: Nikova M.S., Kravtsov A.A., Chikulina I.S., Malyavin F.F., Tarala V.A., Vakalov D.S., Kuleshov D.S., Tarala L.V., Evtushenko E.A., Lapin V.A. Ammonium sulphate effect on characteristics of YAG:Yb nanopowders and optical ceramics. *Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics*, 2019, vol. 19, no. 3, pp. 443–450 (in Russian). doi: 10.17586/2226-1494-2019-19-3-443-450

Abstract

Subject of Research. The paper presents the study of ammonium sulfate concentration effect on the content of impurities and the morphology of oxyhydrate powders and ceramic powders. **Method.** The synthesis of precursor powders was carried out by the method of reverse heterophase precipitation from chlorides. The method of energy dispersive analysis of the elemental composition was used to analyze the dynamics of changes in the concentration of chlorine and sulfur impurities in oxyhydrate powders and ceramic powders. The morphology of the experimental samples was evaluated according to scanning electron microscopy. Analysis of the agglomeration degree was performed using X-ray phase analysis methods and the BET gas adsorption method. **Main Results.** It was found that the usage of ammonium sulfate not only reduces the degree of agglomeration of ceramic powders by two orders of magnitude but also reduces the chlorine impurity concentration from 0.2 at. % to less than 0.01 at. %. In addition, the possibility of controlling the value of the specific surface area in the range of 1.5–15 m²/g by changing the concentration of ammonium sulfate was revealed. **Practical Relevance.** Applying an improved technique for the synthesis of ceramic powders, samples of optical ceramics were obtained with light transmission in the visible and near-IR range of more than 70% without taking into account the absorption bands of ytterbium.

Keywords

garnet, reverse co-precipitation, surfactant, anion impurities, YAG:Yb nanopowders, specific surface area, agglomeration degree

Acknowledgements

This study was carried out with the support of the Advanced Research Foundation, contract No. 6/023/2014-2017 dated December 15, 2014.

Введение

Керамика на основе иттрий-алюминиевого граната, легированного редкоземельными элементами ($Y_{3(1-x)}Yb_xAl_5O_{12}$), представляет большой интерес, как альтернатива монокристаллу в качестве активных тел твердотельных лазеров с диодной накачкой [1, 2]. В настоящее время существует множество методик, которые используются для получения порошков прекурсоров и керамических порошков, а также керамики на основе иттрий-алюминиевого граната. Наиболее распространенные из них основаны на твердофазном методе синтеза [3] и на различных вариациях метода химического осаждения [4, 5].

Метод химического осаждения представляет наибольший интерес с точки зрения возможности синтеза нанопорошков с высокой химической и фазовой однородностью. При этом принципиально важно получение керамических порошков с малой степенью агломерации и низкой концентрацией нежелательных примесей. Для снижения степени агломерации применяют различные поверхностно-активные вещества и дисперсанты. Одним из наиболее распространенных дисперсантов является сульфат аммония [6–8], принцип действия которого заключается в том, что сульфат-ионы адсорбируются на поверхности частиц и увеличивают ее ζ -потенциал, что приводит к увеличению сил отталкивания между частицами [9]. Синтезированные в присутствии сульфата аммония порошки, как правило, имеют более узкое распределение частиц по размерам, более высокую удельную площадь поверхности и менее агломерированы по сравнению с порошками, полученными без применения дисперсанта [10, 11]. Несмотря на многочисленные работы, посвященные изучению влияния сульфатсодержащих дисперсантов на агломерацию в порошках, исследованиям примесного состава нанопорошков YAG уделяется недостаточное внимание. В связи с этим целью данной работы являлась оценка влияния концентрации сульфата аммония, введенного в раствор солей, на примесный состав, морфологию и агломерацию прекурсоров и керамических порошков, синтезируемых методом обратного гетерофазного осаждения из хлоридов.

Материалы и методика эксперимента

Для синтеза нанопорошков и вспомогательных операций были использованы следующие реактивы и материалы: аммиак водный (25 %, ОСЧ, Сигма Тек), алюминий хлорид гексагидрат (99 %, Acros Organics), иттрий хлорид гексагидрат (99,9 %, Chemical Point), иттербий хлорид гексагидрат (99,9 %, Chemical Point), скандий хлорид гексагидрат (99,9 %, ЗАО «Завод редких металлов»), сульфат аммония (99 %, Ставрохим), спирт этиловый (95 %, Ферейн). Для синтеза порошков прекурсоров применяли метод обратного гетерофазного соосаждения. Процесс проводили путем покапельного добавления раствора хлоридов в осадитель при постоянном перемешивании. Молярное соотношение $(Y + Yb)/Al$ составляло 0,6. Концентрация Al^{3+} в растворе солей составляла 0,15 моль/л. Сульфат аммония добавляли в раствор солей в качестве дисперсанта. Было синтезировано 6 серий образцов с концентрацией сульфата аммония от 0 до 0,15 моль/л (S-01 — 0M; S-02 — 0,02M; S-03 — 0,06M; S-04 — 0,08M; S-05 — 0,1M; S-06 — 0,15M). В качестве осадителя применяли разбавленный раствор аммиака водного 25 %. После осаждения осадок отмывали для удаления продуктов реакции деионизованной водой и спиртом путем центрифугирования. Порошки прекурсоров подвергали мокрому помолу размольными шарами из диоксида циркония в планетарной шаровой мельнице Pulverisette 5. Нанопорошки YAG:Yb были получены при прокаливании дезагрегированных порошков прекурсоров (оксигидратов) при температуре 1100 °С в течение 2 часов в высокотемпературной печи Nabertherm 40/17.

После прокаливания порошки YAG:Yb измельчали мокрым способом в планетарной мельнице Pulverisette 5 с помощью размольных тел из диоксида циркония. В качестве размольной среды использовали изопропиловый спирт с добавлением спекающей добавки TEOS (0,8 масс. %). После сушки керамические порошки прессовали в диски одноосным прессованием и холодным изостатическим прессованием, обжигали заготовки на воздухе в высокотемпературной печи и затем спекали в вакуумной печи при температуре 1820 °С в течение 20 часов. Заготовки после спекания отжигали в высокотемпературной печи Nabertherm 16/16, шлифовали и полировали.

Морфологию и элементный состав образцов исследовали с помощью растрового электронного микроскопа MIRA3-LMN с системой определения элементного состава AZtecEnergy Standard / X-max 20 (standard) — Tescan, Чехия. Для определения фазового состава и измерения параметра решетки керамических порошков использовали рентгеновский дифрактометр Empyrean (PANalytical, Нидерланды). Величину области когерентного рассеяния (ОКР), примерно соответствующую среднему диаметру кристаллитов (D_{XRD}), рассчитывали по дифрактограмме с использованием уравнения Шеррера. Удельную площадь поверхности порошков (S_{BET}) определяли методом газовой адсорбции Брунауэра, Эммета и Теллера (БЭТ) с помощью 3Flex (Micromeritics, США). На основании данных об удельной поверхности (S_{BET}), а также рентгеновской плотности YAG:Yb (ρ), составляющей около 4,9 г/см³, рассчитывали средний диаметр агломератов D_{BET} по формуле (1):

$$D_{BET} = 6/(\rho \cdot S_{BET}). \quad (1)$$

Затем по формуле (2) рассчитывали степень агломерации (n , отн. ед.) [12]:

$$n = (D_{BET}/D_{XRD})^3. \quad (2)$$

Величину светопропускания образцов оптической керамики определяли в диапазоне длин волн 500–1050 нм (спектрофотометр СФ-56 ЛОМО, Санкт-Петербург).

Результаты и их обсуждение

Процесс, основанный на методе гетерофазного осаждения, предусматривает проведение ряда последовательных технологических операций и применение вспомогательных материалов. При этом возникает необходимость избавления от нежелательных примесей. В случаях синтеза порошков прекурсоров из хлоридов неизбежными являются примеси хлора, которые негативно влияют на пористость и оптические свойства керамики [13].

Проведенные исследования позволили обнаружить, что содержание примеси хлора в порошках оксигидратов снижается с увеличением концентрации сульфата аммония в растворе солей (рис. 1). Наблюдаемый эффект может быть связан с двумя механизмами. Первый обусловлен тем, что ионы SO_4^{2-} замещают ионы Cl^- в соответствии с законом адсорбционного замещения за счет большего адсорбционного сродства [14]. Данное предположение подтверждается обратной зависимостью между концентрацией хлора и серы в порошках оксигидратов. Второй связан с изменением морфологии порошков оксигидратов. Следует отметить, что в диапазоне концентраций до 0,06 моль/л (рис. 1, область I) характер изменений был существенным. В диапазоне, соответствующем области II, напротив, содержание примесей практически не зависело от концентрации сульфата аммония.

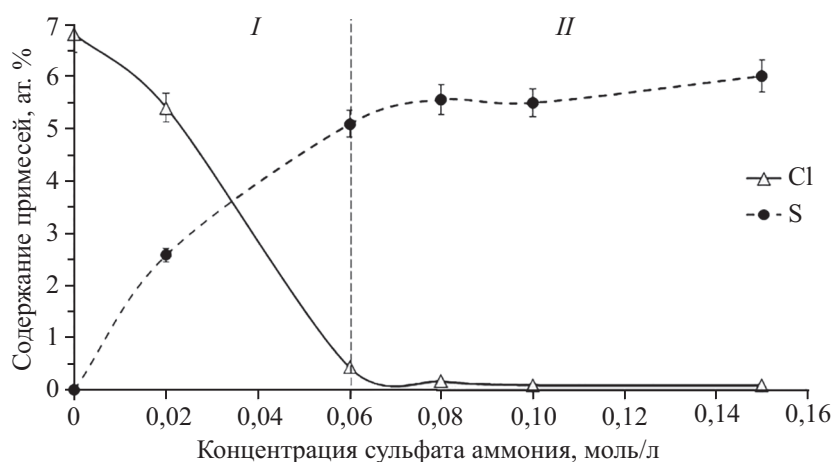


Рис. 1. Влияние концентрации сульфата аммония на содержание примесей в порошках-оксигидратах

Как показано на рис. 2, а, образцы, синтезированные без применения сульфата аммония, преимущественно состоят из крупных агрегатов с ровными гранями и плотной структурой. Для сравнения образцы,

полученные с применением дисперсанта (рис. 2, б), имеют агрегаты меньшего размера, более округлую форму и менее плотную структуру. Менее плотная структура агрегатов способствует лучшей отмывке от хлорсодержащих примесей.

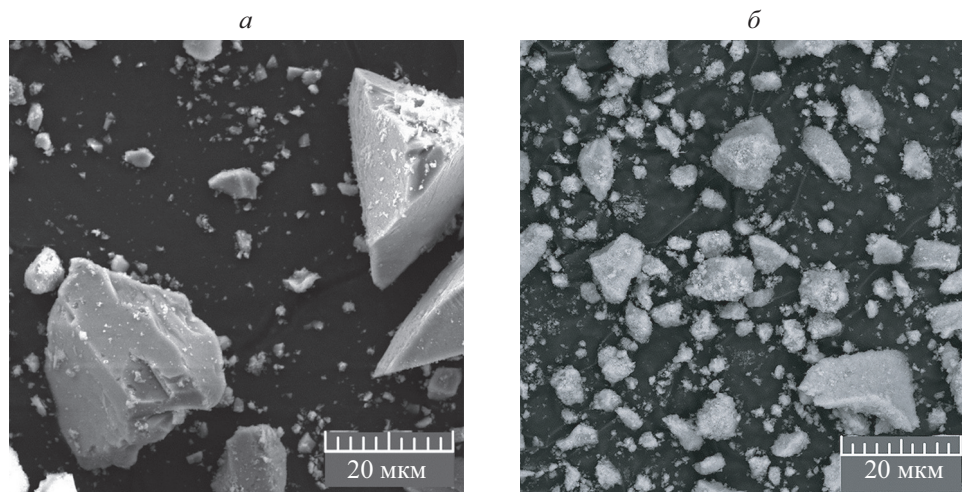


Рис. 2. Растровая электронная микроскопия. Микрофотографии порошков оксигидратов, синтезированных без сульфата аммония (а) и с сульфатом аммония (б)

При этом следует отметить, что при увеличении концентрации сульфата аммония полностью избавиться от примесей хлора в оксигидратах не удалось. Незначительная его часть остается внутри закрытой структуры агрегатов и даже кратное увеличение количества промывочного раствора сколь-либо заметно не снижает содержание хлора. Проведенные исследования показывают, что снижение содержания хлора в порошках оксигидратов до уровня менее 0,5 ат. % (образцы S-03–S-06) является достаточным условием, чтобы его остаточная концентрация в керамических порошках была ниже предела чувствительности метода энергодисперсионного анализа. К сведению, в образцах, полученных без использования сульфата аммония (S-01), содержание хлора после прокаливания составляло порядка 0,2 ат. %.

Следует отметить, что после прокаливания порошков оксигидратов при температуре 1100 °С одновременно со снижением содержания примеси хлора происходит увеличение содержания примеси серы. Как показано в работе [15], присутствие примеси серы в порошках замедляет рост и агломерацию кристаллитов в ходе высокотемпературной обработки. Результаты исследований подтверждают это утверждение (табл. 1). Размер кристаллитов керамического порошка, синтезированного без сульфата аммония, составлял 80–90 нм, а с сульфатом аммония 50–60 нм. Данное обстоятельство указывает на то, что наличие примесей серы в оксигидратах оказывает благоприятное влияние на морфологию синтезируемых керамических порошков в отличие от примесей хлора.

Таблица 1. Характеристики керамических порошков, синтезированных с различным содержанием сульфата аммония

Шифр образца	S-01	S-02	S-03	S-04	S-05	S-06
$C((NH_4)_2SO_4)$, моль/л	0	0,02	0,06	0,08	0,10	0,15
S_{BET} , м ² /г	1,33	3,74	12,66	12,71	14,92	15,31
D_{BET} , нм	921	327	97	96	82	80
D_{XRD} , нм	86	70	53	59	55	54
Степень агломерации n , отн. ед.	1227	102	6,1	4,4	3,3	3,2
Содержание Cl, ат. %	0,2	0,05	0	0	0	0
Содержание S, ат. %	0	0,62	0,28	0,24	0,19	0,22

Дополнительные исследования, проведенные при несколько отличающихся параметрах синтеза (табл. 2), показали, что с повышением температуры прокаливания порошков оксигидратов концентрация серы в керамических порошках снижается и при температуре 1250 °С уменьшается до уровней ниже предела обнаружения в методе энергодисперсионного анализа. Однако с изменением температуры прокаливания изменяется морфология керамических порошков [4].

Поскольку в керамической технологии проявляется явление наследования структуры предыдущей фазы последующей [16] морфология и примесный состав порошков оксигидратов оказывают влияние на процесс образования керамических порошков, а следовательно, и на их удельную площадь поверхности (S_{BET}). Согласно проведенным исследованиям, S_{BET} возрастает с увеличением концентрации сульфата

Таблица 2. Влияние температуры прокаливания на содержание примеси серы

Температура, °С	Порошок оксигидратов	Керамический порошок		
	—	950	1100	1250
Содержание S, ат. %	8,47	6,95	0,42	0,0

аммония (рис. 3) с одновременным повышением концентрации примеси S. Аналогично влиянию сульфата аммония на примесный состав (рис. 1) при концентрации 0,06 моль/л было обнаружено изменение характера зависимости. В области I наблюдалась сильная зависимость удельной поверхности от концентрации сульфата аммония, в области II влияние было существенно меньшим.

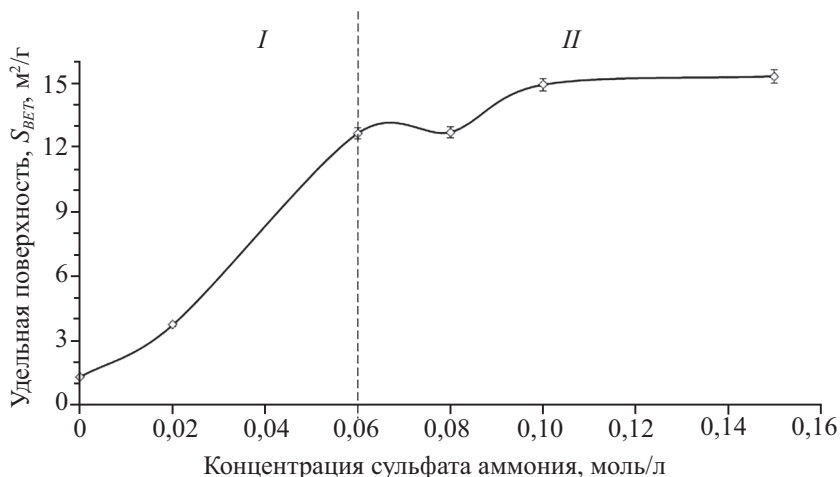


Рис. 3. Влияние концентрации сульфата аммония в растворе солей на удельную поверхность S_{BET} керамических порошков, синтезированных при 1100 °С

Принимая во внимание, что оптическая керамика с высокими значениями светопропускания изготавливается из керамических порошков с удельной площадью поверхности порядка 5–40 м²/г [17–19], можно предположить, что оптимальная концентрация сульфата аммония имеет значение порядка 0,06 моль/л.

Исследование оптических свойств образцов керамики (рис. 4) показало, что светопропускание оптической керамики, полученной из нанопорошков, синтезированных с применением дисперсанта, значительно выше, чем у образцов без сульфата аммония. При этом существенного влияния концентрации серы в керамических порошках на светопропускание обнаружено не было.

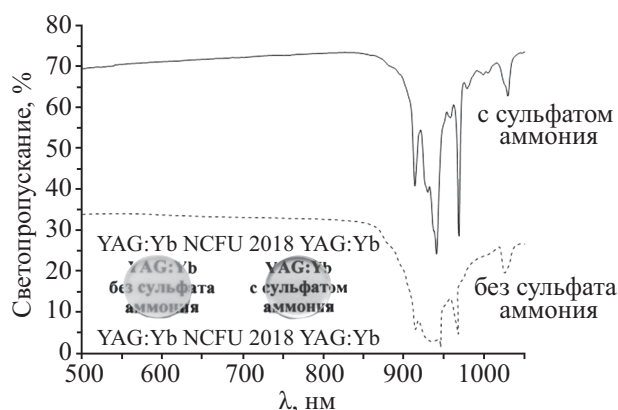


Рис. 4. Спектры светопропускания и фотографии образцов оптической керамики

Предположительно данный эффект связан с тем, что сера по сравнению с хлором более эффективно удаляется из компактов в процессе термообработки по причине различий в степенях агломерации керамических порошков. Так, в частности, степень агломерации нанопорошков, полученных без применения сульфата аммония, достигала значения более 1000 (S-01), что на два порядка выше, чем для образцов S-03 – S-06. Как показано на рис. 5, образцы, синтезированные без применения дисперсанта, содержат значительное число «жестких» агрегатов и агломератов, неразрушаемых при использовании в работе режимах дезагре-

гации (рис. 5, *a*). Керамические порошки, синтезированные с применением сульфата аммония (рис. 5, *б*), характеризуются высокой степенью однородности, они содержат в своем составе мало агломерированные наночастицы, а агломераты и агрегаты имеют «мягкую» структуру.

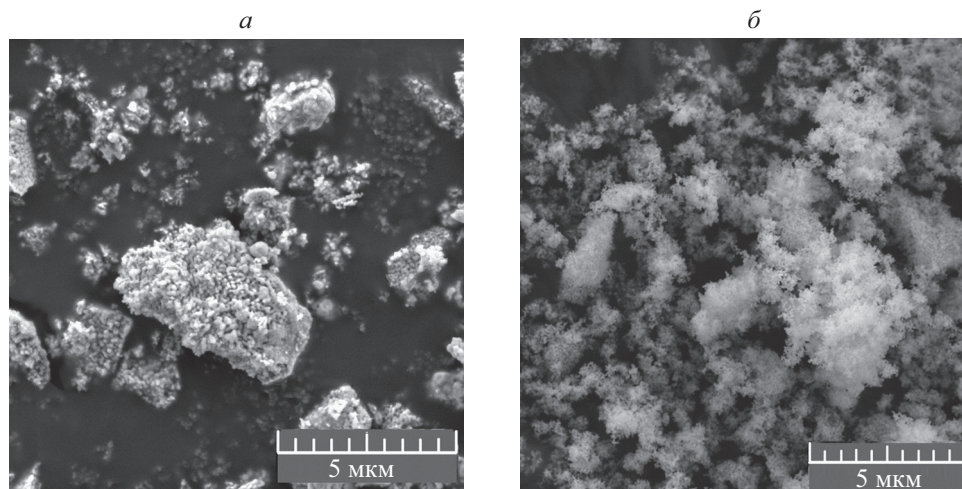


Рис. 5. Растровая электронная микроскопия. Микрофотографии керамических порошков, синтезированных без сульфата аммония (*a*) и с сульфатом аммония (*б*)

Благодаря такой морфологии компакты, изготовленные из керамических порошков S-03–S-06, имеют низкую относительную плотность, как правило, порядка 40–45 %. У компактов, изготовленных из керамических порошков, полученных без применения дисперсанта, при аналогичных условиях компактирования относительная плотность была выше и достигала 50–60 %.

Низкая плотность компакта и отсутствие «жестких» агрегатов оказывает положительное влияние на процессы эффузии серы на начальных стадиях термообработки таких компактов. Проведенные исследования показывают, что в компактах, отожженных при температуре 1300 °С на воздухе, концентрация серы была ниже предела обнаружения в методе энергодисперсионного анализа. Таким образом, можно утверждать, что примеси серы не оказывают существенного влияния на процессы спекания керамики, которые, согласно результатам дилатометрических исследований для изготовленных образцов, начинались при температурах выше 1400 °С. Относительно невысокие значения светопропускания образцов (порядка 70 %) объясняются высокой пористостью керамики, связанной с условиями дезагрегации. Образцы, изготовленные из керамических порошков, полученных при оптимизированных режимах синтеза и дезагрегации, показывали светопропускание более 80 % [11]. При этом наилучшие результаты были достигнуты при введении сульфата аммония не только на стадии синтеза, но и в размольную среду на стадии дезагрегации порошков оксигидратов.

Заключение

На основании проведенных исследований было обнаружено, что применение сульфата аммония в методе обратного гетерофазного соосаждения капельным способом из хлоридов позволяет не только управлять величиной удельной площади поверхности в диапазоне 1,5–15 м²/г, но также влияет на концентрацию примесей хлора. Наиболее существенное изменение содержания примеси хлора наблюдается для концентраций сульфата аммония менее 0,06 моль/л. Повышение концентрации серы в керамическом порошке при условии снижения степени агломерации не оказывает негативного влияния на примесный состав оптической керамики.

Литература

1. Hostasa J., Esposito L., Malchere A., Epicier T., Pirri A., Vannini M., Toci G., Cavalli E., Yoshikawa A., Guzik M., Alombert-Goget G., Guyot Y., Boulon G. Polycrystalline Yb³⁺-Er³⁺-co-doped YAG: Fabrication, TEM-EDX characterization, spectroscopic properties, and comparison with the single crystal // *Journal of Materials Research*. 2014. V. 29. N 19. P. 2288–2296. doi: 10.1557/jmr.2014.206
2. Sanghera J., Kim W., Villalobos G., Shaw B., Baker C., Frantz J., Sadowski B., Aggarwal I. Ceramic laser materials // *Materials*. 2012. V. 5. N 12. P. 258–277. doi: 10.3390/ma5020258

References

1. Hostasa J., Esposito L., Malchere A., Epicier T., Pirri A., Vannini M., Toci G., Cavalli E., Yoshikawa A., Guzik M., Alombert-Goget G., Guyot Y., Boulon G. Polycrystalline Yb³⁺-Er³⁺-co-doped YAG: Fabrication, TEM-EDX characterization, spectroscopic properties, and comparison with the single crystal. *Journal of Materials Research*, 2014, vol. 29, no. 19, pp. 2288–2296. doi: 10.1557/jmr.2014.206
2. Sanghera J., Kim W., Villalobos G., Shaw B., Baker C., Frantz J., Sadowski B., Aggarwal I. Ceramic laser materials. *Materials*, 2012, vol. 5, no. 12, pp. 258–277. doi: 10.3390/ma5020258

3. Tang F., Lin Y., Wang W., Yuan X., Chen J., Huang J., Ma C., Dai Z., Guo W., Cao Y. High efficient Nd:YAG laser ceramics fabricated by dry pressing and tape casting // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. V. 617. P. 845–849. doi: 10.1016/j.jallcom.2014.08.083
4. Zhang W., Lu T.C., Wei N., Shi Y.L., Ma B.Y., Luo H., Zhang Z.B., Deng J., Guan Z.G., Zhang H.R., Li C.N., Niu R.H. Co-precipitation synthesis and vacuum sintering of Nd:YAG powders for transparent ceramics // *Materials Research Bulletin*. 2015. V. 70. P. 365–372. doi: 10.1016/j.materresbull.2015.04.063
5. Kravtsov A.A., Chikulina I.S., Tarala V.A., Evtushenko E.A., Shama M.S., Tarala L.V., Malyavin F.F., Vakalov D.S., Lapin V.A., Kuleshov D.S. Novel synthesis of low-agglomerated YAG:Yb ceramic nanopowders by two-stage precipitation with the use of hexamine // *Ceramics International*. 2019. V. 45. N 1. P. 1273–1282 doi: 10.1016/j.ceramint.2018.10.010
6. Li J., Li J., Chen Q., Wu W., Xiao D., Zhu J. Effect of ammonium sulfate on the monodispersed $Y_3Al_5O_{12}$ nanopowders synthesized by co-precipitant method // *Powder Technology*. 2012. V. 218. P. 46–50. doi: 10.1016/j.powtec.2011.11.033
7. Tomaszewski H., Wajler A., Weglarz H., Sidorowicz A., Brykała U., Jach K. Effect of ammonium sulfate on morphology of Y_2O_3 nanopowders obtained by precipitation and its impact on the transparency of YAG ceramics // *Advances in Science and Technology*. 2014. V. 87. P. 67–72. doi: 10.4028/www.scientific.net/AST.87.67
8. Ji C., Ji L., Lian L., Shen L., Zhang X., Wang Y., Gupta A. Low-temperature solution synthesis and characterization of Ce-doped YAG nanoparticles // *Journal of Rare Earths*. 2015. V. 33. N 6. P. 591–598. doi: 10.1016/S1002-0721(14)60458-0
9. Li S., Liu B., Li J., Zhu X., Liu W., Pan Y., Guo J. Synthesis of yttria nano-powders by the precipitation method: The influence of ammonium hydrogen carbonate to metal ions molar ratio and ammonium sulfate addition // *Journal of Alloys and Compounds*. 2016. V. 678. P. 258–266. doi: 10.1016/j.jallcom.2016.03.072
10. Zhou T., Zhang L., Li Z., Wei S., Wu J., Wang L., Yang H., Fu Z., Chen H., Tang D., Wong C., Zhang Q. Toward vacuum sintering of YAG transparent ceramic using divalent dopant as sintering aids: Investigation of microstructural evolution and optical property // *Ceramics International*. 2017. V. 43. N 3. P. 3140–3146. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.11.131
11. Malyavin F.F., Tarala V.A., Kuznetsov S.V., Kravtsov A.A., Chikulina I.S., Shama M.S., Medyanik E.V., Ziryayov V.S., Evtushenko E.A., Vakalov D.S., Lapin V.A., Kuleshov D.S., Tarala L.V., Mitrofanenko L.M. Influence of the ceramic powder morphology and forming conditions on the optical transmittance of YAG:Yb ceramics // *Ceramics International*. 2019. V. 45. N 15. P. 4418–4423. doi: 10.1016/j.ceramint.2018.11.119
12. Liu Y., Qin X., Xin H., Song C. Synthesis of nanostructured Nd:Y₂O₃ powders by carbonate-precipitation process for Nd:YAG ceramics // *Journal of European Ceramic Society*. 2013. V. 33. N 13–14. P. 2625–2631. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2013.04.029
13. Tewari A., Nabiei F., Cantoni M., Bowen P., Hebert C. Segregation of anion (Cl⁻) impurities at transparent polycrystalline α -alumina interfaces // *Journal of European Ceramic Society*. 2014. V. 34. N 12. P. 3037–3045. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.04.018
14. Цвет М.С. Хроматографический адсорбционный анализ. М.: Изд-во АН СССР, 1946. 272 с.
15. Lv Y., Zhang W., Liu H., Sang Y., Qin H., Tan J., Tong L. Synthesis of nano-sized and highly sinterable Nd:YAG powders by the urea homogeneous precipitation method // *Powder Technology*. 2012. V. 217. P. 140–147. doi:10.1016/j.powtec.2011.10.020
16. Журба Е.В., Лемешев Д.О., Попова Н.А. Препаратор алломагнезиальной шпинели, полученной методом обратного гетерофазного соосаждения для прозрачной керамики // *Успехи в химии и химической технологии*. 2016. Т. 30. № 7. С. 39–40.
17. Ivanov M.G., Kopylov Y.L., Kravchenko V.B., Lopukhin K.V., Shemet V.V. YAG and Y₂O₃ laser ceramics from nonagglomerated nanopowders // *Inorganic Materials*. 2014. V. 50. N 9. P. 951–959. doi: 10.1134/S0020168514090040
18. Osipov V.V., Shitov V.A., Lukyashin K.E., Maksimov R.N., Ishchenko A.V., Platonov V.V. Ce:YAG transparent ceramics based on nanopowders produced by laser ablation method: 3. Tang F., Lin Y., Wang W., Yuan X., Chen J., Huang J., Ma C., Dai Z., Guo W., Cao Y. High efficient Nd:YAG laser ceramics fabricated by dry pressing and tape casting. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 617, pp. 845–849. doi: 10.1016/j.jallcom.2014.08.083
4. Zhang W., Lu T.C., Wei N., Shi Y.L., Ma B.Y., Luo H., Zhang Z.B., Deng J., Guan Z.G., Zhang H.R., Li C.N., Niu R.H. Co-precipitation synthesis and vacuum sintering of Nd:YAG powders for transparent ceramics. *Materials Research Bulletin*, 2015, vol. 70, pp. 365–372. doi: 10.1016/j.materresbull.2015.04.063
5. Kravtsov A.A., Chikulina I.S., Tarala V.A., Evtushenko E.A., Shama M.S., Tarala L.V., Malyavin F.F., Vakalov D.S., Lapin V.A., Kuleshov D.S. Novel synthesis of low-agglomerated YAG:Yb ceramic nanopowders by two-stage precipitation with the use of hexamine. *Ceramics International*, 2019, vol. 45, no. 1, pp. 1273–1282. doi: 10.1016/j.ceramint.2018.10.010
6. Li J., Li J., Chen Q., Wu W., Xiao D., Zhu J. Effect of ammonium sulfate on the monodispersed $Y_3Al_5O_{12}$ nanopowders synthesized by co-precipitant method. *Powder Technology*, 2012, vol. 218, pp. 46–50. doi: 10.1016/j.powtec.2011.11.033
7. Tomaszewski H., Wajler A., Weglarz H., Sidorowicz A., Brykała U., Jach K. Effect of ammonium sulfate on morphology of Y_2O_3 nanopowders obtained by precipitation and its impact on the transparency of YAG ceramics. *Advances in Science and Technology*, 2014, vol. 87, pp. 67–72. doi: 10.4028/www.scientific.net/AST.87.67
8. Ji C., Ji L., Lian L., Shen L., Zhang X., Wang Y., Gupta A. Low-temperature solution synthesis and characterization of Ce-doped YAG nanoparticles. *Journal of Rare Earths*, 2015, vol. 33, no. 6, pp. 591–598. doi: 10.1016/S1002-0721(14)60458-0
9. Li S., Liu B., Li J., Zhu X., Liu W., Pan Y., Guo J. Synthesis of yttria nano-powders by the precipitation method: The influence of ammonium hydrogen carbonate to metal ions molar ratio and ammonium sulfate addition. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, vol. 678, pp. 258–266. doi: 10.1016/j.jallcom.2016.03.072
10. Zhou T., Zhang L., Li Z., Wei S., Wu J., Wang L., Yang H., Fu Z., Chen H., Tang D., Wong C., Zhang Q. Toward vacuum sintering of YAG transparent ceramic using divalent dopant as sintering aids: Investigation of microstructural evolution and optical property. *Ceramics International*, 2017, vol. 43, no. 3, pp. 3140–3146. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.11.131
11. Malyavin F.F., Tarala V.A., Kuznetsov S.V., Kravtsov A.A., Chikulina I.S., Shama M.S., Medyanik E.V., Ziryayov V.S., Evtushenko E.A., Vakalov D.S., Lapin V.A., Kuleshov D.S., Tarala L.V., Mitrofanenko L.M. Influence of the ceramic powder morphology and forming conditions on the optical transmittance of YAG:Yb ceramics. *Ceramics International*, 2019, vol. 45, no. 15, pp. 4418–4423. doi: 10.1016/j.ceramint.2018.11.119
12. Liu Y., Qin X., Xin H., Song C. Synthesis of nanostructured Nd: Y₂O₃ powders by carbonate-precipitation process for Nd:YAG ceramics. *Journal of European Ceramic Society*, 2013, vol. 33, no. 13–14, pp. 2625–2631. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2013.04.029
13. Tewari A., Nabiei F., Cantoni M., Bowen P., Hebert C. Segregation of anion (Cl⁻) impurities at transparent polycrystalline α -alumina interfaces. *Journal of European Ceramic Society*, 2014, vol. 34, no. 12, pp. 3037–3045. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.04.018
14. Tsvet M.S. *Chromatographic Adsorption Analysis*. Moscow, Leningrad, AS USSR Publ., 1946, 272 p. (in Russian)
15. Lv Y., Zhang W., Liu H., Sang Y., Qin H., Tan J., Tong L. Synthesis of nano-sized and highly sinterable Nd:YAG powders by the urea homogeneous precipitation method. *Powder Technology*, 2012, vol. 217, pp. 140–147. doi: 10.1016/j.powtec.2011.10.020
16. Zhurba E.V., Lemeshev D.O., Popova N.A. The precursor of $MgAl_2O_4$ spinel obtained by reverse heterophase coprecipitation for transparent ceramic. *Journal Advances in Chemistry and Chemical Technology*, 2016, vol. 30, no. 7, pp. 39–40. (in Russian)
17. Ivanov M.G., Kopylov Y.L., Kravchenko V.B., Lopukhin K.V., Shemet V.V. YAG and Y₂O₃ laser ceramics from nonagglomerated nanopowders. *Inorganic Materials*, 2014, vol. 50, no. 9, pp. 951–959. doi: 10.1134/S0020168514090040

- Fabrication, optical and scintillation properties // *Nanosystems: Physics, Chemistry, Mathematics*. 2017. V. 8. N 3. P. 351–359. doi: 10.17586/2220-8054-2017-8-3-351-359
19. Yang H., Zhang L., Luo D., Qiao X., Zhang J., Zhao T., Tang D., Optical properties of Ho:YAG and Ho:LuAG polycrystalline transparent ceramics // *Optical Materials Express*. 2015. V. 5. N 1. P. 711–714. doi: 10.1364/OME.5.000142
18. Osipov V.V., Shitov V.A., Lukyashin K.E., Maksimov R.N., Ishchenko A.V., Platonov V. V. Ce:YAG transparent ceramics based on nanopowders produced by laser ablation method: Fabrication, optical and scintillation properties. *Nanosystems: Physics, Chemistry, Mathematics*, 2017, vol. 8, no. 3, pp. 351–359. doi: 10.17586/2220-8054-2017-8-3-351-359
19. Yang H., Zhang L., Luo D., Qiao X., Zhang J., Zhao T., Tang D., Optical properties of Ho:YAG and Ho:LuAG polycrystalline transparent ceramics. *Optical Materials Express*, 2015, vol. 5, no. 1, pp. 711–714. doi: 10.1364/OME.5.000142

Авторы

Никова Марина Сергеевна — инженер, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 57191601053, ORCID ID: 0000-0001-8810-4493, m-s-shama@yandex.ru

Кравцов Александр Александрович — кандидат технических наук, старший научный сотрудник, Лаборатория физики и технологии полупроводниковых наногетероструктур для СВЧ-электроники и фотоники, Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук, Ставрополь, 344006, Российская Федерация; научный сотрудник, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 57191056680, ORCID ID: 0000-0002-0645-1166, sanya-kravtsov@yandex.ru

Чикulina Ирина Сергеевна — заведующий лабораторией, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 57204186833, ORCID ID: 0000-0002-0871-8776, iraaaa@yandex.ru

Малывин Федор Федорович — заведующий лабораторией, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 55748614600, ORCID ID: 0000-0002-5255-9346, fedormalyavin@mail.ru

Тарала Виталий Алексеевич — кандидат химических наук, заведующий научно-лабораторным комплексом, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 36873277700, ORCID ID: 0000-0001-6688-2681, vityaly-tarala@yandex.ru

Вакалов Дмитрий Сергеевич — кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 57204185431, ORCID ID: 0000-0001-6788-3811, megadims@gmail.com

Кулешов Дмитрий Сергеевич — инженер, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 55748259500, ORCID ID: 0000-0003-4314-1578, kule-dmitry@yandex.ru

Тарала Людмила Викторовна — ведущий инженер, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 57204181362, ORCID ID: 0000-0002-4536-8672, 990357@mail.ru

Евтушенко Екатерина Александровна — ведущий инженер, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 55710882400, ORCID ID: 0000-0002-3945-948X, evtushenkoe@mail.ru

Лاپин Вячеслав Анатольевич — кандидат технических наук, старший научный сотрудник, Лаборатория физики и технологии полупроводниковых наногетероструктур для СВЧ-электроники и фотоники, Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук, Ставрополь, 344006, Российская Федерация; научный сотрудник, Научно-лабораторный комплекс чистых зон инженерного института Северо-Кавказского федерального университета, Ставрополь, 355009, Российская Федерация, Scopus ID: 55748317300, ORCID ID: 0000-0002-1938-4134, viacheslavlapin@yandex.ru

Authors

Marina S. Nikova — engineer, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 57191601053, ORCID ID: 0000-0001-8810-4493, m-s-shama@yandex.ru

Alexander A. Kravtsov — PhD, Senior scientific researcher, Laboratory of Physics and Semiconductor Nanoheterostructure Technology for Microwave Electronics and Photonics, Southern Scientific Center of Russian Academy of Sciences, Rostov on Don, 344006, Russian Federation; Scientific researcher, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 57191056680, ORCID ID: 0000-0002-0645-1166, sanya-kravtsov@yandex.ru

Irina S. Chikulina — Laboratory head, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Stavropol, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 57204186833, ORCID ID: 0000-0002-0871-8776, iraaaa@yandex.ru

Fedor F. Malyavin — Laboratory head, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 55748614600, ORCID ID: 0000-0002-5255-9346, fedormalyavin@mail.ru

Vitaly A. Tarala — PhD, Head of Scientific and Laboratory Complex, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 36873277700, ORCID ID: 0000-0001-6688-2681, vityaly-tarala@yandex.ru

Dmitry S. Vakalov — PhD, Laboratory head, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 57204185431, ORCID ID: 0000-0001-6788-3811, megadims@gmail.com

Dmitry S. Kuleshov — engineer, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 55748259500, ORCID ID: 0000-0003-4314-1578, kule-dmitry@yandex.ru

Lyudmila V. Tarala — Leading engineer, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 57204181362, ORCID ID: 0000-0002-4536-8672, 990357@mail.ru

Ekaterina A. Evtushenko — Leading engineer, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 55710882400, ORCID ID: 0000-0002-3945-948X, evtushenkoe@mail.ru

Vyacheslav A. Lapin — PhD, Senior scientific researcher, Laboratory of Physics and Semiconductor Nanoheterostructure Technology for Microwave Electronics and Photonics, Southern Scientific Center of Russian Academy of Sciences, Stavropol, 344006, Russian Federation; Scientific researcher, Scientific and Laboratory Complex of Clean Room, Institute of Engineering, North Caucasus Federal University, Rostov on Don, 355009, Russian Federation, Scopus ID: 55748317300, ORCID ID: 0000-0002-1938-4134, viacheslavlapin@yandex.ru