

СЕКЦИЯ II МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И ТЕХНОЛОГИИ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ

ТЕРМОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ОКСИДА ИТТРИЯ, АКТИВИРОВАННОГО ЕВРОПИЕМ И ВИСМУТОМ

О. В. Давыдова, Н. Е. Дробышевская, М. Н. Харков

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

Научный руководитель Е. Н. Подденежный

Изучено влияние легирования висмутом на характеристики порошков активированного европием оксида иттрия, полученного методом термохимического синтеза (горения). Установлено, что размеры частиц $Y_2O_3 : Vi, Eu$ находятся в пределах от 62 до 253 нм в зависимости от вида горючего. Показано, что интенсивность люминесценции полученных материалов с добавлением висмута при возбуждении на длине волны $\lambda = 393$ нм, выше на 15–20 %, чем без добавки.

Ключевые слова: оксид иттрия, ультрадисперсные порошки, активирование, ионы европия, добавка висмута, термохимический метод.

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].

Применение люминесцентных материалов на основе ультрадисперсных частиц оксида иттрия Y_2O_3 , легированного ионами лантаноидов, в частности, европием, открывает новые возможности в создании эффективных устройств в приборостроении, фотоэлектронике, оптике [2].

Известно [3], что солегирование $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ ионами висмута повышает интенсивность люминесценции, однако методики получения таких композиционных материалов и влияние добавки висмута на физико-химические и структурные характеристики авторами не приводятся.

Целью настоящей работы является изучение влияния солегирования висмутом на характеристики субмикронных порошков оксида иттрия, активированных европием, полученных методом термохимического синтеза (горения) с использованием азотсодержащих органических соединений в качестве восстановителей.

Для получения люминесцентных субмикронных порошков на основе легированного европием оксида иттрия применяли метод термохимического синтеза (горения) солей $Y(NO_3)_3$ и $Eu(NO_3)_3$ с использованием карбамида или смеси карбамид–гексаметилентетрамин (ГМТА) в качестве горючих (восстановителей). Для синтеза солегированного висмутом оксида иттрия $Y_2O_3 : Eu^{3+}, Vi^{3+}$ в раствор вводили дополнительно азотнокислый висмут в количестве, соответствующем содержанию в люминофоре, равном 0,05 ат. %. Процесс осуществляли при температуре поджига

смеси 350 °С и температуре прокаливания 650 °С (1 час) в муфельной печи в условиях слабо-окислительной среды. В результате получали порошки с удельной поверхностью $S_{уд} = 7,7-12,8 \text{ м}^2/\text{г}$ (метод абсорбции аргона в жидком азоте).

После синтеза агрегированных порошков, полученных в смеси восстановителей (карбамид и ГМТА), проводили их размол в агатовой ступке и далее – прокаливание на воздухе при температурах 900–1200 °С. Средний размер агрегатов в зависимости от состава находился в пределах 50–500 мкм, а диаметр первичных частиц, определяемый методом Шеррера [4] – от 62 до 253 нм (см. таблицу).

Удельная поверхность агрегатов и условный диаметр частиц оксида иттрия с европием и оксида иттрия с висмутом и европием, формируемых методом горения

Температура термической обработки, °С	$\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}$		$\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}, \text{Bi}^{3+}$	
	Удельная поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$	$d_{\text{ср}}$, нм	Удельная поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$	$d_{\text{ср}}$, нм
650	7,7	102	12,6	62
900	8,0	98	12,8	61
1100	5,7	136	3,9	201
1200	4,1	191	3,1	253

На рис. 1 приведены зависимости условного диаметра частиц $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}$ и $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}, \text{Bi}^{3+}$ от температуры прокаливания, полученных при использовании смеси восстановителей. С повышением температуры прокаливания в обоих случаях размеры частиц растут, а введение нитрата висмута в систему при повышении температуры прокаливания от 900 до 1200 °С приводит к полуторному росту частиц $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}, \text{Bi}^{3+}$ по сравнению с $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}$, что связано, скорее всего, с большей поверхностной активностью висмут-содержащих частиц.

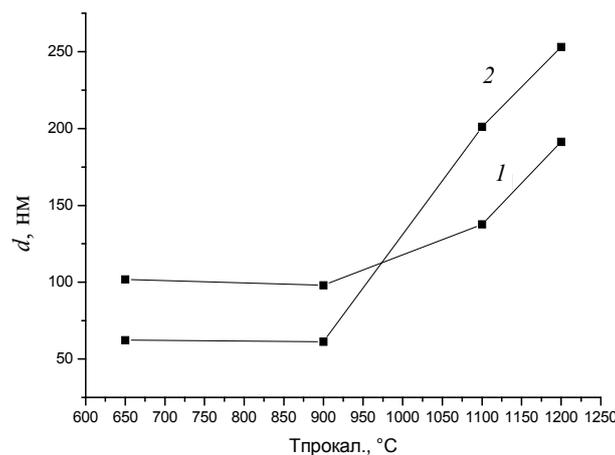


Рис. 1. Условный диаметр частиц в зависимости от температуры прокаливания при синтезе $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}$ (1) и $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Bi}^{3+}, \text{Eu}^{3+}$ (2)

С использованием метода сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) установлено, что с использованием сложного горючего в результате реакции формируются рыхлые порошки с большим количеством пустот, легко диспергируемые вручную в ступке или в шаровой мельнице (рис. 2).

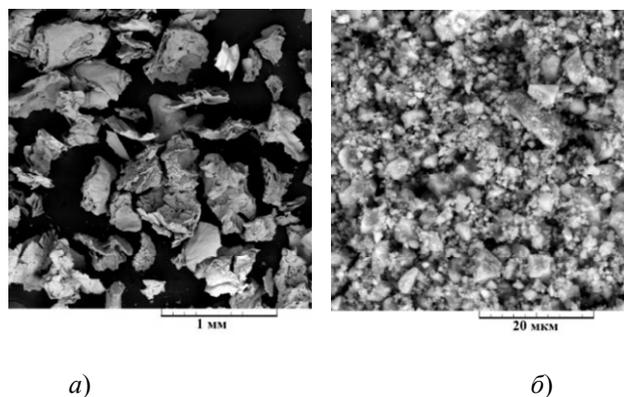


Рис. 2. СЭМ-изображение порошка $Y_2O_3 : Eu^{3+}, Bi^{3+}$, полученного горением в карбамиде и ГМТА после синтеза и прокаливания при $650\text{ }^\circ\text{C}$ (а) и размолотый в ступке (б)

Установлено, что при возбуждении порошков на длине волны $395,5\text{ нм}$ (фиолетовое излучение) спектр фотолюминесценции $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ демонстрирует узкую полосу с центром на 612 нм (красная область), а введение ионов Bi в структуру в качестве соактиватора ведет к увеличению интенсивности люминесценции на $15\text{--}20\%$, при этом расположение линий в спектре не изменяется.

Рентгенофазовый анализ показал наличие в обоих порошках ($Y_2O_3 : Eu^{3+}$ и $Y_2O_3 : Bi^{3+}, Eu^{3+}$, прокаленных при $T = 650\text{ }^\circ\text{C}$), кристаллической монофазы оксида иттрия в соответствии с данными каталога JCPDS–1996. Других фаз в составе полученных образцов не обнаружено, что связано с малой концентрацией ионов европия и висмута в структуре.

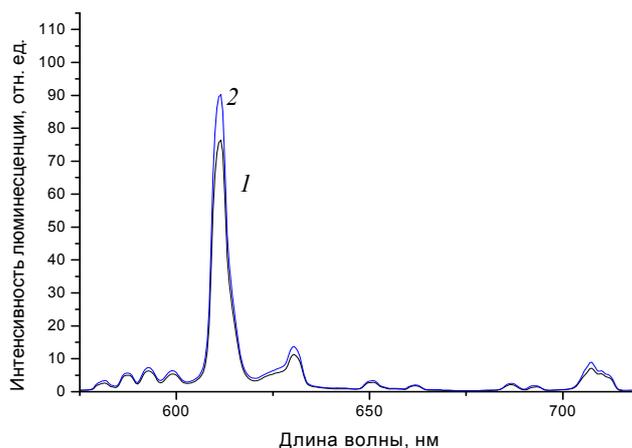


Рис. 3. Спектры люминесценции порошков $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ (1) и $Y_2O_3 : Bi^{3+}, Eu^{3+}$ (2) в зависимости от наличия в решетке оксида ионов висмута при температуре $650\text{ }^\circ\text{C}$

В результате обобщения вышеизложенного можно сделать следующие выводы:

1. Изучен метод получения субмикронных порошков оксида иттрия, активированных европием и солегированных висмутом, в термохимическом процессе с использованием в качестве горючего смеси карбамида и ГМТА.

2. Процесс осуществляли при температуре поджига смеси 350 °С и температуре прокаливании 650 °С (1 час) в муфельной печи в условиях слабо-окислительной среды. В результате получали порошки с удельной поверхностью $S_{уд} = 7,7-12,8 \text{ м}^2/\text{г}$ и диаметром первичных частиц от 62 до 253 нм.

3. Прокаливание порошков после размола при температурах 900–1200 °С вызывает некоторый рост частиц $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}$, а введение нитрата висмута в систему приводит к полуторному увеличению их размеров, что связано с большей поверхностной энергией висмут-содержащих частиц.

4. Установлено, что при возбуждении порошков на длине волны 395,5 нм (фиолетовое излучение) спектр фотолюминесценции $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}^{3+}$ демонстрирует узкую полосу с центром на 612 нм (красная область), а введение ионов Вi в структуру в качестве соактиватора ведет к увеличению интенсивности люминесценции на 15–20 %.

Литература

1. Hitz, Breck. Yb : Y_2O_3 Ceramic Laser Generates 4.2 W / Breck Hitz // Optics Letters. – 2004. – N 6. – P. 1212–1214.
2. Mouzon, J. Synthesis of Yb : Y_2O_3 nanoparticles and fabrication of transparent polycrystalline yttria ceramics / J. Mouzon. – Luleå : Luleå tekniska universitet, 2005. – 126 p.
3. Luminescent properties of $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ synthesized by sol-gel processing / J. Zhang [et al.] // Journal of Materials Processing Technology. – 2002. – Vol. 121, N 2/3. – P. 265–268.
4. Штольц, А. К. Рентгеновский анализ микронапряжений и размера областей когерентного рассеяния в поликристаллических материалах / А. К. Штольц, А. И. Медведев, Л. В. Курбатов. – Екатеринбург, 2005. – Режим доступа: <http://window.edu.ru/resource/729/28729/files/ustu336.pdf>. – Дата доступа: 07.08.20.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА

Е. В. Кузнецова

Учреждение образования «Гродненский государственный университет имени Янки Купалы», Республика Беларусь

Научный руководитель Е. В. Овчинников

Изучены технологические особенности формирования нанодисперсных алмазов детонационного синтеза; показаны этапы извлечения алмаза из шихты; выделены наиболее эффективные способы синтеза нанодисперсных алмазов; отражены факторы, оказывающие влияние параметров синтеза на выход и качество детонационных наноалмазов (ДНА) и алмазной шихты после взрыва; представлены возможные варианты подрыва заряда для получения ДНА.

Ключевые слова: нанотехнологии, углеродные наноматериалы, ультрадисперсные алмазы, алмазосодержащая шихта, синтез.

В настоящее время одним из динамично развивающихся направлений являются углеродные наноматериалы и связанные с ними нанотехнологии. Нанотехнологии в современном мире носят межотраслевой характер, поскольку проникают практически во все сферы деятельности: медицину, биотехнологии, машиностроение, энергетику, электронику и др.