

**А.А. Бойко, О.В. Давыдова, А.В. Павленок,  
Е.Н. Подденежный, Н.Е. Дробышевская**

УО «Гомельский государственный технический  
университет имени П.О. Сухого», Гомель, Беларусь

## **ПОЛУЧЕНИЕ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА МЕТОДОМ ГОРЕНИЯ**

### **Введение**

Среди многочисленных применений оксидных люминофоров [1] к настоящему времени выделилась наиболее перспективная и востребованная отрасль светотехники и оптоэлектроники – твердотельное освещение, которая решает глобальную задачу замены содержащих ртуть люминесцентных ламп и экономии энергетических ресурсов. До недавнего времени конструкции белых светодиодов базировались на структуре GaN на сапфире, покрытой компаундом на основе желтого люминофора, излучение которой для глаза воспринимается как белый свет. В качестве желтого люминофора чаще всего используются микрокристаллические порошки иттрий-алюминиевого граната, активированного ионами церия  $Y_3Al_5O_{12}:Ce^{3+}$  (YAG:Ce). Промышленные способы синтеза люминесцирующего порошка граната базируются на энергозатратных реакциях прямого синтеза из соответствующих оксидов, требующих высоких температур спекания (1500–1600 °С) в условиях газовой восстановительной среды [2, 3].

Недавно начались разработки принципиально нового метода синтеза ультрадисперсных оксидных люминофоров высокой степени чистоты, основанного на процессах горения азотнокислых солей в различных органических соединениях (горючих) [4, 5].

В докладе рассмотрен новый метод синтеза ультрадисперсных люминофоров на основе YAG:Ce, базирующийся на процессах горения азотнокислых солей металлов в азотсодержащих органических соединениях.

### **1. Экспериментальная часть**

Методика процесса синтеза легированного YAG для получения люминесцирующего порошка химического состава  $Y_{2,95}Ce_{0,05}Al_5O_{12}$  включает в себя следующие этапы. Взвешивание ингредиентов в следующем соотношении: 23,0 г  $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ , ЧДА, ТУ 6-09-4676-83; 38,0 г  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ , ЧДА, ГОСТ 3757-75; 1,0 г  $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ , ЧДА; ТУ 6-09-4081-84, 21,6 г карбамида –  $CH_4N_2O$ , ЧДА, ГОСТ 6691-77 растворение реагентов в 30,0 мл дистиллированной воды и добавление в смесь 2,4 г гексаметилентетрамина  $(CH_2)_6N_4$  (ЧДА, содержание

аминов 99,9 %, код CAS # 100-97-0). Размешивание раствора до полного растворения сухой массы и помещение полученного раствора в термостойкой выпарительной чаше в термошкаф с температурой 80–100 °С. При помешивании раствор концентрируется до состояния вязкого геля (1,5–2 часа). Далее чаша, закрытая алюминиевой фольгой с отверстиями для выхода газов, ставится в муфельную печь, нагретую до температуры 350 °С. В печи под воздействием быстрого нагрева проходит бурная химическая реакция окисления-восстановления, инициируемая А, температура в зоне реакции повышается до 1200–1250 °С и продукт выдерживается в печи при температуре 650 °С в течение 1 ч. За время выдержки в печи удаляются остаточные молекулы воды, выгорают органические остатки и после остывания из печи извлекается пенообразный губчатый продукт ярко желтого цвета (рисунок 1).

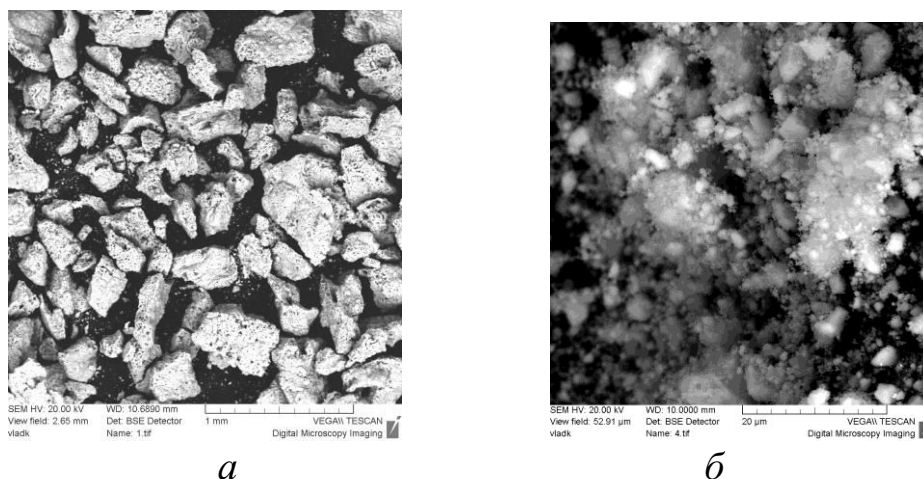
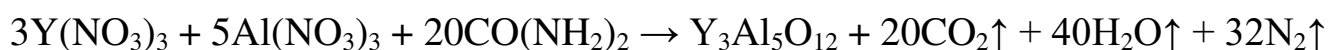


Рисунок 1 – Морфология порошков YAG:Ce, полученных методом горения: а – порошок сразу после синтеза; б – после размолы в планетарной мельнице

Пенообразный продукт легко разрушается до агрегатов и полученные крупные частицы подвергаются размолу в ступке или планетарной мельнице в течение 15 минут.

Суммарная реакция синтеза граната для безводных солей и карбамида в качестве горючего может быть представлена в следующем виде [6]:



Из анализа ИК-спектров порошков, полученных путем горения (рисунок 2) установлено, что в области 3200–3600 см<sup>-1</sup>, соответствующей вибрационным колебаниям групп (O–H), имеются только незначительные пики на 3770 см<sup>-1</sup>, соответствующие остаточным группам OH. Данные анализа РФА-спектров позволили определить вид и размеры нанофазы Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> как основного материала со средним размером частиц 45 нм.

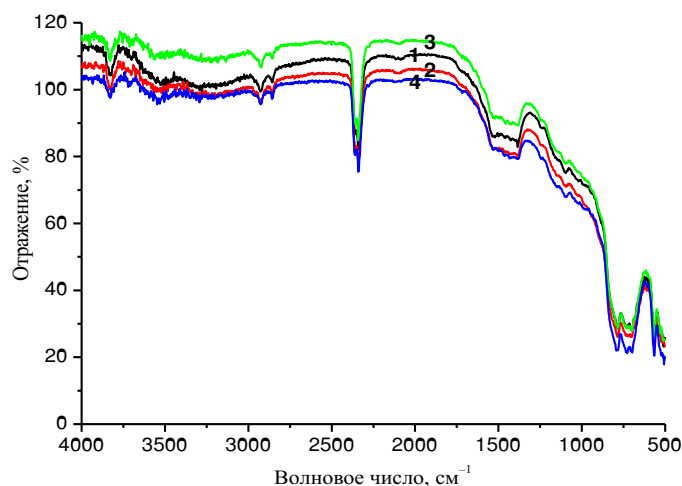


Рисунок 2 – ИК-спектры порошков, полученных методом горения в печи (кривая 1) и прокаленных в течение 1 ч при температурах: 2 – 900 °С, 3 – 1100 °С, 4 – 1200 °С

Спектры люминесценции порошкообразных образцов при  $\lambda_{\text{возб.}} = 450$  нм приведены на рисунке 3.

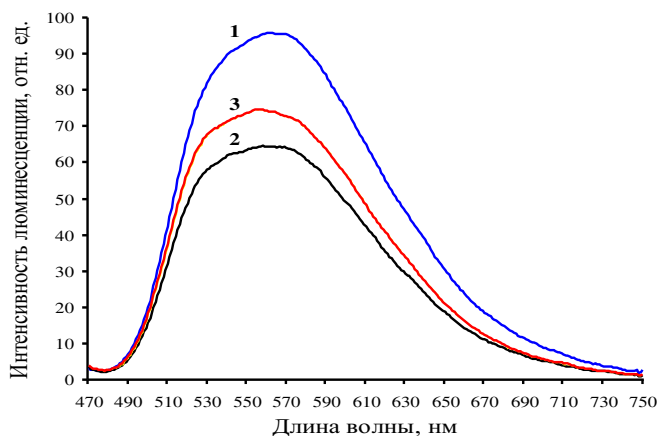


Рисунок 3 – Спектры люминесценции порошкообразных образцов YAG:Ce, полученных методом горения в зависимости от температуры прокаливания

### Заключение

Таким образом, можно констатировать, что порошки на основе YAG:Ce<sup>3+</sup>, синтезированные методом горения при возбуждении синим светом люминесцируют в широкой полосе в диапазоне 470–720 нм с центром на 520 нм (желто-зеленое излучение) и в сочетании со светодиодами или матрицами синего цвета дают белый свет и могут быть использованы в осветительных приборах различного назначения.

### Литература

1. Kitai, A. Luminescent Materials and Applications / A. Kitai // John Wiley & Sons, Ltd, 2008. – 374 p.

2. Particle Size Effect on the Packaging Performance of YAG:Ce Phosphors in White LEDs / S.C. Huang [et al.] // International Journal of Applied Ceramic Technology. – 2009. – Vol. 6. – № 4. – P. 465–469.

3. Jia, D. Synthesis and Characterization of YAG:Ce<sup>3+</sup> LED Nanophosphors / D. Jia [et al.] // Journal of the Electrochemical Society. – 2007. – Vol. 154. – № 1. – P. J1–J4.

4. Mukasyan, A.S. Solution combustion synthesis of nanomaterials / A.S. Mukasyan, P. Epstein, P. Dinka // Proceedings of the Combustion Institute. – 2007. – Vol. 31. – № 2. – P. 1789–1795.

5. Добродей, А.О. Наноструктурированные люминофоры на основе иттрий-алюминиевого граната для дискретных фотолюминесцентных преобразователей светодиодных осветительных приборов / А.О. Добродей, Е.В. Соболев, Е.Н. Подденежный, А.А. Бойко // Перспективные материалы. – 2013. – № 1. – С.19–22.

6. Microwave induced solution combustion synthesis of nano-sized phosphors / Z. Chen [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. – 2009. – Vol. 73. – № 1–2. – P. L13–L16.