

УДК 546.62'41

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО АЛЮМИНАТА КАЛЬЦИЯ

© 2024 г. Л. О. Козлова^а, *, И. Л. Ворошилов^а, Ю. В. Иони^а, А. Г. Сон^а,
А. С. Попова^а, И. В. Козерожец^а

^аИнститут общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Ленинский пр-т, 31,
Москва, 119991 Россия

*e-mail: kozzllova167@gmail.com

Поступила в редакцию 09.01.2024 г.

После доработки 22.03.2024 г.

Принята к публикации 29.03.2024 г.

Описан новый подход к получению высокодисперсного алюмината кальция при температурах от 900°C с заданными свойствами (насыпная плотность от 0.015 г/см³, размер частиц в диапазоне 7–42 нм), который заключается в поэтапной термообработке концентрированного водного раствора Al(NO₃)₃, Ca(NO₃)₂ и C₆H₈O₇ в мольном соотношении CaO : Al₂O₃ = 1 : 2. Методами рентгенофазового анализа, ИК-спектроскопии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии исследованы основные стадии синтеза. Полученный по разработанному подходу высокодисперсный алюминат кальция обладает выраженными люминесцентными свойствами.

Ключевые слова: золь-гель метод, термическая обработка, заданные свойства

DOI: 10.31857/S0044457X24080035, EDN: XKYDFN

ВВЕДЕНИЕ

Синтезу наноразмерных порошков оксидов металлов посвящено большое число работ [1–9]. В настоящее время важное значение для промышленности имеет разработка методов синтеза нанопорошков с заданными морфологией и распределением частиц по размерам, т.е. свойствами, которые влияют на химические и физические характеристики порошков оксидов. Таким образом, актуальной является проблема поиска недорогих и последовательных методов получения высокодисперсных алюминатов щелочноземельных элементов (ЩЗЭ) с заданными свойствами [10, 11]. Алюминаты на основе ЩЗЭ нашли широкое применение в различных отраслях промышленности. Так, алюминат кальция используется в строительной отрасли [10] в качестве технического материала за счет своих отличительных свойств: сравнительно низкого значения рН при гидратации, обрабатываемости при низких температурах, безопасности для применения в окружающей среде, высокой водосвязывающей способности, высокой прочности при низких температурах [10]. Алюминатно-кальциевый цемент применяется как огнеупорный материал в сталелитейной промышленности за счет высокой химической стойкости, ко-

нечной прочности и дешевизны [11]. В алюминатно-кальциевом цементе за схватывание цемента отвечают именно алюминатные соединения. Алюминаты кальция также имеют применение в медицине как кальциевое связующее вещество для лечения гиперфосфатемии [12]. Кристаллофосфоры на основе алюмината кальция с ионами редкоземельных элементов образуют высокоэффективные полифункциональные генераторы излучения. Люминофоры на основе алюмината кальция, легированного ионами Eu²⁺, используются в качестве стойких люминесцентных материалов [13]. Благодаря светочувствительным свойствам алюминаты кальция применяются в оптоэлектронике, светотехнике и перспективны для оптических устройств [14]. В алюминиевой промышленности CaAl₂O₄ и Ca₁₂Al₁₄O₃₃ являются основными компонентами клинкеров при спекании извести, а также используются при извлечении оксида алюминия из низкосортных бокситов и небокситовых пород, таких как летучая зола, нефелин и красная грязь [15, 16].

Обычно алюминаты кальция в промышленности получают различными способами твердофазного синтеза, например спеканием смесей алюминатов и известковых материалов в соответствующих

пропорциях при температурах $>1350^{\circ}\text{C}$. Однако в процессе спекания компонентов сложно синтезировать моноклинный алюминат кальция даже при отсутствии непрореагировавших веществ [17, 18]. После термической обработки порошок алюмината кальция измельчают, но полученный продукт имеет низкую удельную площадь поверхности ($<1 \text{ м}^2/\text{г}$) [18, 19]. Свойства конечного продукта зависят от размера частиц, соотношения исходных компонентов, а также от их удельной площади поверхности [18]. Так как после многократного термического синтеза и получения более высокодисперсного порошка алюмината кальция при температурах $>1350^{\circ}\text{C}$ все еще остаются непрореагировавшие компоненты, разработка новых подходов, позволяющих контролировать размер и форму частиц, а также насыпную плотность наноразмерных алюминатов кальция, является актуальной.

Согласно диаграмме состояния, при температурах от 1300 до 1500°C , молярном соотношении $1 : 1$ и времени спекания CaO и Al_2O_3 от 1 до 40 ч конечными продуктами являются CaAl_2O_4 , CaAl_4O_7 , $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ и небольшой остаток непрореагировавшего Al_2O_3 [20–22]. При молярном соотношении $\text{CaO} : \text{Al}_2\text{O}_3 = 1 : 3$ и использовании кальцита и α -оксида алюминия или гиббсита промежуточными продуктами являются CaAl_4O_7 и $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ с последующим образованием фазы $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ [23]. Таким образом, в системе $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ присутствует много различных модификаций алюмината кальция, наиболее термодинамически устойчивыми из них являются CaAl_2O_4 , $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$, CaAl_4O_7 , $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ и $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ [24]. Разработаны и другие методы получения высокодисперсных алюминатов кальция, например золь-гель метод [25–27], позволяющий смешивать реагенты на молекулярном уровне, что приводит к формированию полимеризованных макромолекулярных сетей, удерживающих большой объем растворителя. Благодаря высокой пористости и поверхностной энергии высокодисперсных алюминатов кальция, их термическую обработку можно проводить при более низких температурах по сравнению с твердофазным синтезом, что является экономически и экологически выгодным при промышленном производстве порошков [28, 29].

Цель настоящей работы — разработка низкотемпературного синтеза наноразмерного алюмината кальция с заданными и воспроизводимыми свойствами на основе предложенного ранее метода термолитиза концентрированного водно-углеводного раствора солей [2, 11, 25, 28, 30, 31].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Синтез алюмината кальция. В основе низкотемпературного синтеза наноразмерного алюмината кальция лежит метод пиролиза концентрированного водно-углеводного раствора солей, предложенный в работах [2, 11, 25, 28, 30, 31].

Исходными веществами служили $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (ос. ч.), $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (ос. ч.) и лимонная кислота $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (ос. ч.).

Три водных раствора по 30 мл, содержащих 11.51 г $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 37.64 г $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ и 31.52 г $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, смешивали на магнитной мешалке при комнатной температуре со скоростью 500 об/мин в течение 1.5 ч. Полученный раствор упаривали при 80°C в течение 5 ч до образования концентрированного водно-углеводного геля, который затем обрабатывали при температурах до 1250°C .

Исследование образцов. Фазовый состав синтезированных образцов определяли методом рентгенофазового анализа на дифрактометре Bruker D8 Advance в режиме отражения ($\text{CuK}\alpha$ -излучение, 40 кВ, 40 мА, шаг сканирования 4 град/мин). Для идентификации кристаллических фаз сопоставляли межплоскостные расстояния и интенсивности дифракционных максимумов с базой данных ICDD PDF-2. Морфологию частиц исследовали с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на электронном микроскопе Carl Zeiss Supra 40 с вакуумом $\sim 6-10$ мбар при ускоряющем напряжении $1-10$ кВ. Просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ) проводили на приборе JEOL Jem-1011 при ускоряющем напряжении 80 кВ с вакуумом порядка $6-10$ мбар. ИК-спектры поглощения образцов регистрировали на ИК-Фурье-спектрометре Bruker Alpha с приставкой Platinum ATR в диапазоне $400-4000 \text{ см}^{-1}$ с шагом сканирования 4 см^{-1} . Анализ полученных ИК-спектров проводили на основании литературных и справочных данных [32]. Люминесцентную спектроскопию выполняли на однолучевом спектрометре Perkin Elmer LS 55. Источником возбуждения служила ксеноновая лампа мощностью 150 Вт, работающая в пульсирующем режиме с частотой 50 Гц. Использовали монохроматор типа Монка–Джиллисона, область длин волн $200-700$ нм, ширина спектральных щелей 4 нм (возбуждение), 4 нм (испускание), скорость сканирования 300 нм/мин. Содержание C, H, N (в мас. %) в образцах определяли на анализаторе EA1108 CarloEbra Instruments (Италия). Горение образцов, полученных при разной температуре обжига, обеспечивали добавлением в капсулу

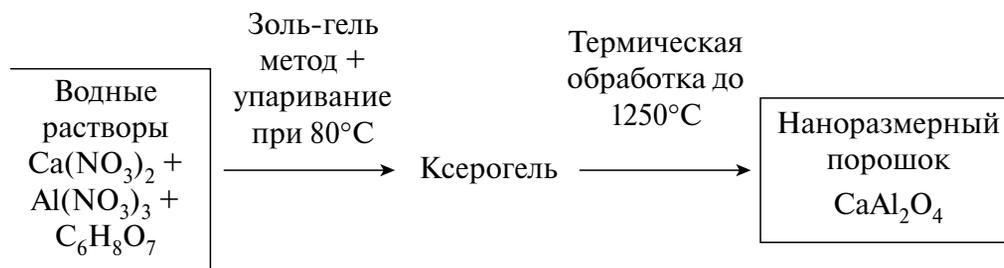


Рис. 1. Схема синтеза наноразмерного порошка CaAl_2O_4 .

Co_2O_3 . Образец массой до 1 мг сжигали в автоматическом режиме в реакционной трубке анализатора при 980°C с импульсной подачей кислорода. Полный анализ продуктов сгорания проводили с помощью детектора по теплопроводности с компьютерной обработкой полученных хроматографических данных.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлена общая схема синтеза наноразмерного порошка CaAl_2O_4 , иллюстрирующая две стадии синтеза: золь-гель технологию и термическую обработку.

Согласно данным [33, 34], на первой стадии синтеза при внесении в водный раствор $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ и $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ раствора $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ вероятно образование аквакомплекса на основе лимонной кислоты. При последующем концентрировании раствора формируется углеродсодержащий ксерогель за счет удаления растворителя. Термическая обработка ксерогеля до 350°C приводит к формированию нелетучего остатка солей гуминовых кислот и вспучиванию массы из-за большого количества летучих органических соединений, таких как леволиновая, муравьиная, гликолевая, уксусная и молочная кислоты, фураны (НМФ) [34]. При их испарении и последующем прогреве нелетучего остатка солей гуминовых кислот до 1250°C формируется наноструктура порошка алюмината кальция с насыпной плотностью от 0.015 г/см^3 .

На рис. 2 представлены ИК-спектры поглощения образцов, полученных при разных температурах термической обработки углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+} . При прогреве ксерогеля при 130 и 300°C (рис. 2, кривые 1, 2) наблюдаются две интенсивные полосы поглощения при 1390 см^{-1} и в области $1573\text{--}1589 \text{ см}^{-1}$, соответствующие C-H - и C-C -колебаниям, а также полосы при 1073 , 863 и 655 см^{-1} , отвечающие колебаниям продуктов разложения лимонной кислоты [32].

В табл. 1 представлено содержание C , H , N (в мас. %) в ксерогеле на разных стадиях термической обработки. Максимальное содержание C и H фиксируется в образцах, полученных при прогреве до 350°C , что косвенно указывает на формирование нелетучего остатка солей гуминовых кислот. Увеличение температуры прогрева до 750°C приводит к полному удалению C , H и N из структуры синтезированного порошка в пределах погрешности измерительного оборудования. Изменение фазового состава при термической обработке ксерогеля до 1250°C представлено на рис. 3. Согласно данным РФА, термическая обработка до 500°C (рис. 3, кривая 1) не выявила формирование кристаллической фазы, образец оказался рентгеноаморфным. В ИК-спектре этого образца при температурах $>300^\circ\text{C}$ зафиксированы полосы поглощения при 1403 см^{-1} и широкая полоса в области $615\text{--}1056 \text{ см}^{-1}$, которая затем разделилась на соответствующие полосы алюмината кальция

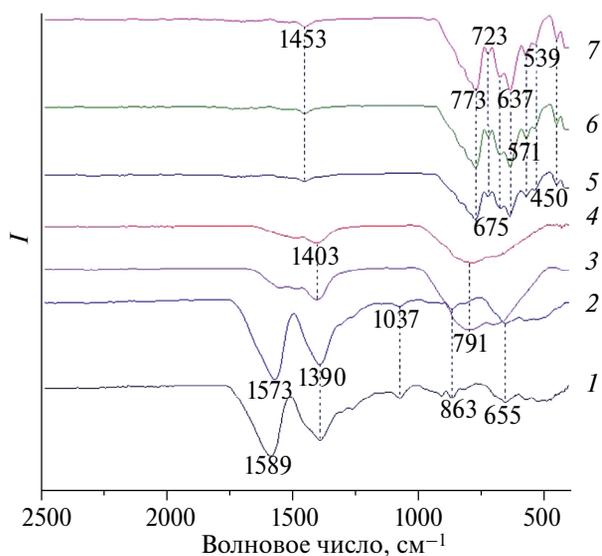


Рис. 2. ИК-спектры поглощения образцов, полученных на разных стадиях термической обработки углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+} при температурах 130 (1), 300 (2), 400 (3), 500 (4), 900 (5), 1000 (6) и 1100°C (7).

Таблица 1. Содержание С, Н, N (в мас. %) на разных стадиях термической обработки углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+}

Элемент	Температура, °C								
	150	250	350	450	550	650	750	850	950
С	28.04	25.49	9.20	6.54	0.50	0.14	—	—	—
Н	2.82	2.74	1.20	0.22	—	—	—	—	—
N	0.85	0.44	—	—	—	—	—	—	—

Примечание. Прочерк — не определяли.

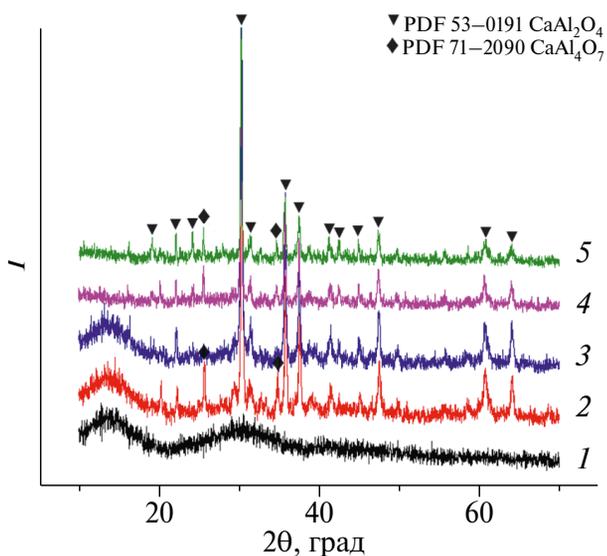


Рис. 3. Дифрактограммы образцов, полученных после термической обработки углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+} при температурах 500 (1), 900 (2), 1000 (3), 1100 (4) и 1250°C (5).

(рис. 2, кривая 5; рис. 3, кривая 2). Согласно СЭМ-изображениям образцов, полученных после термической обработки углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+} при 300 и 500°C (рис. 4), образовалась ячеистая структура ксерогеля, последующий прогрев которой и привел к формированию наноразмерного порошка CaAl_2O_4 (рис. 5, 6).

Термическая обработка углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+} при температуре 900°C, согласно данным РФА (рис. 3, кривая 2), позволяет синтезировать моноклинный CaAl_2O_4 (PDF 53-0191), пр. гр. $P2_1/c$, с примесью следовых количеств CaAl_4O_7 (PDF 71-2090). В табл. 2 приведено сравнение свойств синтезированного CaAl_2O_4 и CaAl_2O_4 из базы PDF (53-0191). Дальнейший прогрев до температуры 1250°C не приводит к изменению фазового состава, однако рефлексы становятся уже, что свидетельствует о совершенствовании структуры CaAl_2O_4 (рис. 3, кривые 3–5)

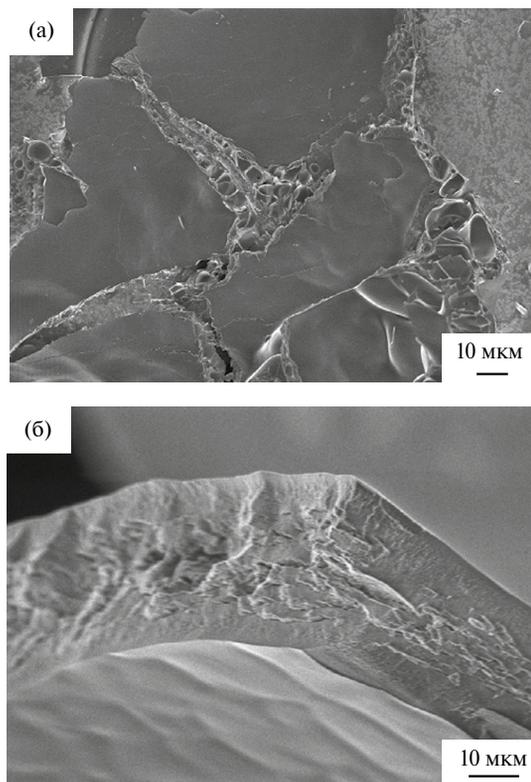
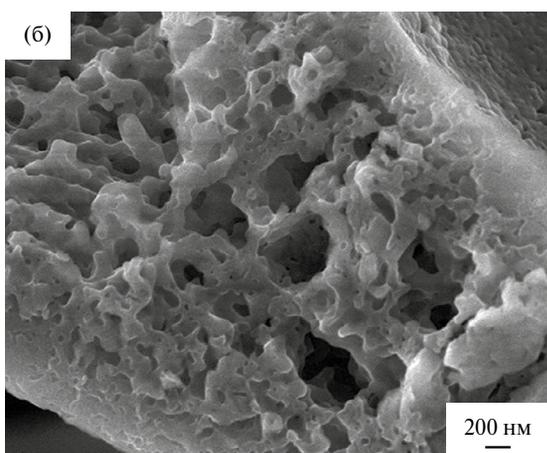
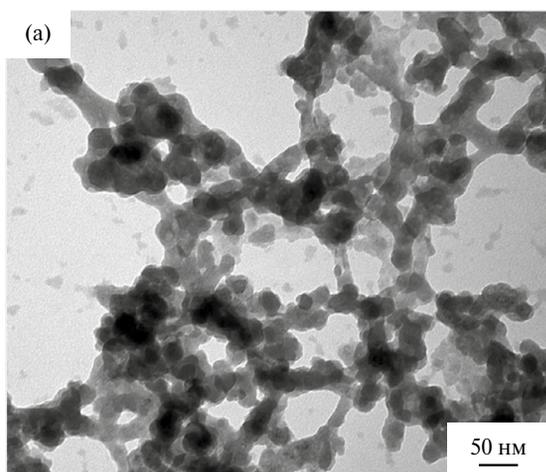


Рис. 4. СЭМ-изображения образца, полученного после термической обработки углеродсодержащего геля Ca^{2+} и Al^{3+} при температурах 300 (а) и 500°C (б).

и находит отражение в ИК-спектрах. В ИК-спектрах (рис. 2, кривые 5, 6, 7) присутствуют полосы при 450, 539, 571, 637, 675, 723, 773 cm^{-1} , соответствующие колебаниям связей $\text{Al}-\text{O}$ и $\text{Ca}-\text{O}$. Увеличение температуры термической обработки от 900 до 1100°C не вызывает смещения полос (рис. 2). Согласно СЭМ- и ПЭМ-изображениям, образец, полученный после термической обработки углеродсодержащего геля Ca^{2+} и Al^{3+} при 900°C (рис. 5), представляет собой агломерированный наноразмерный порошок CaAl_2O_4 с размером частиц в диапазоне 7–42 нм и средним размером 21 нм. Повышение температуры прогрева углеродсодержащего геля Ca^{2+} и Al^{3+} до 1000°C приводит к спеканию агломератов, о чем свидетельствуют изоб-

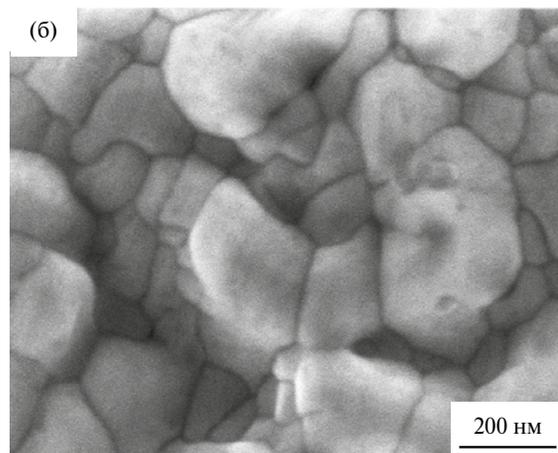
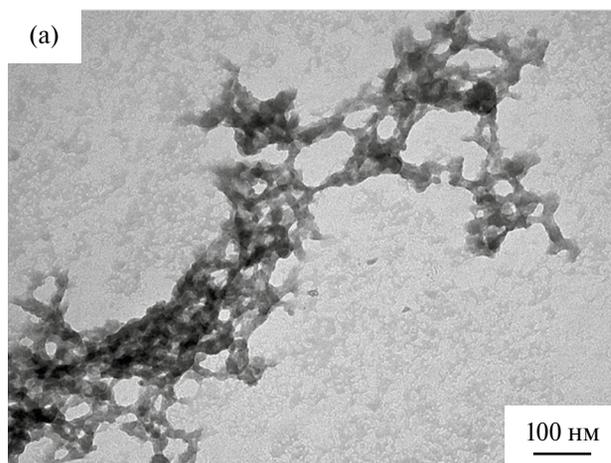
Таблица 2. Характеристика синтезированного наноразмерного порошка CaAl_2O_4

Вещество	Пр. гр.	Сингония	Параметры элементарной ячейки
Полученный CaAl_2O_4	$P2_1/c$	Моноклинная	$a = 0.854 \text{ нм}$ $b = 0.807 \text{ нм}$ $c = 0.151 \text{ нм}$ $\beta = 91.55^\circ$ $V = 104.75 \text{ нм}^3$
PDF 53–0191 CaAl_2O_4	$P2_1/n$	Моноклинная	$a = 0.868691 \text{ нм}$ $b = 0.808357 \text{ нм}$ $c = 0.1519351 \text{ нм}$ $\beta = 90.13^\circ$ $V = 106.69 \text{ нм}^3$

**Рис. 5.** ПЭМ- (а) и СЭМ-изображения (б) образца, полученного после термической обработки углеродсодержащего ксерогеля Ca^{2+} и Al^{3+} при температуре 900°C .

ражения на рис. 6. При этом средний размер отдельных частиц не изменяется.

На рис. 7 представлены результаты исследования люминесценции порошков алюминатов кальция, синтезированных при температурах до 1250°C . При возбуждающем свете 238 нм в спектре люминес-

**Рис. 6.** ПЭМ- (а) и СЭМ-изображения (б) образца, полученного после термической обработки углеродсодержащего ксерогеля Ca^{2+} и Al^{3+} при температуре 1000°C .

ценции (рис. 7а) присутствуют полосы при 424 и 441 нм , соответствующие фиолетовому цвету, при 460 нм — синему цвету, при 485 нм — голубому, при 530 и 542 нм — зеленому. Люминесцентные свойства образцов при длине волны возбуждения 390 нм (рис. 7б) изменяются. При общем снижении интен-

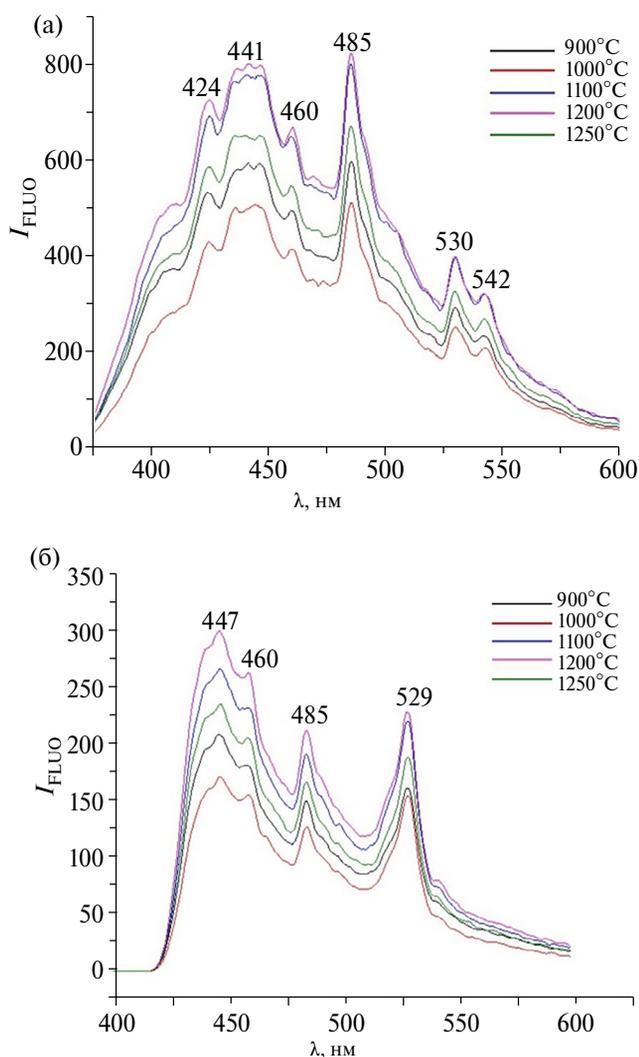


Рис. 7. Спектры люминесценции образцов алюминатов кальция при $\lambda_{\text{exc}} = 238$ (а) и 390 нм (б).

сивности люминесценции полоса при 424 нм исчезает, а полоса при 447 нм становится более узкой, интенсивность полосы при 485 нм относительно уменьшается, а полосы около 530 нм увеличивается, полоса при 542 нм исчезает. Как видно из рис. 7, наиболее интенсивную люминесценцию имеет образец алюмината кальция, полученный после обработки углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+} при температуре 1200°C. Обилие полос люминесценции и их зависимость от возбуждающего света свидетельствуют о сложной дефектной структуре синтезированных алюминатов кальция и влиянии на нее температуры обработки образцов.

На основе полученных в ходе пиролиза углеродсодержащего ксерогеля данных можно представить механизм образования наноразмерных частиц алю-

минатов, стадии которых определяются температурой обработки.

При вспучивании ксерогеля с элементсодержащим аквакомплексом, полученным на основе водного раствора $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ и $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$, формируется реакционное пространство образования оксидных частиц, которое сосредоточено в стенках ячеистой структуры (рис. 4 и 5). Вследствие низкой температуры выгорания углеродсодержащего ксерогеля образующийся оксидный остаток имеет аморфизированную структуру, в которой при повышении температуры происходит зародышеобразование и рост наночастиц оксидной фазы. Однородная толщина стенок ячеистой массы определяет нанодиапазон среднего размера оксидных частиц. Органическая матрица изолирует оксидные частицы и препятствует их спеканию.

Преимущество многостадийной термической обработки насыщенного водного углеродсодержащего раствора соли по сравнению с другими методами синтеза наноразмерных оксидов заключается в возможности синтеза частиц при пониженной температуре с разным уровнем разупорядочения дефектной структуры, влияющей на свойства и реакционную способность оксидного порошка.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработан способ низкотемпературного синтеза наноразмерного алюмината кальция, который заключается в последовательных золь-гель и термической обработках. Установлено, что мольное соотношение $\text{CaO} : \text{Al}_2\text{O}_3 = 1 : 2$ позволяет синтезировать CaAl_2O_4 (PDF 53–0191) со средним размером частиц 21 нм, насыпной плотностью 0.015 г/см³ и примесью CaAl_4O_7 (PDF 71–2090) в следовых количествах. Обнаружено, что наиболее интенсивная люминесценция проявляется в образце алюмината кальция, образующегося при сжигании углеродсодержащего ксерогеля на основе нитратов Ca^{2+} и Al^{3+} при температуре 1200°C. На основе полученных экспериментальных данных предложен механизм образования наноразмерных частиц алюминатов.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Исследования методом РФА выполнены на оборудовании ЦКП ФМИ ИОНХ РАН; для проведения СЭМ использовали оборудование Учебно-методического центра литографии и микроскопии МГУ им. М.В. Ломоносова.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 22-19-00110).

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Zawrah M., Khalil N.* // *Ceram. Int.* 2007. V. 33. P. 1419. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2006.04.022>
2. *Kozerozhets I.V., Avdeeva V.V., Buzanov G.A. et al.* // *Inorganics.* 2022. V. 10. № 212. P. 212. <https://doi.org/10.3390/inorganics10110212>
3. *Bai J., Liu J., Li C. et al.* // *Adv. Powder. Technol.* 2011. V. 22. P. 72. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2010.03.013>
4. *Ying S., Guan Z., Ofoegbu P.C. et al.* // *Environ. Technol. InnoV.* 2022. V. 26. P. 102336. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2022.102336>
5. *Pourgolmohammad B., Masoudpanah S.M., Aboutalebi M.R.* // *Ceram. Int.* 2017. V. 43. P. 3797. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.12.027>
6. *Fang L.* // *Int. J. Electrochem. Sci.* 2017. V. 12. P. 218. <https://doi.org/10.20964/2017.01.07>
7. *Mu X., Chen Y., Edward Lester E. et al.* // *Microporous Mesoporous Mater.* 2018. V. 270. P. 249. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2018.05.027>
8. *Hussain S.K., Yu J.S.* // *J. Lumin.* 2017. V. 183. P. 39. <https://doi.org/10.1016/j.jlum.2016.11.003>
9. *Singh D., Sheoran S., Tanwar V.* // *Adv. Mater. Lett.* 2017. V. 8. P. 656. <https://doi.org/10.5185/amlett.2017.7011>
10. *Pollmann H.* // *Rev. Mineral. Geochem.* 2012. V. 74. P. 1. <https://doi.org/10.2138/rmg.2012.74.1>
11. *Kozlova L.O., Ioni Yu.V., Son A.G. et al.* // *Russ. J. Inorg. Chem.* 2023. V. 68. P. 1744. <https://doi.org/10.1134/S0036023623602374>
12. *Tian Y., Pan X., Yu H. et al.* // *J. Alloys Compd.* 2016. V. 670. P. 96. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.02.059>
13. *Emmett M.* // *Dial. Transplant.* 2006. V. 35. P. 284. <https://doi.org/10.1002/dat.20018>
14. *Aitasalo T., Durygin A., Hölsä J. et al.* // *J. Alloys Compd.* 2004. V. 380. P. 4. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.03.007>
15. *Gülğün M., Popoola O., Waltraud M. et al.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 1997. V. 77. P. 531. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1994.tb07026.x>
16. *Yu H., Pan X., Wang B. et al.* // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 2012. V. 22. P. 3108. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(11\)61578-1](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(11)61578-1)
17. *Zhang D., Pan X., Yu H. et al.* // *J. Mater. Sci. Technol.* 2015. V. 31. P. 1244. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2015.10.012>
18. *Fujii K., Kondo W., Ueno H. et al.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 1986. V. 69. P. 361. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1986.tb04748.x>
19. *Edmonds R., Majumdar A.* // *Cem. Concr. Res.* 1988. V. 18. P. 311. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(88\)90015-4](https://doi.org/10.1016/0008-8846(88)90015-4)
20. *Chen G.* // *J. Alloys Compd.* 2006. V. 416. P. 279. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.08.059>
21. *Iftekhhar S., Grins J., Svensson G. et al.* // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2008. V. 28. P. 747. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.08.012>
22. *Ridwan I., Asmi D.* // *AIP Conf. Proc.* 2008. V. 989. P. 180. <https://doi.org/10.1063/1.2906060>
23. *Mohamed B., Sharp J.* // *Thermochim. Acta.* 2002. V. 388. P. 105. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(02\)00035-7](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(02)00035-7)
24. *Jerebtsov D., Mikhailov G.* // *Ceram. Int.* 2001. V. 27. P. 25. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(00\)00037-7](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(00)00037-7)
25. *Kozerozhets I.V., Panasyuk G.P., Semenov E.A. et al.* // *Powder Technol.* 2023. V. 413. P. 118030. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2022.118030>
26. *Escribano P., Marchal M., Sanjuán L. et al.* // *J. Solid State Chem.* 2005. V. 178. P. 1978. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2005.04.001>
27. *Stephan D., Wilhelm P.* // *Z. Anorg. Allg. Chem.* 2004. V. 630. P. 1477. <https://doi.org/10.1002/zaac.200400090>
28. *Kozerozhets I.V., Panasyuk G.P., Semenov E.A. et al.* // *Ceram. Int.* 2022. V. 48. P. 7522. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.11.296>
29. *Ranjbar A., Rezaei M.* // *Adv. Powder. Technol.* 2014. V. 25. P. 467. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2013.07.011>
30. *Kingsley J.J., Patil K.C.* // *Mater. Lett.* 1988. V. 6. P. 427. [https://doi.org/10.1016/0167-577x\(88\)90045-6](https://doi.org/10.1016/0167-577x(88)90045-6)
31. *Goswami B., Ranil N., Ahlawat R.* // *J. Mountain Res.* 2021. V. 16. P. 53. <https://doi.org/10.51220/jmr.v16i2.8>
32. *Goswami B., Rani N., Jangra N. et al.* // *J. Nanopart. Res.* 2023. V. 25. P. 72. <https://doi.org/10.1007/s11051-023-05718-1>
33. *Kozerozhets I.V., Semenov E.A., Kozlova L.O. et al.* // *Mater. Chem. Phys.* 2023. V. 309. P. 128387. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.128387>
34. *Norton A.M., Nguyen H., Xiao N.L. et al.* // *RSC Adv.* 2018. V. 8. P. 17101. <https://doi.org/10.1039/c8ra03088j>

LOW-TEMPERATURE SYNTHESIS OF HIGHLY DISPERSED CALCIUM ALUMINATE

L. O. Kozlova^{a, *}, I. L. Voroshilov^a, Yu. V. Ioni^a, A. G. Son^a, A. S. Popova^a, and I. V. Kozerozhets^a

^a*Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry, Russian Academy of Sciences, Moscow, 119991 Russia*

**e-mail: kozllova167@gmail.com*

A new approach to prepare highly dispersed calcium aluminate at temperatures from 900°C with desired properties (bulk density starting from 0.015 g/cm³, particle size falling in the range of 7–42 described, which consists of step-by-step heat treatment of a concentrated aqueous solution of Al(NO₃)₃, Ca(NO₃)₂, and C₆H₈O₇ in the molar ratio CaO : Al₂O₃ = 1 : 2. The main stages of the synthesis X-ray powder diffraction, IR spectroscopy, as well as scanning and transmission electron microscopies. dispersed calcium aluminate obtained using the developed approach has pronounced luminescent

Keywords: sol-gel method, heat treatment, specified properties