

УДК.54.057

Синтез и характеристика порошков иттрий-алюминиевого граната

Чжан Хунъюань

Научный руководитель: к.т.н., А.Э. Илела

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: ch05@tpu.ru**Synthesis and characterization of yttrium-aluminum garnet powders**

Zhang Hongyuan

Scientific Supervisor: Ph.D., A.E. Ilela,

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: ch05@tpu.ru

Abstract. *The hybrid method provides various advantages in producing products that match the required YAG characteristics. The nanopowder produced by filtration, microwave synthesis and spray drying method has different particle sizes and strong properties. The spray method has a large specific surface area (Ssa) to the filtration and microwave methods. The calculated coherent scattering area show that nanopowders obtained by nanospray drying have a crystallization size of about 16.36 nm and produce products with a high level of purity.*

Key words: *nanospray dryer, microwave synthesis, nanopowders, YAG.*

Введение

Иттрий-алюминиевый гранат (YAG) обладает превосходными физическими, химическими, термическими, механическими и оптическими свойствами. Он используется в качестве активных элементов твердотельных лазеров ближнего и среднего ИК-диапазонов, сцинтилляторов и белых светоизлучающих диодов [1].

Важным аспектом процесса изготовления является синтез порошков с характеристиками, удовлетворяющими ряду требований: ограничение по размеру, сферическая форма частиц, монодисперсность, отсутствие жестких агломератов, однородность химического состава и чистота [2, 3]. Различными авторами разработаны влажные химические методы синтеза чистого YAG, например, с помощью традиционного метода Чохральского и твердотельной реакции из соответствующих порошкообразных оксидов. Однако они, как правило, технически сложны, дороги, требуют высоких температур обжига и продолжительной выдержки [4, 5].

Для решения этой проблемы в настоящее время разрабатывается несколько гибридных методов, а именно сочетание химических и физических методов, например, лазерное испарение, СВЧ-синтез, пиролиз и т.д. В настоящей работе мы использовали различные по аппаратурному исполнению и стоимости методики выделения порошков иттрий-алюминиевого граната из суспензий.

Целью данной работы было изучить морфологию и фазовый состав композиционных порошков оксидов алюминия и иттрия, выделенных их суспензий различными способами. фильтрацией, нанораспылительной сушкой и СВЧ-сушкой.

Экспериментальная часть

В работе использовали 0,5 М растворы нитратов алюминия и иттрия ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ и $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Растворы смешивали в соотношении $[\text{Al}^{3+}]:[\text{Y}^{3+}] = 50:30$. Затем готовили из них суспензии методом обратного осаждения с использованием NH_4OH . Полученные частицы выделяли из суспензий методами фильтрации, нанораспылительной сушки (Nanospray Drying В-90) и СВЧ-сушки.

Измерение удельной поверхности проводили на специальной установке «БЭТ-анализатор МЕТА СОРБИ-М». Для анализа РФА был использован рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD-7000. Для получения данных о морфологии порошков использовали растровую электронную микроскопию (РЭМ) JEOL JSM-7500FA. Размер частиц определяли методом лазерной дифракции (Shimadzu SALD-7101).

Результаты

На рис. 1 приведено сравнение объемов порошков одинаковой массы, полученных разными методами: нанораспылительной сушкой (НРС), фильтрацией (Ф) и СВЧ-сушкой до термообработки. Видно, что больший объем занимает порошок, полученный методом НРС, а меньший – СВЧ-сушкой. Соответственно, в этой же последовательности следует ожидать изменения удельной поверхности и размера частиц.

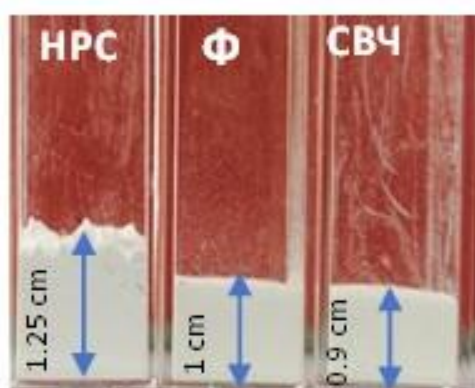


Рис. 1. Фото порошков $Al_2O_3-Y_2O_3$, выделенных различными способами, $m = 0,64$ г

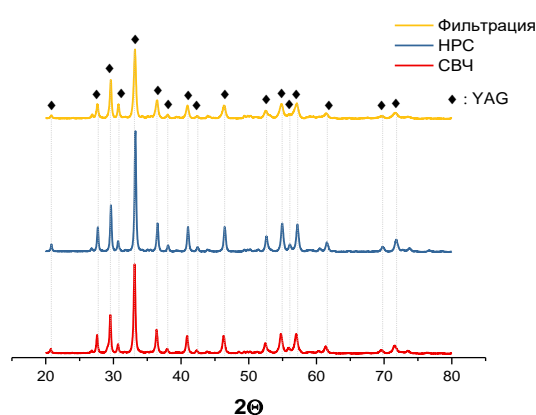


Рис. 2. Дифрактограммы порошков $Al_2O_3-Y_2O_3$, выделенных различными способами после обжига при 1100 °С

Однако данная последовательность меняется после обжига порошков исходя из значений измеренной удельной поверхности (табл.1). Видно, что порошок, полученный НРС, имеет наибольшую удельную поверхность, а порошки выделенные фильтрацией и СВЧ меняются местами. Максимальная удельная поверхность наблюдается для частиц, выделенных фильтрацией. Очевидно, это связано с тем, что при СВЧ-сушке обезвоживание продукта проходит более полно и уже на начальной стадии он имеет более плотную структуру. После обжига при 1100 °С этот эффект нивелируется, порошки кристаллизуются, практически не содержат молекул воды.

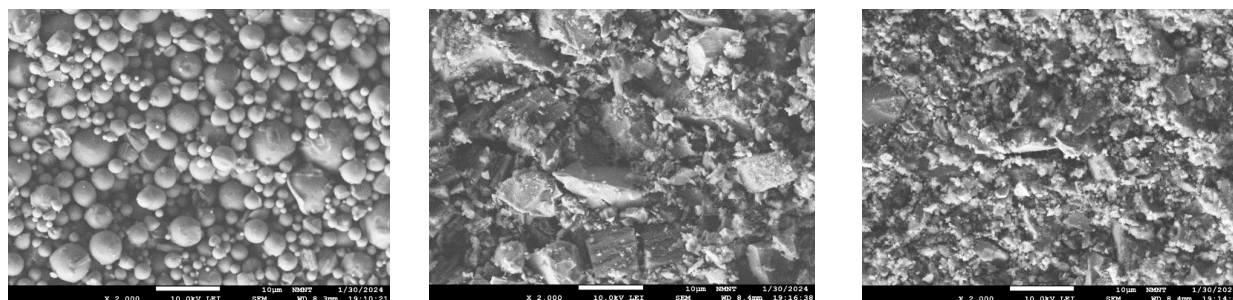
Таблица 1

Результаты БЭТ анализ $Al_2O_3-Y_2O_3$

Метод	$T, ^\circ C$	$S_{уд}, м^2/г$	Фазовый состав, %	ОКР, нм
НРС	1100	12.52 ± 0.04	YAG – 100	16
Ф	1100	9.00 ± 0.02	YAG – 69,3 YAM – 30,7	51 15
СВЧ	1100	11.93 ± 0.03	YAG – 98,8 YAP – 1,2	42 13

При синтезе иттрий-алюминиевого граната в системе присутствуют три тройных соединения: YAG ($Y_3Al_5O_{12}$), YAP ($YAlO_3$) и YAM ($Y_4Al_2O_3$). Две фазы, YAP и YAM возникают как промежуточные при синтезе основной фазы. Из рис. 2 видно, что дифрактограммы порошков, полученные тремя способами имеют отличия. При использовании НРС, порошки после обжига представлены только фазой YAG (табл.1), при выделении СВЧ-сушкой – содержат небольшое количество YAP, а при фильтрации,

помимо YAG, в продукте содержится около 30 % фазы YAM. Очевидно, что это связано с морфологией порошков. Частицы, полученные НРС, имеют меньший размер и все фазовые превращения происходят в данной системе быстрее. Этому же способствует равномерная морфология данных частиц (рис. 3).



НРС

Ф

СВЧ

Рис. 3. РЭМ-изображения порошков $Al_2O_3-Y_2O_3$ после обжига при $1100\text{ }^\circ\text{C}$

Из РЭМ-изображений видно, что частицы полученные НРС, имеют сферическую форму, характерную для данного метода и самый мелкий размер частиц. Частицы, полученные фильтрацией и СВЧ-сушкой, агломерированы, при этом имеют большие значения размеров областей когерентного рассеяния по сравнению с НРС (табл.1).

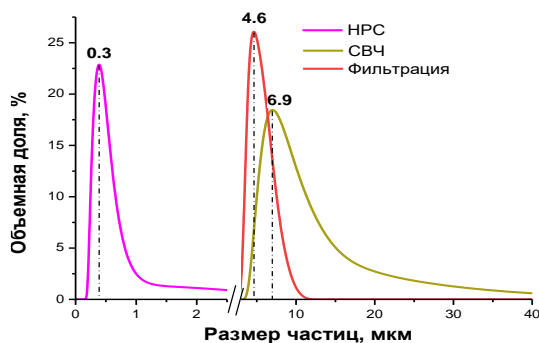


Рис. 4. Размер, частиц, выделенных различными способами, после обжига при $1100\text{ }^\circ\text{C}$

применение при получении оптических материалов. НРС обеспечивает меньший размер частиц и 100 %-е содержание фазы YAG в продукте. Порошки, синтезированные фильтрацией и СВЧ-сушкой требуют дополнительной термообработки.

Для оценки размеров частиц нами был использован метод лазерной дифракции (рис. 4). Все продукты имеют одномодальное распределение частиц по размерам. Видно, что средний размер частиц, полученных НРС составляет 0,3 мкм; для фильтрации он составляет 4,6 мкм, а для СВЧ – 6,9 мкм. При этом последний способ дает более широкое распределение частиц по размерам.

Заключение

В результате работы были получены частицы $Al_2O_3-Y_2O_3$, которые могут найти

Список литературы

1. Grabis J., Jankovica D., Steins I., Patmalnieks A. Preparation of YAG nanoparticles and their characteristic // Materials science forum. – 2010. – Vol. 636–637. – P. 697–702.
2. Пайгин В.Д., Илела А.Э., Валиев Д.Т., Степанов С.А. Синтез порошковых люминофоров Се: YAG методом распылительной сушки // XXII Международная конференция. ХХТ в XXI веке. – 2021. – Т. 2. – С.356–357.
3. Федоров П.П. Синтез лазерной керамики на основе нанодисперсных порошков алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$ // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Приборостроение». – 2012. – С. 28–4.
4. Ikesue A., Aung Y.L. Ceramic laser materials // Nature photonics. – 2008. – Vol. 2, № 12. – P. 721–727.
5. Li, X. X., Zhen B., Odoom-Wubah T. Co-precipitation synthesis and two-step sintering of YAG powders for transparent ceramics // Ceramic International. – 2013. – Vol. 39, № 7. – P. 7983–7988.