

## СИНТЕЗ ЭЛЕКТРОННЫМИ ПУЧКОВЫМИ ТЕХНОЛОГИЯМИ КЕРАМИК $MgF_2$ И $MgF_2(W)$

В.М. Лисицын<sup>1)</sup>, Ж.Т. Карипбаев<sup>2)</sup>, Д. Мусаханов<sup>2)</sup>, Л.А. Лисицына<sup>3)</sup>, А.К. Даулетбекова<sup>2)</sup>,  
А.Т. Акилбеков<sup>2)</sup>, М.Г. Голковский<sup>4)</sup>, А.А. Мархабаева<sup>5)</sup>

<sup>1)</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Томск, Россия, [lisitsyn@tpu.ru](mailto:lisitsyn@tpu.ru)

<sup>2)</sup>Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева,  
Астана, Казахстан, [alma\\_dauletbek@mail.ru](mailto:alma_dauletbek@mail.ru)

<sup>3)</sup>Томский государственный архитектурно-строительный университет,  
Томск, Россия, [lisitsyna@mail.ru](mailto:lisitsyna@mail.ru)

<sup>4)</sup>НИИ ИЯФ СО РАН, Новосибирск, Россия

<sup>5)</sup>Казахский национальный университет имени Аль-Фараби, Алматы, Казахстан

В работе представлены результаты по синтезу керамик  $MgF_2$ , чистых и активированных окислами поливалентных ионов. Синтез образцов проводился с использованием в качестве нагревателя мощного потока электронов. Был проведен рентгеноструктурный анализ керамик, показавший образование кристаллитов. Степень кристалличности увеличивается с введением активатора. Наблюдалась активаторная люминесценция.

### Введение

Керамика является перспективным материалом для использования в различных областях техники, в том числе и в оптике [1-3]. Оптическая керамика, в отличие от монокристаллов механически изотропна и более прочна, зерна керамики разориентированы, поэтому свойства их изотропны. Направление решеток все время меняется: нет плоской спаянности, двойного лучепреломления. Интерес представляет оптическая керамика на основе  $MgF_2$ . Кристаллы  $MgF_2$  могут быть выращены высокой степени чистоты и совершенства. Кристаллы имеют ширину запрещенной зоны 12.3 эВ [4] обладают пропусканием в широкой УФ области спектра вплоть до 11.5 эВ, уступая по этой характеристике только кристаллу LiF. Имеются уже применения такой керамики [5-7]. Керамики  $MgF_2$  так же как и LiF являются редкими материалами для изготовления оптики для работы в УФ области спектра, активных элементов лазеров, сцинтилляторов, дозиметров. В LiF хорошо входят активаторы (ионы поливалентных металлов). Очевидно, активаторы могут входить и в близкий к нему по свойствам  $MgF_2$ .

Однако существует большая разница в синтезе активированных LiF и  $MgF_2$ . Температура плавления  $MgF_2$  - 1263 К (LiF - 848 С). Вакуумные нагревательные печи способны поддерживать температуру в камере до 2000 К. Открытые нагревательные печи поддерживают температуру нагрева до 1000 К. Для введения активаторов – поливалентных ионов, синтез должен проводиться в воздушной атмосфере. Поливалентные ионы образуют летучие соединения с фтором, в вакууме они выводятся из расплава. Необходимо введение со-активаторов - OH, O, которые препятствуют образованию летучих соединений активатора со фтором, способствуют вхождению ионов активатора в решетку, компенсируя различие в размерах катионов. Таким образом, синтез кристаллов  $MgF_2$  с активаторами – поливалентными ионами в воздушной атмосфере невозможен. Поэтому для синтеза нужно найти возможность использования нестандартного нагревателя. Та-

ким нагревателем может служить мощный поток электронов, выведенный на воздух.

В настоящей работе представлены результаты исследования керамики на основе активированного ионами вольфрама  $MgF_2$ , синтезированной в воздушной атмосфере с использованием в качестве нагревателя мощного потока электронов.

### Основная часть

Изготовление образцов проводилось с использованием в качестве нагревателя мощного потока электронов. В шихту из порошка  $MgF_2$  добавлялся для активации оксид вольфрама ( $WO_3$ ) и со-активатор в виде гидроксида лития (LiOH) с весовыми концентрациями от 0.05 до 0.3%.

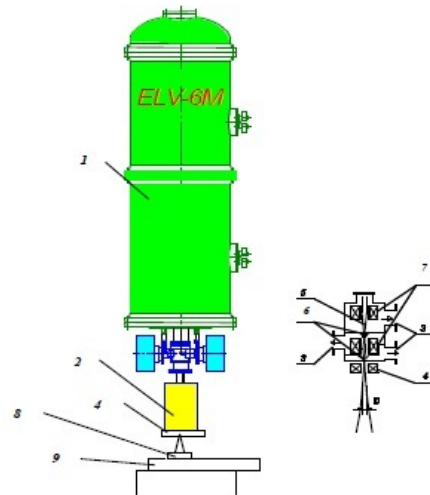


Рис.1. Схема электронного ускорителя ЭЛВ-6

Поток электронов с энергией 1.4 МэВ и плотностью мощности 18 кВт на  $cm^2$  от ускорителя ЭЛВ-6, который сканировал вдоль конструкции со скоростью  $1\text{ см}\cdot\text{с}^{-1}$  и с сечением у поверхности тигля  $1\text{ см}^2$  в течение 1 с плавил шихту, которая после воздействия быстро застывала, образуя керамический образец с заданным по шихте соотношением примесей.

После однократного облучения всей поверхности конструкция охлаждалась

Рентгеноструктурный анализ синтезированных образцов керамики проводился с использованием дифрактометра D8 ADVANCE ECO с рентгеновской трубкой с Cu – анодом и графитовым монохроматором. Дифрактограммы записывались в диапазоне углов  $2\theta = 20\text{--}110^\circ$ , шаг  $0.02^\circ$ . Количественное соотношение фаз определяется в программе TOPAS 4.2.

Полуширины измеренных рефлексов использовались для определения размеров кристаллитов и микронапряжений в образце, а отношение интегральной интенсивности рефлексов к полной интенсивности рентгенограммы для оценки степени кристалличности образца.

Во всех исследованных образцах керамики обнаруживается фаза  $\text{MgF}_2$  тетрагональной структуры с характерными значениями параметра решетки.

В активированных вольфрамом образцах при синтезе формируются кристаллы вольфрама, магния. Магниева кристаллическая фаза обнаруживается и в некоторых не активированных образцах. В целом все активированные образцы керамики характеризуются высокой степенью содержания кристаллической фазы. Размеры кристаллитов  $\text{MgF}_2$  во всех активированных образцах находятся в пределах 60-160 нм, тогда как в не активированных – около 20 нм.

Спектры фотолюминесценции керамик фторида магния измерены на спектрофлуориметре Agilent Cary Eclipse. Активаторное свечение в

исследованных нами активированных керамиках  $\text{MgF}_2$  возбуждается в области 200-300нм, спектр свечения зависит от активатора и его концентрации.

### Заключение

Показана возможность синтеза керамики на основе фторида магния, синтезирована керамика на основе фторида магния с вольфрамом в качестве активатора. Установлены основные характеристики люминесценции керамики на основе фторида магния с вольфрамом в качестве активатора

### Список литературы

1. Третьяков Ю.Д.. Керамика в прошлом, настоящем и будущем. Статьи Соросовского журнала. Химия. 1998. 250 с.
2. Третьяков Ю.Д.. Керамика – материал будущего. М.: Знание, 1987. 48 с.
3. Басиев Т.Т. // Известия РАН. Сер. хим. 2008. № 5. С. 863-872.
4. Минакова Т.С., Екимова И.А. Фториды и оксиды щелочноземельных металлов и магния. Поверхностные свойства. Томск: Издательский Дом Томского государственного университета, 2014. 148 с
5. Stepanov A.L. et al. // Technical Physics Letters. 2004. V. 30. № 2. P. 151–153.
6. Martinù P. // Vacuum. 1985. V. 35. № 12. P. 531–535.
7. Колешко В.М. и др. Распыляемые мишени из фторидных соединений для получения пленок высокотемпературных полупроводников. Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. № 4. С. 45–50

## SYNTESIS BY ELECTRON BEAM TECHNOLOGY $\text{MgF}_2$ and $\text{MgF}_2$ (W) CERAMICS

V. Lisitsyn<sup>1)</sup>, Zh. Karipbayev<sup>2)</sup>, D. Musakhanov<sup>2)</sup>, L. Lisitsyna<sup>3)</sup>, F. Dauletbekova<sup>2)</sup>,  
A. Akilbekov<sup>2)</sup>, M. Golkovskii<sup>4)</sup>, A. Markhabayeva<sup>5)</sup>

<sup>1)</sup>National Research TPU, Tomsk, Russia

<sup>2)</sup>L.N. Gumilyov Eurasian national University, Astana, Kazakhstan

<sup>3)</sup>Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russia

<sup>4)</sup>JINP SB RAS, Novosibirsk, Russia

<sup>5)</sup>al-Farabi National State University, Almaty, Kazakhstan

The work presents the results on the synthesis pure and activated by oxides of polyvalent ions f  $\text{MgF}_2$  ceramics. The syntesis of the samples was carried out using a powerful electron beam as a heater. An X-ray diffraction analysis of the ceramic was performed, which showed the formation of crystallites. The degree of crystallinity increases with the introduction of the activator. Activator luminescence was observed