

# ОСОБЕННОСТИ ТЕРМОХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА СУБМИКРОННЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДА ИТТРИЯ, АКТИВИРОВАННЫХ ИОНАМИ ЕВРОПИЯ В ОДНОСТАДИЙНОМ ПРОЦЕССЕ

О. В. Давыдова, Н. Е. Дробышевская, А. А. Хорт

*Учреждение образования «Гомельский государственный технический  
университет имени П. О. Сухого», Беларусь*

Научный руководитель Е. Н. Подденежный

**Введение.** Оксидные люминофоры в последнее десятилетие привлекают повышенное внимание ученых и разработчиков оптических и оптоэлектронных приборов различных классов и назначений. Они применяются в качестве элементов подсветки ЖК-дисплеев, в составе твердотельных источников освещения – светодиодных ламп и светильников, в конструкциях плоских автоэмиссионных экранов (Field Emission Display – FED), экранах цветного телевидения высокого разрешения, для маркировки и контроля товаров и продуктов [1]. Особой областью применения наноразмерных оксидных люминофоров является создание люминесцентных меток. Недавно начались разработки принципиально нового метода синтеза ультрадисперсных оксидных люминофоров, основанного на процессе горения [2]. Необходимо отметить,

что существующие варианты требуют, как правило, для получения хорошо люминесцирующих порошков дополнительной стадии прокаливания прекурсоров в различных газовых средах при повышенных температурах (1100–1200 °С). С учетом вышеизложенного разработка новых вариантов энергосберегающих способов синтеза оксидных субмикронных люминофоров имеет важное научное и практическое значение.

**Экспериментальная часть.** В докладе представлен разработанный авторами простой, одностадийный вариант синтеза субмикронного порошка оксида иттрия, активированного ионами европия (красный люминофор) с использованием в качестве комплексного горючего смеси азотсодержащих органических соединений – карбамида и гексаметилентетрамина.

С использованием горючей смеси сложного состава удалось объединить в одном процессе без извлечения промежуточных продуктов этапы инициирования реакции горения, удаление органических примесей, свободной и связанной воды и формирование кристаллической структуры. Особенностью одностадийного процесса является отсутствие операции формирования прекурсора, дробления прекурсора, а кристаллический оксид, активированный ионами РЗЭ, формируется одновременно с реакцией синтеза (рис. 1), причем дополнительные процессы прокаливания осуществляются в печи без извлечения реакционного сосуда. Одностадийным методом были получены ультрадисперсные порошки оксида иттрия, активированные ионами  $\text{Eu}^{3+}$  и солегированные ионами  $\text{Eu}^{3+}$  и  $\text{Bi}^{3+}$ . В схеме одностадийного процесса синтеза при формировании ультрадисперсных порошков оксида иттрия, активированных ионами европия, на стадии упаривания образуются комплексные соединения мочевины с безводными нитратами состава  $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  и  $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ , которые при высокой температуре (около 1200 °С), возникающей в результате процесса горения, разлагаются с образованием соответствующих кристаллических оксидов. Причем ионы европия замещают в узлах решетки оксида иттрия часть ионов Y, способствуя формированию люминесцирующего порошка.

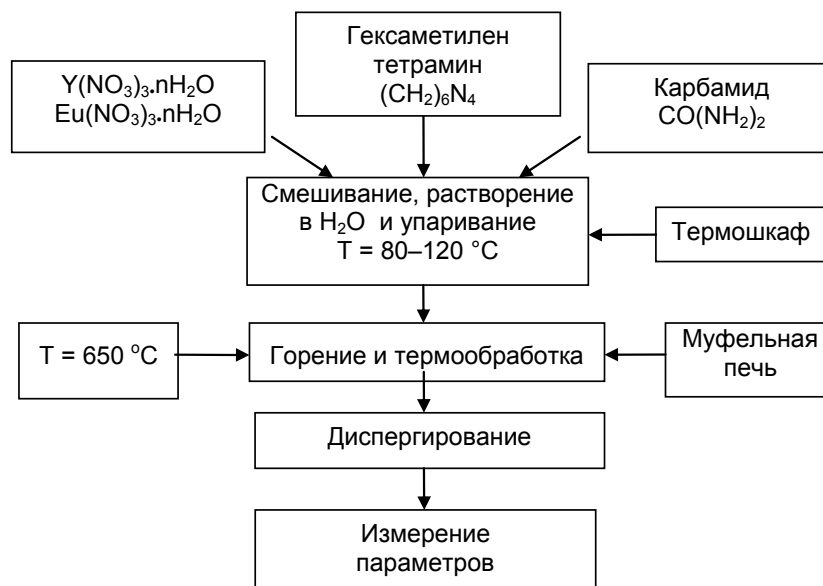
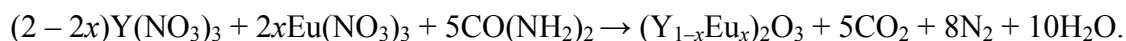


Рис. 1. Схема одностадийного термохимического синтеза оксида иттрия, активированного ионами европия

Суммарная реакция синтеза активированного европием оксида иттрия с использованием карбамида в качестве горючего может быть представлена следующей химической реакцией:



Этапы синтеза люминесцентных порошков следующие: взвешиваем ингредиенты, растворяем в 30,0 мл дистиллированной воды и добавляем в смесь гексаметилентетрамин  $(CH_2)_6N_4$ . Размешиваем раствор до полного растворения сухих ингредиентов. Полученный раствор ставим в термостойкой выпарительной чаше в термощкаф с температурой 80–100 °С и при помешивании концентрируем раствор до состояния вязкого геля (1,5–2 ч). Далее закрываем чашу алюминиевой фольгой, проделываем отверстия для выхода газов и помещаем эту чашу в другую большего диаметра, и ставим в муфельную печь, нагретую до температуры 650 °С. В печи под воздействием быстрого нагрева формируется пенообразный пористый продукт белого цвета (рис. 2).

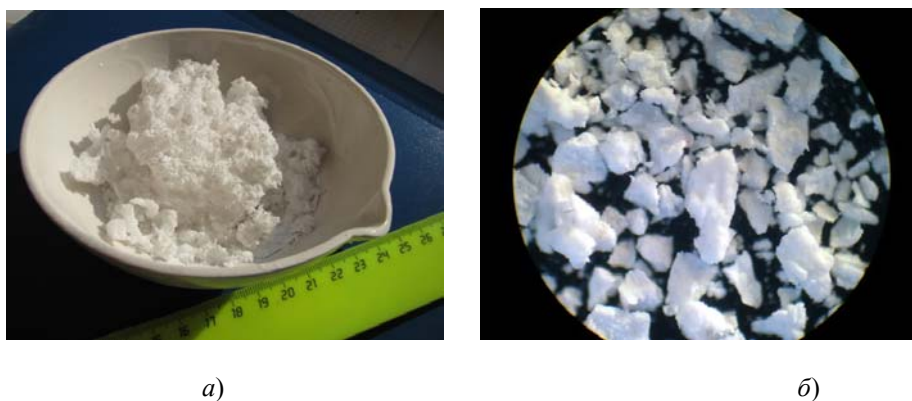


Рис. 2. Продукт одностадийного термохимического синтеза оксида иттрия: а – в чашке после извлечения из печи; б – микрофотография агломератов

Экспериментально установлено, что в процессе формирования оксида иттрия методом горения в одностадийном процессе применение в качестве горючего таких органических соединений как карбамид, смесь карбамида и ГМТА приводит к образованию агломерированных порошков (агломераты 10–100 мкм) с удельной поверхностью  $S_{уд} = 7,7–12,8 \text{ м}^2/\text{г}$ . Причем установлено, что при добавлении к карбамиду ГМТА удельная поверхность порошков приблизительно на 30 % больше, а размер первичных частиц меньше – в первом случае – 0,1 мкм, во втором – 60,1 нм.

Установлено, что с использованием сложного горючего агломераты в результате реакции получают более рыхлые, с большим количеством пустот (рис. 3).

Таким же образом получали субмикронные порошки оксида иттрия, солегирированные ионами европия и висмута ( $Y_2O_3 : Eu^{3+}, Bi^{3+}$ ) путем добавления к исходному раствору навески азотнокислого висмута. Измерения спектров люминесценции показали, что при возбуждении порошков на длине волны 395,5 нм спектр фотолюминесценции порошкообразных образцов  $Y_2O_3 : Eu^{3+}$  и  $Y_2O_3 : Eu^{3+}, Bi^{3+}$  демонстрирует узкую полосу с центром на 611 нм (красная область), а интенсивность люминесценции в значительной степени зависит от температуры прокаливания прекурсора, добавления ГМТА и нитрата висмута.

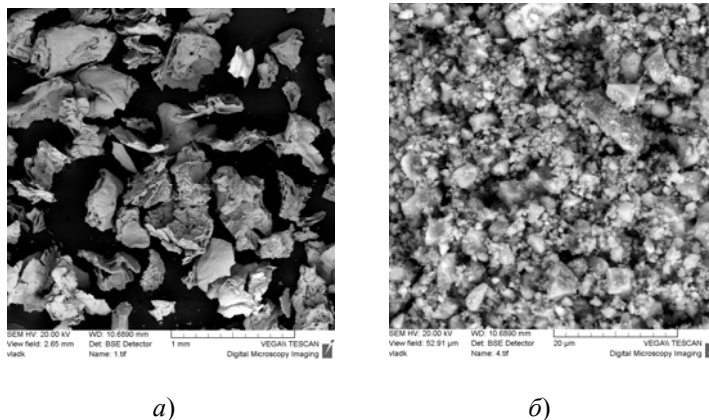


Рис. 3. СЭМ-изображение порошка  $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ , полученного горением в мочеvine после синтеза (а) и размолотый в ступке (б)

**Заключение.** Исходя из вышеизложенного, можно сделать следующие выводы:

1. Разработан новый вариант синтеза субмикронных порошков оксида иттрия, легированного ионами европия и висмута методом горения.
2. Установлено, что в результате реакции получают порошки с большим количеством пустот и размер частиц составляет от 60,0 нм до 0,1 мкм.
3. Измерение спектров фотолюминесценции выявило максимум в красной области спектра при возбуждении на длине волны 395 нм.
4. Полученные порошки могут быть перспективны в качестве добавок в твердотельные фотолюминесцентные преобразователи.

#### Литература

1. Подденежный, Е. Н. Классификация способов получения ультрадисперсных оксидных порошков (обзор) / Е. Н. Подденежный, А. А. Бойко // Вестн. Гомел. гос. техн. ун-та им. П. О. Сухого. – 2003. – № 1. – С. 21–28.
2. Пермин, Д. А. Получение особо чистых нанопорошков оксида иттрия методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза : дис. ... канд. хим. наук : 02.00.01 / Д. А. Пермин. – М., 2011. – 101 л.