

# Облікова картка дисертації

## I. Загальні відомості

Державний обліковий номер: 0824U000521

Особливі позначки: відкрита

Дата реєстрації: 19-01-2024

Статус: Наказ про видачу диплома

Реквізити наказу МОН / наказу закладу: Наказ 24/1 від 22.03.2024



## II. Відомості про здобувача

Власне Прізвище Ім'я По-батькові:

1. Балабанов Антон Едуардович

2. Balabanov Anton E.

Кваліфікація:

Ідентифікатор ORCID ID: Не застосовується

Вид дисертації: доктор філософії

Аспірантура/Докторантура: так

Шифр наукової спеціальності: 132

Назва наукової спеціальності: Матеріалознавство

Галузь / галузі знань: механічна інженерія

Освітньо-наукова програма зі спеціальності: Монокристалічні, керамічні та наноструктурні матеріали

Дата захисту: 06-03-2024

Спеціальність за освітою: фізика та астрономія

Місце роботи здобувача:

Код за ЄДРПОУ:

Місцезнаходження:

Форма власності:

Сфера управління:

Ідентифікатор ROR: Не застосовується

### **III. Відомості про організацію, де відбувся захист**

**Шифр спеціалізованої вченої ради (разової спеціалізованої вченої ради):** ДФ 4660

**Повне найменування юридичної особи:** Інститут монокристалів Національної академії наук України

**Код за ЄДРПОУ:** 00210217

**Місцезнаходження:** проспект Науки, буд. 60, Харків, Харківський р-н., 61072, Україна

**Форма власності:** Державна

**Сфера управління:** Національна академія наук України

**Ідентифікатор ROR:**

### **IV. Відомості про підприємство, установу, організацію, в якій було виконано дисертацію**

**Повне найменування юридичної особи:** Інститут монокристалів Національної академії наук України

**Код за ЄДРПОУ:** 00210217

**Місцезнаходження:** проспект Науки, буд. 60, Харків, Харківський р-н., 61072, Україна

**Форма власності:** Державна

**Сфера управління:** Національна академія наук України

**Ідентифікатор ROR:**

### **V. Відомості про дисертацію**

**Мова дисертації:** Українська

**Коди тематичних рубрик:** 81.09

**Тема дисертації:**

1. Процеси синтезу та властивості ІЧ-прозорої кераміки в системі MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
2. Processes of synthesis and properties of IR-transparent ceramics in the MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system

**Реферат:**

1. Дисертацію присвячено визначенню особливостей отримання ІЧ-прозорої кераміки в системі MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а також впливу структурно-морфологічних характеристик нанопорошків на оптичні властивості та функціональні характеристики кераміки. Визначено основні фізико-технологічні параметри синтезу ІЧ-прозорої кераміки в системі MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Реалізовано комплексний підхід до синтезу оксиду ітрію, як ІЧ-прозорого матеріалу для вікон технологічних апаратів на всіх етапах маршруту отримання кераміки та умови синтезу нанокомпозитів 50:50 об.% MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> методом іскрового спікання. В першому розділі описані методи отримання прозорих середовищ для сучасної інфрачервоної (ІЧ) оптики в системі MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. У другому розділі наведено детальний опис експериментальних методик отримання порошків, виготовлення зразків ІЧ-прозорої кераміки та описано методи їх характеристизації. В третьому розділі досліджено активність до спікання нанопорошків Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> як функцію їх структурно-морфологічних характеристик. Визначено, що

комерційні порошки  $Y_2O_3$  утворюють тривимірні агломерати складної ієрархії з розміром до 3–5 мікрон, які формуються з більш тонких первинних частинок розмірами 25–60 нм. Встановлено, що ефективне ущільнення нанопорошків Альфа-нано обумовлено високою дисперсністю порошкової суміші, низьким ступенем агломерації та малим розміром первинних частинок. Досліджено закономірності формування твердих розчинів заміщення  $Y_2O_3:La_3+$ . Показано, що повне розчинення гексагонального  $La_2O_3$  в кубічному  $Y_2O_3$  відбувається за температур нижче  $1500^\circ C$  за участі проміжних фаз, збагачених лантаном. Фазові перетворення, що супроводжуються збільшенням питомого об'єму, а також гігроскопічність оксиду лантану призводять до розтріскування високолегованої кераміки  $Y_2O_3:La_3+$  при спіканні. В четвертому розділі досліджено особливості мезоструктури порошкових компактів  $Y_2O_3$ , вплив домішок, що сприяють спіканню та умови формування кераміки  $Y_2O_3$ . Показано, що попередній відпал компактів  $Y_2O_3$  доцільно проводити за максимальної температури, при якій не відбувається спікання зі зближенням центрів частинок, а збільшення розміру пор не перевищує  $\approx 30\%$ . Компакти, відпалені за  $T=800^\circ C$ , характеризуються оптимальною мезоструктурою з точки зору ефективності ущільнення при подальшому вакуумному спіканні ( $T=72\%$  при  $p=1100$  нм). Показано, що комплексна домішка  $La_3++Zr_4+$ , що сприяє спіканню, ефективно пригнічує рухливість границь зерен та одночасно активує дифузійний транспорт по розгалуженій системі міжзеренних меж за рахунок формування дефектів в катіонній підградці. Та в результаті оптимізації температурно-часового маршруту вакуумного спікання встановлено умови синтезу ІЧ-прозорої кераміки  $Y_2O_3$ , з високою прозорістю в видимому та ІЧ-діапазонах ( $83\%$  при 5 мкм). В п'ятому розділі досліджувалися фізико-хімічні умови формування аморфних прекурсорів та нанопорошків в системі  $MgO-Y_2O_3$ . Застосовуючи метод самопоширюваного гліцин-нітратного синтезу з використанням надлишку гліцину і азотної кислоти, були синтезовані композитні нанопорошки  $MgO-Y_2O_3$  у співвідношенні 1:1 за об'ємом. Встановлено, що нерівноважні умови синтезу прекурсорів сприяють утворенню продукту коралоподібної геометрії. Визначено термодинамічну стабільність та стійкість прекурсора до фрагментації під час кальцинації. Показано, що за температур вище  $800^\circ C$  волокна розпадаються на окремі ізольовані частинки квазісферичної морфології та видаються найбільш придатними для подальшого спікання у рамках керамічної технології. Шостий розділ присвячений дослідженню впливу температури спікання на процеси дифузійного масопереносу та фізичні властивості нанокompозитної кераміки  $MgO-Y_2O_3$  та впливу домішки іонів  $Ho_3+$  як домішки що сприяє спіканню. Реалізовано умови синтезу нанокompозитів 50:50 об.%  $MgO-Y_2O_3$  методом іскрового спікання нанопорошків, які дозволяють отримати оптичну прозорість кераміки у ІЧ-діапазоні довжин хвиль. Показано що лінійне оптичне пропускання композиту  $T\approx 68\%$  при  $p=5000$  нм може бути реалізовано за умов формування однорідної двофазної структури, просторового обмеження процесів рекристалізації компонентів та збереження розміру зерен на рівні 200–250 нм, за якого внесок розсіювання світла на міжфазних межах є мінімальним. Отримана кераміка  $MgO-Y_2O_3$  з  $Ho_3+$  як домішки що сприяє спіканню. Всі зразки містять включення з розміром в межах 1–15 нм домішкової фази, які локалізовані як на границях зерен, так і на потрійних стиках. Найвища твердість за Віккерсом 10,7 ГПа досягається у зразку, легovanому 12 ат.% іонів  $Ho_3+$  через наявність включень карбідів гольмію із характерними розмірами до 15 нм. Встановлено, що легування іонами  $Ho_3+$  активізує дифузійний масоперенос при отриманні кераміки  $MgO-Y_2O_3:Ho_3+$  (3–12 ат.%) через перерозподіл електронної щільності поблизу легуючих іонів. Це призводить до збільшення коефіцієнту оптичного пропускання кераміки  $MgO-Y_2O_3:Ho_3+$  (3 ат.%) з 68 до 75% у порівнянні з нелегованою.

2. The dissertation is dedicated to determining the features of obtaining IR-transparent ceramics in the  $MgO-Y_2O_3$  system, as well as the influence of structural-morphological characteristics of nanopowders on the optical and functional properties of ceramics. The main physico-technological parameters of the synthesis of IR-transparent ceramics in the  $MgO-Y_2O_3$  system are determined. A comprehensive approach to the synthesis of yttrium oxide as an IR-transparent material for windows of technological devices is implemented at all stages of the ceramic production route, as well as the conditions for the synthesis of 50:50 vol.%  $MgO-Y_2O_3$  nanocomposites by spark plasma sintering. The first chapter describes the main features of methods for obtaining transparent media for modern infrared (IR) optics in the  $MgO-Y_2O_3$  system. The second chapter provides a

detailed description of experimental methods for obtaining powders, manufacturing samples of IR-transparent ceramics and methods of their characterization are described. The third chapter investigates the sintering activity of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopowders as a function of their structural-morphological characteristics. It is determined that commercial Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders form three-dimensional agglomerates of complex hierarchy with sizes up to 3-5 microns, which are formed from finer primary particles with sizes of 25-60 nm. It is established that the effective densification of Alpha-nano powders is due to the high dispersion of the powder mixture, a low degree of agglomeration, and a small size of primary particles. The regularities of the formation of substitution solid solutions Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:La<sup>3+</sup> are investigated. It is shown that complete dissolution of hexagonal La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in cubic Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> occurs at temperatures below 1500°C with the participation of intermediate phases enriched with lanthanum. Phase transformations accompanied by an increase in specific volume, as well as the hygroscopicity of lanthanum oxide, lead to the cracking of highly alloyed Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics:La<sup>3+</sup> during sintering. The fourth chapter investigates the features of the mesostructure of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder compacts, the influence of sintering-promoting additives, and the conditions for the formation of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics. It is shown that the pre-sintering of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> compacts is advisable at the maximum temperature at which sintering does not occur with the approach of particle centers, and the increase in the size of pores does not exceed ≈30%. Compacts fired at T=800°C are characterized by an optimal mesostructure in terms of densification efficiency during subsequent vacuum sintering (T=72% at ρ=1100 nm). It is shown that a complex doping of La<sup>3+</sup>+Zr<sup>4+</sup>, promoting sintering, effectively suppresses the mobility of grain boundaries and simultaneously activates the diffusion transport along the branched system of intergranular boundaries by forming defects in the cationic sublattice. Through the optimization of the temperature-time route of vacuum sintering, conditions for the synthesis of IR-transparent Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics with high transparency in the visible and IR ranges (83% at 5 μm) are established. The fifth chapter investigates the physico-chemical conditions for the formation of amorphous precursors and nanopowders in the MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system. Using the method of self-propagating glycine-nitrate synthesis with an excess of glycine and nitric acid, composite MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopowders in a ratio of 1:1 by volume were synthesized. It is established that non-equilibrium conditions of precursor synthesis contribute to the formation of a product with coral-like geometry. It is shown that at temperatures above 800°C, the fibers break down into individual isolated quasi-spherical particles suitable for further sintering within the ceramic technology framework. The sixth chapter is dedicated to studying the influence of sintering temperature and Ho<sup>3+</sup> ion doping on the processes of diffusion mass transfer and physical properties of MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite ceramics. Conditions for the synthesis of 50:50 vol.% MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites by spark plasma sintering of nanopowders, allowing the achievement of optical transparency of ceramics in the IR wavelength range, are implemented. It is shown that linear optical transmittance of the composite T≈68% at ρ=5000 nm can be realized under the conditions of forming a homogeneous two-phase structure, spatial restriction of recrystallization processes of components, and preservation of grain size at the level of 200-250 nm, where the contribution of light scattering at interphase boundaries is minimal. It is established that doping with Ho<sup>3+</sup> ions activates diffusion mass transfer during the formation of MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Ho<sup>3+</sup> ceramics (3-12 at.%) through the redistribution of electronic density near the doping ions. This leads to an increase in the optical transmittance coefficient of MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Ho<sup>3+</sup> ceramics (3 at.%) from 68 to 75% compared to the undoped material.

**Державний реєстраційний номер ДіР:**

**Пріоритетний напрям розвитку науки і техніки:** Нові речовини і матеріали

**Стратегічний пріоритетний напрям інноваційної діяльності:** Освоєння нових технологій виробництва матеріалів, їх оброблення і з'єднання, створення індустрії наноматеріалів та нанотехнологій

**Підсумки дослідження:** Нове вирішення актуального наукового завдання

**Публікації:**

- O.S. Kryzhanovska, V.N. Baumer, S.V. Parkhomenko, A.G. Doroshenko, R.P. Yavetskiy, A.E. Balabanov, A.V. Tolmachev, S.N. Skorik, Jiang Li, A. Kuncser, Formation peculiarities and optical properties of highly-doped (Y<sub>0.86</sub>La<sub>0.09</sub>Yb<sub>0.05</sub>)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> transparent ceramics, *Ceramics International* 45 (2019) 16005–16010.
- O.S. Kryzhanovska, N.A. Safronova, A.E. Balabanov, R.P. Yavetskiy, M.V. Dobrotvorskaya, Jiang Li, S. Petrushenko, A.V. Tolmachev, N.A. Matveevskaya, E.N. Shulichenko, V.Yu. Mayorov, D. Sofronov, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–MgO highly-sinterable nanopowders for transparent composite ceramics, *Functional Materials* 26 (2019) 829–837.
- N.A. Safronova, O.S. Kryzhanovska, M.V. Dobrotvorskaya, A.E. Balabanov, A.V. Tolmachev, R.P. Yavetskiy, S.V. Parkhomenko, R. Brodskii, V.N. Baumer, D.Yu. Kosyanov, O.O. Shichalin, E.K. Papynov, Jiang Li, Influence of sintering temperature on structural and optical properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–MgO composite SPS ceramics, *Ceramics International* 46 (2020) 6537–6543.
- R.P. Yavetskiy, A.E. Balabanov, S.V. Parkhomenko, O.S. Kryzhanovska, A.G. Doroshenko, P.V. Mateychenko, A.V. Tolmachev, Jiang Li, Nan Jiang, L. Gheorghe, M. Enculescu, Effect of starting materials and sintering temperature on microstructure and optical properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Yb<sub>3+</sub> 5 at.% transparent ceramics, *Journal of Advanced Ceramics* 10 (2020) 49–61.
- N.A. Safronova, R.P. Yavetskiy, O.S. Kryzhanovska, M.V. Dobrotvorskaya, A.E. Balabanov, I.O. Vorona, A.V. Tolmachev, V.N. Baumer, I. Matolínová, D.Yu. Kosyanov, O.O. Shichalin, E.K. Papynov, S. Hau, C. Gheorghe, A novel IR-transparent Ho<sup>3+</sup>:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–MgO nanocomposite ceramics for potential laser applications, *Ceramics International* 47 (2021) 1399–1406.
- S. Parkhomenko, A. Balabanov, O. Kryzhanovska, N. Safronova, I. Vorona, A. Doroshenko, O. Vovk, O. Vashchenko, A. Tolmachev, R. Yavetskiy, Effect of green body annealing on microstructure and optical properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Yb<sub>3+</sub> ceramics, *Ceramics International* 49 (2023) 29048–29054.

**Наукова (науково-технічна) продукція:** матеріали

**Соціально-економічна спрямованість:**

**Охоронні документи на ОПВ:**

**Впровадження результатів дисертації:** Впровадження не планується

**Зв'язок з науковими темами:**

## **VI. Відомості про наукового керівника/керівників (консультанта)**

**Власне Прізвище Ім'я По-батькові:**

1. Явецький Роман Павлович
2. Roman P. Yavetskyi

**Кваліфікація:** д. т. н., професор, с.д., 05.02.01

**Ідентифікатор ORCID ID:** Не застосовується

**Додаткова інформація:**

**Повне найменування юридичної особи:** Інститут монокристалів Національної академії наук України

**Код за ЄДРПОУ:** 00210217

**Місцезнаходження:** проспект Науки, буд. 60, Харків, Харківський р-н., 61072, Україна

**Форма власності:** Державна

**Сфера управління:** Національна академія наук України

**Ідентифікатор ROR:**

## **VII. Відомості про офіційних опонентів та рецензентів**

### **Офіційні опоненти**

#### **Власне Прізвище Ім'я По-батькові:**

1. Беспалова Ірина Ігорівна

2. Iryna I. Bespalova

**Кваліфікація:** д. т. н., с.д., 05.02.01

**Ідентифікатор ORCID ID:** Не застосовується

#### **Додаткова інформація:**

**Повне найменування юридичної особи:** Інститут сцинтиляційних матеріалів Національної академії наук України

**Код за ЄДРПОУ:** 23756522

**Місцезнаходження:** проспект Науки, буд. 60, Харків, Харківський р-н., 61072, Україна

#### **Форма власності:**

**Сфера управління:** Національна академія наук України

**Ідентифікатор ROR:** Не застосовується

#### **Власне Прізвище Ім'я По-батькові:**

1. Богомол Юрій Іванович

2. Iuriy I. Bogomol

**Кваліфікація:** д. т. н., професор, 05.16.06

**Ідентифікатор ORCID ID:** Не застосовується

#### **Додаткова інформація:**

**Повне найменування юридичної особи:** Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського"

**Код за ЄДРПОУ:** 02070921

**Місцезнаходження:** проспект Берестейський, буд. 37, Київ, 03056, Україна

**Форма власності:** Державна

**Сфера управління:** Міністерство освіти і науки України

**Ідентифікатор ROR:**

### **Рецензенти**

#### **Власне Прізвище Ім'я По-батькові:**

1. Кривоногов Сергій Іванович

2. Kryvonogov Sergiy I.

**Кваліфікація:** к. т. н., 05.02.01

**Ідентифікатор ORCID ID:** Не застосовується

**Додаткова інформація:**

**Повне найменування юридичної особи:** Інститут монокристалів Національної академії наук України

**Код за ЄДРПОУ:** 00210217

**Місцезнаходження:** проспект Науки, буд. 60, Харків, Харківський р-н., 61072, Україна

**Форма власності:** Державна

**Сфера управління:** Національна академія наук України

**Ідентифікатор ROR:**

**Власне Прізвище Ім'я По-батькові:**

1. Вовк Олег Михайлович

2. Oleh M. Vovk

**Кваліфікація:** к. х. н., с.д., 02.00.04

**Ідентифікатор ORCID ID:** Не застосовується

**Додаткова інформація:**

**Повне найменування юридичної особи:** Інститут монокристалів Національної академії наук України

**Код за ЄДРПОУ:** 00210217

**Місцезнаходження:** проспект Науки, буд. 60, Харків, Харківський р-н., 61072, Україна

**Форма власності:** Державна

**Сфера управління:** Національна академія наук України

**Ідентифікатор ROR:**

## VIII. Заключні відомості

**Власне Прізвище Ім'я По-батькові  
голови ради**

Безкровна Ольга Миколаївна

**Власне Прізвище Ім'я По-батькові  
головуючого на засіданні**

Безкровна Ольга Миколаївна

**Відповідальний за підготовку  
облікових документів**

Балабанов Антон Едуардович

**Реєстратор**

УкрІНТЕІ

**Керівник відділу УкрІНТЕІ, що є  
відповідальним за реєстрацію наукової  
діяльності**



Юрченко Тетяна Анатоліївна