

**Impact Factor:**

ISRA (India) = 6.317  
 ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
 GIF (Australia) = 0.564  
 JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
 ПИИЦ (Russia) = 3.939  
 ESJI (KZ) = 9.035  
 SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
 PIF (India) = 1.940  
 IBI (India) = 4.260  
 OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

International Scientific Journal  
**Theoretical & Applied Science**

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2021 Issue: 10 Volume: 102

Published: 30.10.2021 <http://T-Science.org>

QR – Issue

QR – Article



**Jamshid Mengnorovich Ashurov**

Institut of Bioorganic Chemistry of the Uzbekistan Academy of Sciens named after Acad.O.S.Sodykov  
 Republic of Uzbekistan, Tashkent, Mirzo Ulugbek str., 83

**Sherali Teshaevich Khojiev**

Institut of Bioorganic Chemistry of the Uzbekistan Academy of Sciens named after Acad.O.S.Sodykov  
 Republic of Uzbekistan, Tashkent, Mirzo Ulugbek str., 83

**Isroil Odinaevich Qosimov**

Institut of Bioorganic Chemistry of the Uzbekistan Academy of Sciens named after Acad.O.S.Sodykov  
 Republic of Uzbekistan, Tashkent, Mirzo Ulugbek str., 83

**Bobur Boxodirjonovich Gaibnazarov**

Taskent State Technical University  
 Tashkent, Universitetskaya-2st.

**Muhammadjon Sherali o'gli Teshayev**

Taskent State Technical University  
 Tashkent, Universitetskaya-2st.

## STUDY OF THE PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF ALUMINUM OXIDE $Al_2O_3$ BY THE METHOD OF POWDER DIFFRACTOMETRY

**Abstract:** X-ray diffraction analysis of materials is a standard method for phase identification and characterization of polycrystalline materials [1]. Experimentally, various peaks were detected in the X-ray phase analysis (XRD) spectra of aluminum oxide  $Al_2O_3$  sample. Based on the data (XRD) of samples of aluminum oxide  $Al_2O_3$  obtained for samples with different modes of powder production, Miller indices and lattice parameters were determined. The experimental data obtained are in good agreement with the data obtained by other methods.

**Key words:** aluminum oxide, powder, wide-gap semiconductor, Miller indices, microstructure.

**Language:** English

**Citation:** Ashurov, J. M., Khojiev, Sh. T., Qosimov, I. O., Gaibnazarov, B. B., & Teshayev, M. Sh. (2021). Study of the physico-chemical properties of aluminum oxide  $Al_2O_3$  by the method of powder diffractometry. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 10 (102), 179-183.

**Soi:** <http://s-o-i.org/1.1/TAS-10-102-9> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2021.10.102.9>

**Scopus ASCC:** 1600.

### ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ $Al_2O_3$ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

**Аннотация:** Рентгенодифракционный анализ материалов является стандартным методом идентификации фаз и характеристики поликристаллических материалов [1]. Экспериментально обнаружены различные пики в спектрах рентгенофазового анализа (XRD) образца оксида алюминия  $Al_2O_3$ . На основе данных (XRD) образцов оксида алюминия  $Al_2O_3$  полученные для образцов с различными режимами получения порошка, определены индексы Миллера и параметры решетки. Полученные экспериментальные данные хорошо согласуются с данными, полученными другими методами.

**Ключевые слова:** оксид алюминия, порошок, широкозонный полупроводник, индексы Миллера, микроструктура.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
РИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 9.035  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

### Введение

В настоящей работе порошковый рентгенофазовый метод анализа нами был использован для изучения структуры, состава, свойств сырьевых материалов и продуктов оксида алюминия  $Al_2O_3$ . С его помощью исследовали минералогический [14] и фазовый составы [4]. В последние годы объектами пристального внимания исследователей являются сенсорные, адсорбционные, оптические, электрические и каталитические свойства различных материалов [1–5]. Оксид алюминия  $Al_2O_3$  — бинарное соединение алюминия и кислорода [12]. В природе распространён в виде глинозёма, составляющая часть глин, нестехиометрической смеси оксидов алюминия, калия, натрия, магния и т. д. [15–17]. В модификации корунда имеет атомную кристаллическую решётку. Учитывая выше сказанное, в настоящей работе нами было проведено исследование методом порошкового дифрактометра основные особенности материалов, применяемых в полупроводниковой технологии. А также предпринята попытка применять методику анализа для материалов различной стехиометрии.

### Описание объекта и методов исследования

Порошковая рентгеновская дифракция — метод исследования структурных характеристик материала при помощи дифракции рентгеновских лучей (рентгеноструктурный анализ) на порошке или поликристаллическом образце исследуемого материала. Также называется методом порошка. Результатом исследования является зависимость интенсивности рассеянного излучения от угла рассеяния. Соответствующий прибор называют порошковым дифрактометром. Преимуществом метода является то, что дебаграмма для каждого вещества уникальна и позволяет определить вещество даже тогда, когда его структура не

известна. Рентгено-фазовый метод анализа использовали для изучения структуры, состава, свойств сырьевых материалов и продуктов обжига. С его помощью исследовали минералогический и фазовый составы [5]. Монохроматический пучок рентгеновского излучения направляется на образец исследуемого материала, растертого в порошок. На фотоплёнке, свернутой цилиндром вокруг образца, изображение (дебаграмма) получается в виде колец. Расстояние между линиями одного и того же кольца на дебаграмме позволяет найти брэгговские углы отражения. Затем, по формуле Брэгга – Вульфа  $2d \sin\theta = n\lambda$  можно получить отношение  $d/n$  расстояния между отражающими плоскостями к порядку отражения.

Рентгеновский анализ позволяет решать следующие задачи:

Определение качественного состава образца, полуколичественное определение компонентов образца, определение кристаллической структуры вещества. А также прецизионное определение параметров элементарной ячейки, определение расположения атомов в элементарной ячейке (полно профильный анализ — метод Ритвельда), определение размера кристаллитов (области когерентного рассеяния) поликристаллического образца. Исследование текстуры в поликристаллических материалах. Кроме того, исследование фазового состава вещества и изучение диаграмм состояния, оценка размера кристалликов в образце, точное определение констант решетки, коэффициента теплового расширения, анализ минералов. На рис.1. приведена прибор - порошковый дифрактометр. Порошковые образцы  $Al_2O_3$  были исследованы методами рентгеноструктурного и элементного анализа. Идентификацию образцов проводили на основе дифрактограмм, которые снимали на аппарате XRD-6100 (Shimadzu, Japan), управляемый компьютером.



Рис.1. Порошковая рентгеновская дифрактометрия. XRD-6100.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
ПИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 9.035  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

Применяли Cu-K $\alpha$ -излучение ( $\beta$ -фильтр, Ni,  $\lambda=1.54178 \text{ \AA}$ , режим тока и напряжения трубки 30 mA, 40 kV) и постоянную скорость вращения детектора 4 град/мин с шагом 0,05 град. ( $\omega/2\theta$ -сцепление), а угол сканирования изменялся от 10 до 80 $^\circ$ . Мощность рентгеновского излучения составлял 2 кВт. Анализ результатов производился с использованием базы данных [6]. Глубина проникновения Cu-K $\alpha$  излучения составляет для легких элементов (углерод) порядка 1 мм (980 мкм), для тяжелых элементов (Ag, W) –несколько мкм. Для большей части неорганических веществ, простых соединений, Cu-K $\alpha$ - составляет десятки микрон (мкм). На рис.2 представлены спектральные зависимости Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученные методом порошкового дифрактометра. Кроме того, приведены индексы Миллера, а также межплоскостное расстояние dhkl для данных образцов. Нами был использован метод Ритвельда [5,19] для уточнения структуры по порошковым данным, полученные с помощью рентгеновского излучения. Принцип метода состоит в том, чтобы использовать независимые измерения интенсивности в каждой точке дифрактограммы, описывая профиль линии с использованием аналитических функций, вместо использования интегральной интенсивности рефлексов. Параметры функций, включающие структурные, приборные и другие характеристики, уточняются с помощью нелинейного метода наименьших квадратов. Используя данный метод уточнение мы определили межплоскостное расстояние dhkl и

индексы Миллера (hkl). Кроме того, используя данный метод мы смогли точно определить и обозначить межплоскостное расстояние dhkl и индексы Миллера (hkl) как это видно из рисунка 2. Как было сказано выше, порошковая рентгеновская дифрактометрия позволяет провести количественный элементный анализ. Проведенный нами элементный анализ по методике “Search and Match” software [6] образцов показывает, что образцы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> имеют следующий состав (в весовых процентах): для Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> получены следующие весовые соотношения: Al– 68,56 %, O – 31,44 %. Как известно из литературных данных [5,11-12] индексы Миллера применимы во всех сингониях. С увеличением индекса Миллера межплоскостное расстояние уменьшается [7-8]. Для образцов Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> измеренных методом рентгеноструктурного анализа по методике “Search and Match” software [6-10], проведена оценка степени кристалличности и аморфности. Для оксида алюминия это выглядит следующим образом: аморфная фаза для оксида алюминия составляет 56,84 %, а кристаллическая фаза соответственно составляет 43,16 %. Индексирование – определение индексов (HKL) каждой линии дифрактограммы и типа решетки. Индексирование проведено для выявления примесей в образце путем выделения рефлексов, которые не относятся к основному веществу. В настоящей работе нами было определено наличие примесей водорода для Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Наиболее характерные результаты приведены на Рис.2.

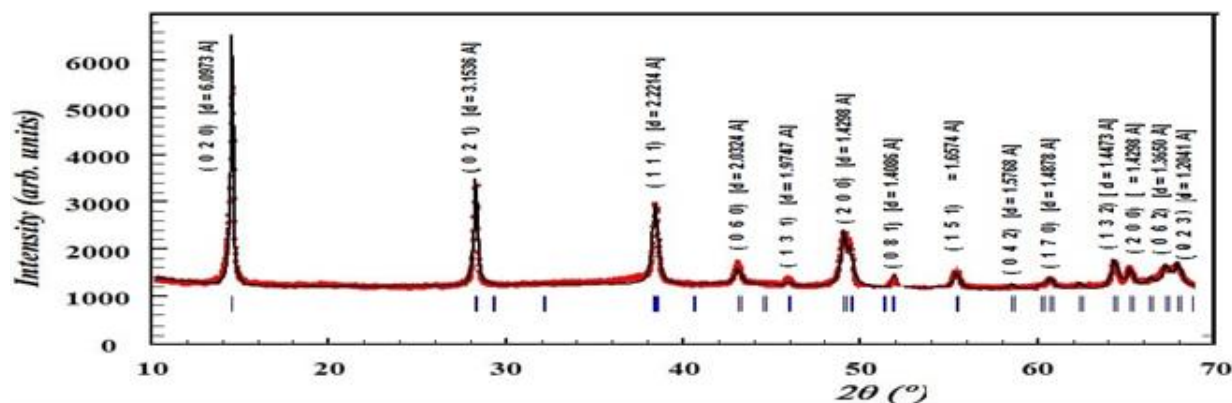


Рисунок 2. Спектральная зависимость Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученная методом порошкового дифрактометра.

А также обработанная уточнением Ритвельда с помощью программным обеспечением FullProf [19]. Приведены индексы Миллера. Здесь набирается подрисовочная подпись (верхний отступ 6, снизу пустая строка).

Как видно из рисунка 3 с увеличением угла падения рентгеновского излучения на образец уменьшается межплоскостное расстояние [7,9-11].

Таким образом, можем сделать вывод из рисунка 3, межплоскостное расстояние сильно зависит от индекса Миллера. Это показывает, что с помощью данного метода на основе аналитических работ мы можем провести качественный и количественный анализ образцов различного состава, с различной стехиометрией, определить различные кристаллографические параметры.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
РИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 9.035  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

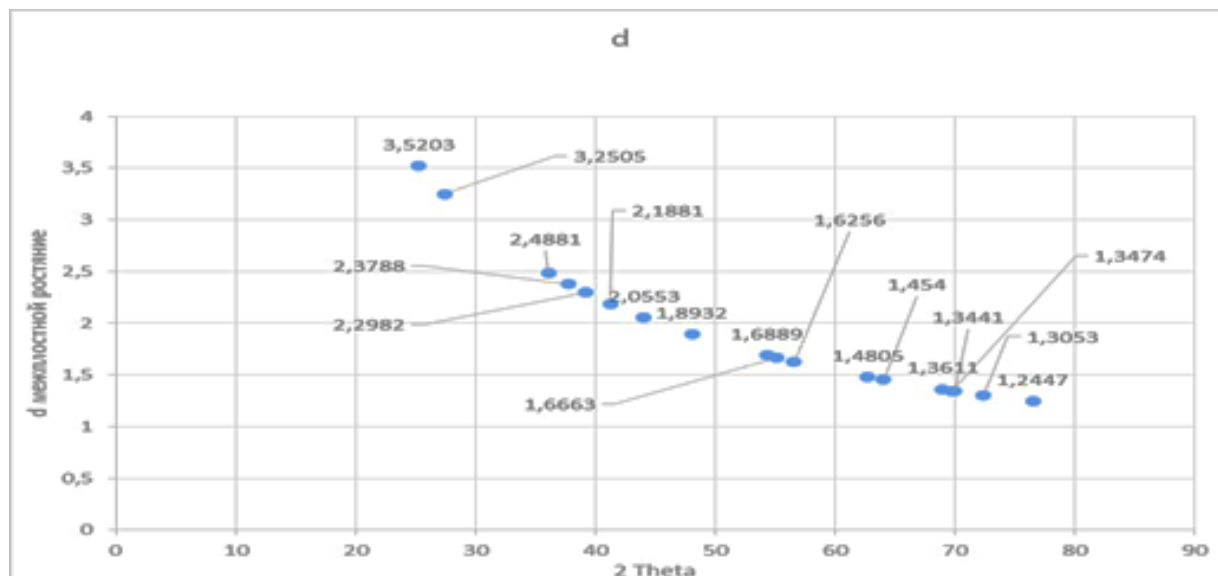


Рисунок 3. Зависимость межплоскостного расстояния от угла падения излучения.

### Заключение

Использовали метод Ритвельда [5,19] для уточнения структуры по порошковым данным, полученным с помощью рентгеновского излучения. Определено уменьшение межплоскостного расстояния с увеличением индексов Миллера. Применено индцирование для выявления примесей в образце путем

выделения рефлексов, которые не относятся к основному веществу. Проведен элементный анализ в весовых процентах для  $Al_2O_3$  Al – 68,56 %, O – 31,44 %.

Впервые определены степени кристалличности и аморфности образца  $Al_2O_3$ .

### References:

1. Shulga, Yu.M., Matyushenko, D.V., Golshev, A.A., Shaxray, D.V., Molodets, A.M., Kabachkov, Ye.N., Kurkin, Ye.N., & Domashnev, I.A. (2010). *Pisma v JTF*, 36, 26 (2010).
2. Skomoroxov, A. A., Mixnev, L. V., Bondarenko, Ye. A., Chapura, O. M., Karachevtsev, S. M., Frolov, Ye. N., & Makarov, I. V. (2016). *Vestnik Severo-Kavkazskogo federalnogo universiteta*, № 1 (52), 14 (2016).
3. Abzov, A.M. (2008). *Rentgenodifraktsionny analiz polikristallicheskih veshstv na minidifrak-tometre «Difrey»*. Uchebnoe posobie. Sank-Peterburg, 95,20.
4. Khozhiev, Sh.T., Kosimov, I. O., Gaibnazarov, B. B., & Bohodirzhonova, A. B. (2021). «Titanium oxide and its features manifested by powder x-ray dif-fractometry» Novateur Publications, Pune, Ma-harashtra, India Journal NX- A *Multidiscipli-nary Peer Reviewed Journal*, ISSN: 2581-4230, Website: journalnx.com, May 25th – 26<sup>th</sup>, 550.
5. Xojiev, Sh.T., Kosimov, I.O., & Gaibnazarov, B.B. (2021). *Zadachi, reshayemye s pomoshyu porosh-kovoy difraktometrii*. Sbornik materialov II mejdunarodnoy nauchno-teoreticheskoy konferentsii «Aktualniye voprosiy yestestvennix nauk»19 maya. Nuks 159.
6. Axmetov, T. G., Porfireva, R. T., Gaysin, L. G., et al. (2002). *Ximicheskaya texnologiya neorganicheskix veshstv: v 2 kn. Kn. 1.* — Pod red. T. G. Axmetova. ISBN 5-06-004244-8. (p.369). Moscow: Vishaya shkola.
7. Nekrasov, B. V. (1973). *Osnov obshey ximii*. T. I. — Izd. 3-e, ispr. i dop. (p.146). Moscow: Ximiya.

<b>Impact Factor:</b>	<b>ISRA (India) = 6.317</b>	<b>SIS (USA) = 0.912</b>	<b>ICV (Poland) = 6.630</b>
	<b>ISI (Dubai, UAE) = 1.582</b>	<b>PIHII (Russia) = 3.939</b>	<b>PIF (India) = 1.940</b>
	<b>GIF (Australia) = 0.564</b>	<b>ESJI (KZ) = 9.035</b>	<b>IBI (India) = 4.260</b>
	<b>JIF = 1.500</b>	<b>SJIF (Morocco) = 7.184</b>	<b>OAJI (USA) = 0.350</b>

---

8. Yurev, Yu. N. (2016). *Svoystva tonkix plynok oksida titana (TiO<sub>2</sub>) i amorfnogo ugleroda (a-S), osaj-dyonnx s pomouyu dualnoy magnetronnoy rasplitelnoy sistem: avtoreferat dissertatsii na soiskanie uchenoy stepeni kandidata texnich-eskix nauk: spets. 01.04.07.* — Tomsk.
9. Pillet, S., Souhassou, M., Lecomte, C., Schwarz, K., et al. (2001). *Acta Crystallograica* 57, 209.
10. Gutierrez, M., Taga, A., & Johansson, B. (2001). *Physical Review, Serie 3. B— Condensed Matter*, 65.