

NANOPROSZKI YAG DOMIESZKOWANE CEREM O WŁAŚCIWOŚCIACH LUMINESCENCYJNYCH

Helena Węglarz¹, Anna Wajler¹, Henryk Tomaszewski¹, Zdzisław Librant¹,
Ryszard Diduszko¹

Przedmiotem prezentowanej pracy były badania procesu wytwarzania proszków granatu itrowo-glinowego domieszkowanego cerem (Ce:YAG) metodą współstrącania i prażenia oraz oznaczenie ich właściwości luminescencyjnych. Badaniom poddano proszki o dwóch poziomach zawartości domieszki aktywnej: 0,2 at.% i 2 at.%. Dla porównania, tą samą metodą wykonano proszki niedomieszkowane. Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, iż współstrącanie azotanów glinu i itru w przypadku częściowego podstawienia kationu itru cerem przebiega inaczej. Prekursor Ce:YAG składa się z trzech faz: $\text{Al}_5(\text{OH})_{13}(\text{CO}_3)\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Y}(\text{OH})_3$ i AlOOH , podczas gdy w przypadku proszku współstrąconego bez domieszki jedyną krystaliczną fazą jest $\text{NH}_4\text{AlY}_{0,6}(\text{CO}_3)_{1,9}(\text{OH})\cdot 0,8\text{H}_2\text{O}$. Odmienne skład prekursorów ma wpływ na przebieg ich rozkładu termicznego. Uzyskanie jednofazowego nanoproszku Ce:YAG jest możliwe dopiero po wygrzaniu prekursora w powietrzu w $1700^\circ\text{C}/2\text{h}$, podczas gdy proszek niedomieszkowany już w temperaturze 1100°C jest jednofazowym YAG. Obniżenie temperatury kalcynacji Ce:YAG można uzyskać stosując wygrzewanie w próżni. Charakterystyki emisyjne badanych proszków zależą od ich składu fazowego. W przypadku obecności faz YAM i YAP obok pików charakterystycznych dla YAG na widmach luminescencji pojawiają się dodatkowe efekty. Widmo luminescencji proszku 2% Ce:YAG wygrzanego w temperaturze 1500°C w próżni jest niemal identyczne z widmem monokryształu Ce:YAG zarówno pod względem położenia maksimum, jak i jego kształtu.

1. WSTĘP

Granat itrowo-glinowy ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, YAG) jest popularnym materiałem stosowanym w optoelektronice. W chwili obecnej wykorzystywane są zarówno monokryształy,

¹ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa,
e-mail: helena.weglarz@itme.edu.pl

jak i polikryształy YAG (w postaci spieczonych ceramik lub proszków). Proces wytwarzania monokryształów YAG jest długotrwały i wymaga stosowania bardzo wysokich temperatur (rzędu 1970°C). Z tego powodu poszukiwane są alternatywne, stosunkowo tańsze metody wytwarzania proszków [1-5] oraz ceramik YAG [6-7]. Ponieważ spiekanie ceramiki jest również procesem wysokotemperaturowym (zazwyczaj w przypadku ceramik YAG temperatury spiekania sięgają 1700°C-1800°C), więc tam gdzie jest to możliwe korzystne jest stosowanie wygrzewanych w znacząco niższych temperaturach proszków. Przykładem zastosowania proszków granatu itrowo-glinowego domieszkowanego cerem (Ce:YAG) są diody emitujące światło w kolorach przedziału widzialnego. Według aktualnego standardu w półprzewodnikowych źródłach emitujących światło białe stosowana są diody GaN lub InGaN naświetlające światłem niebieskim sproszkowany YAG domieszkowany cerem, który w wyniku tego naświetlania emituje światło żółte [1, 2, 7-9]. Literatura podaje liczne próby otrzymywania proszków Ce:YAG za pomocą chemicznych metod otrzymywania proszków, takich jak: metoda zol-żel, piroliza płomieniowa lub współstrącanie [1-3, 5]. Niniejsza praca dotyczy otrzymywania proszków YAG oraz Ce:YAG metodą współstrącania.

2. PROCEDURA EKSPERYMENTALNA

Do otrzymywania proszków granatu itrowo-glinowego oraz granatu itrowo-glinowego domieszkowanego cerem wykorzystano azotany itru, glinu i ceru o czystości 4N oraz kwaśny węglan amonu (AHC) o czystości cz.d.a. W oparciu o prowadzone wcześniej w ITME badania nad otrzymywaniem metodą współstrącania proszków Nd:YAG oraz prace Li et al. [6], roztwory azotanu glinu i itru o stężeniach odpowiednio 0,15 M dla jonów Al^{+3} i 0,09 M dla jonów Y^{+3} i Ce^{+3} oraz 1,5 M dla wodorowęglanu amonu. Ze względu na higroskopijność stosowanych soli azotanowych każdorazowo oznaczano molowość przygotowanych roztworów. Strącanie prowadzono wkrapłając mieszaninę roztworów soli glinu i itru, które podawano pompką perystaltyczną do zlewki z 1,5 M roztworem AHC. Mieszaninę mieszano mieszadłem magnetycznym. Po strącaniu proszki przetrzymywano przez 24 h w temperaturze pokojowej, a następnie trzykrotnie płukano wodą destylowaną przez dekantację. W ostatnim etapie zawiesinę odwirowywano, uzyskany proszek mieszano z alkoholem etylowym (Chempur, 96%, cz.d.a) i ponownie odwirowywano. W końcowym etapie proszek suszono przez 48 h w temperaturze pokojowej, rozcierano w moździerzu agatowym i prażono.

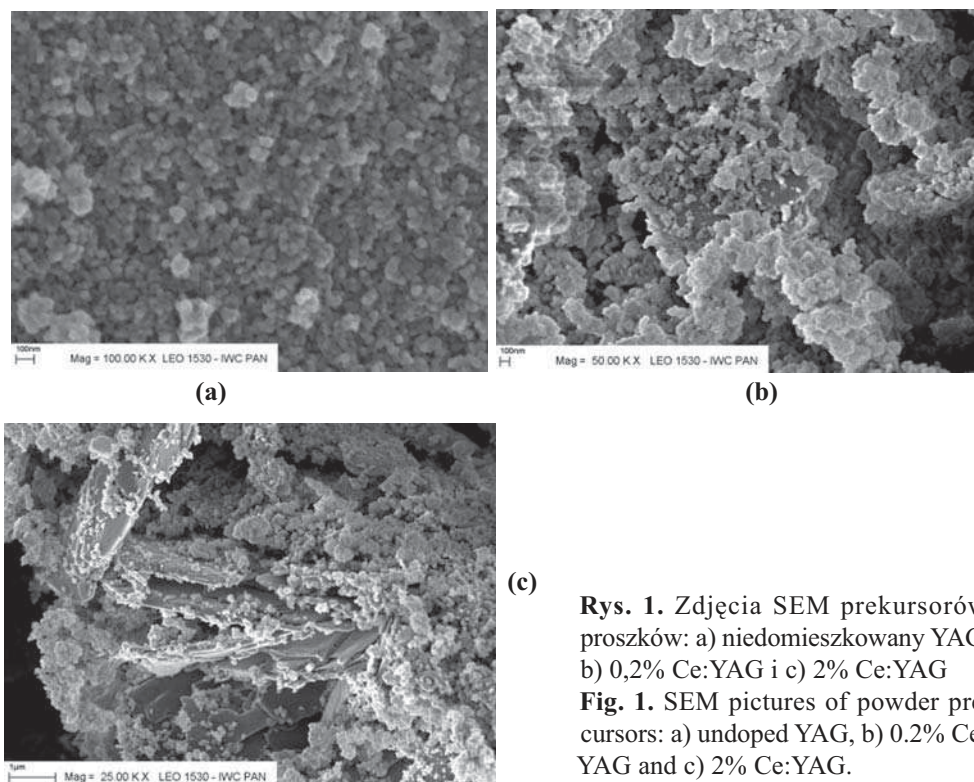
Dla pełnej charakterystyki proszku prekursora wykonano termiczną analizę różnicową DTA i termogravimetryczną TG (SDT 2960, TA), analizę rentgenowską (Siemens D-500) oraz przeprowadzono obserwacje na mikroskopie skaningowym (SEM LEO1530). Opierając się na wynikach DTA i TG kalcynację przeprowadzono w temperaturach od 900°C do 1700°C w elektrycznym piecu oporowym z szybkością

H. Węglarz, A. Wajler, H. Tomaszewski,...

ogrzewania 200°C na godzinę i z dwugodzinnym przetrzymaniem w temperaturze kalcynacji. Dodatkowe wygrzewania proszków przeprowadzono w piecu próżniowym Balzers w temperaturach 1200°C, 1300°C, 1500°C i 1700°C. Kalcynowane proszki poddano badaniom rentgenograficznym (Siemens D-500), oznaczono rozwinięcie powierzchni metodą BET (Nova 1200e, Quantachrome Instruments) oraz wykonano obserwacje mikroskopowe na mikroskopie skaningowym LEO1530. Badania luminescencji proszków wykonano w Instytucie Mikroelektroniki i Optoelektroniki Wydziału Elektroniki i Technik Informatycznych Politechniki Warszawskiej.

3. WYNIKI I ICH DYSKUSJA

Na Rys.1 przedstawiono fotografie SEM prekursorów proszków YAG i Ce:YAG (domieszka 0,2 at.% i 2 at.%). W przypadku proszku bez domieszki widoczne są jedynie drobne (<100 nm), kuliste cząstki. W proszkach domieszkowanych obok cząstek kulistych występują również duże twory o kształcie płytkowym. Różnice w morfologii prekursorów wynikają z ich składu fazowego. W przypadku proszku prekursora bez domieszki jedyną krystaliczną fazą zidentyfikowaną za pomocą

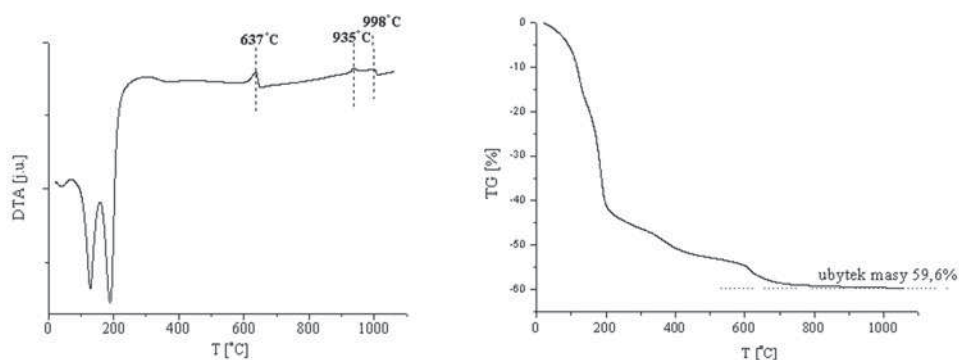


Rys. 1. Zdjęcia SEM prekursorów proszków: a) niedomieszkowany YAG, b) 0,2% Ce:YAG i c) 2% Ce:YAG

Fig. 1. SEM pictures of powder precursors: a) undoped YAG, b) 0.2% Ce:YAG and c) 2% Ce:YAG.

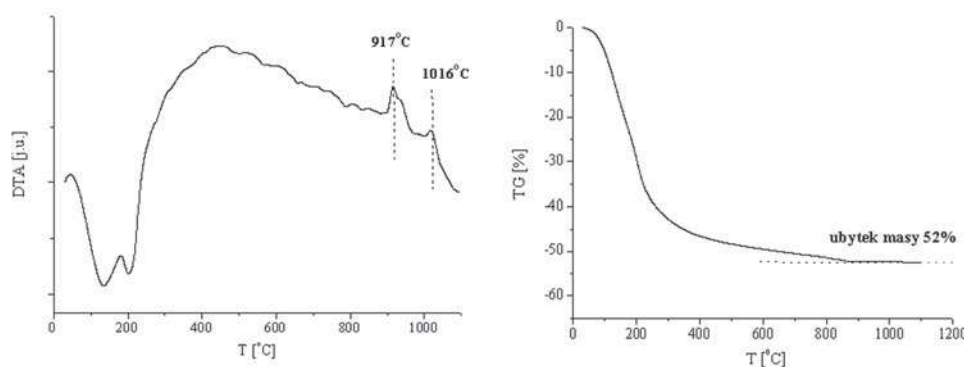
rentgenowskiej analizy fazowej jest $\text{NH}_4\text{AlY}_{0,6}(\text{CO}_3)_{1,9}(\text{OH})\cdot 0,8\text{H}_2\text{O}$. W przypadku proszków współstrąconych z dodatkiem ceru XRD wykazuje obecność trzech faz: $\text{Al}_5(\text{OH})_{13}(\text{CO}_3)\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Y}(\text{OH})_3$ i AlOOH . Widoczne na Rys. 1b i 1c drobne, kuliste ziarna przypuszczalnie odpowiadają $\text{Al}_5(\text{OH})_{13}(\text{CO}_3)\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, a duże płytki związane są z obecnością wodorotlenków glinu i itru.

Odmienny skład prekursorów ma wpływ na przebieg ich rozkładu termicznego. Rys. 2. przedstawia wyniki pomiarów DTA-TG prekursora granatu itrowo-glinowego z 0,2 at.% domieszki Ce. Identyczny przebieg miały krzywe DTA i TG proszku o większym poziomie domieszki. Natomiast znacząco inaczej przebiega krzywa DTA proszku niedomieszkowanego (Rys. 3).



Rys. 2. Różnicowa analiza termiczna (DTA) i termogravimetria (TG) prekursora granatu itrowo-glinowego z 0,2at.% domieszki Ce.

Fig. 2. Plots of the DTA/TG analysis of yttrium-alumina garnet precursor precipitated with 0.2at.% ceria.

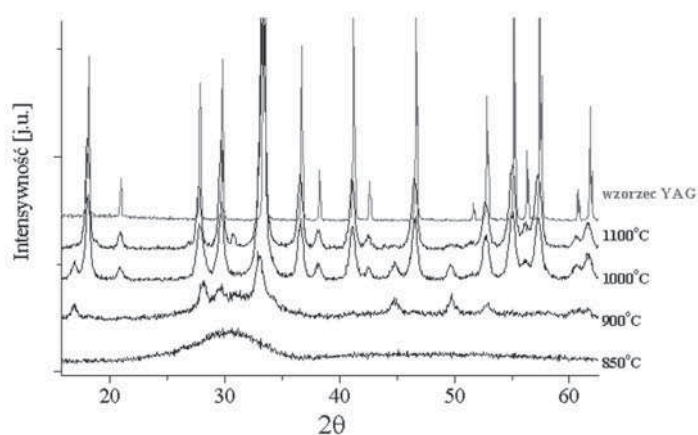


Rys. 3. Różnicowa analiza termiczna (DTA) i termogravimetria (TG) prekursora granatu itrowo-glinowego bez domieszki.

Fig. 3. Plots of the DTA/TG analysis of undoped yttrium-alumina garnet precursor.

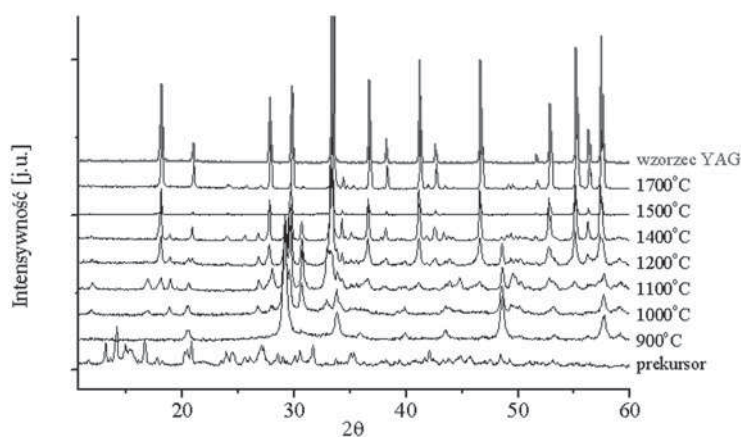
W obu przypadkach na krzywej DTA znajdują się dwa piki endotermiczne. Pierwszy pik endotermiczny w temperaturze $\sim 130^{\circ}\text{C}$ wiąże się z uwolnieniem wody zaabsorbowanej i krystalizacyjnej. Drugi pik, około 200°C , związany jest z rozkładem prekursorów do fazy amorficznej. W przypadku prekursora bez domieszek widoczne są dwa efekty egzotermiczne. Pierwszy z nich, $\sim 917^{\circ}\text{C}$ jest związany z krystalizacją perowskitu YAlO_3 (YAP) a drugi pik egzotermiczny w 1016°C z krystalizacją granatu itrowo-glinowego(YAG). Całkowity ubytek wagi, jak wynika z krzywej TG, wynosi $\sim 52\%$ co jest bliskie teoretycznemu ubytkowi masy dla prekursora ($54,77\%$) o składzie $\text{NH}_4\text{AlY}_{0,6}(\text{CO}_3)_{1,9}(\text{OH})\cdot 0,8\text{H}_2\text{O}$. W przypadku proszku z domieszką ceru występują trzy efekty egzotermiczne $\sim 640^{\circ}\text{C}$, 935°C i 1000°C . Pierwszy z nich, jak wykazały badania XRD opisane w dalszej części artykułu, związany jest z krystalizacją Y_2O_3 . Drugi, podobnie jak w przypadku proszku bez domieszki, można wiązać z krystalizacją YAP. Ostatni efekt, $\sim 1000^{\circ}\text{C}$, związany jest krystalizacją fazy jednoskośnej YAM. W całym zakresie pomiarowym (tj. do 1200°C) nie zaobserwowano piku krystalizacyjnego od fazy YAG, co oznacza, iż krystalizacja tej fazy jest trudniejsza w przypadku prekursora współstrąconego z dodatkiem ceru. Całkowity ubytek masy prekursora z domieszką ceru jest znacznie wyższy niż dla proszku bez dodatku i wyniósł 59% .

Przemiany fazowe proszków prekursorów bez dodatku Ce oraz z $0,2\%$ Ce:YAG i 2% Ce:YAG podczas ogrzewania w powietrzu prezentują Rys. 4-6. Jak wspomniano powyżej prekursor proszku niedomieszkowanego (o składzie $\text{NH}_4\text{AlY}_{0,6}(\text{CO}_3)_{1,9}(\text{OH})\cdot 0,8\text{H}_2\text{O}$) rozkłada się do fazy amorficznej już $\sim 200^{\circ}\text{C}$. Pierwsza faza krystaliczna pojawia się w temperaturze $\sim 900^{\circ}\text{C}$. W tej temperaturze pojawiają się fazy YAG i YAP. Wzrost temperatury kalcynacji powoduje wzrost zawartości fazy YAG i zanik YAP. W temperaturze 1050°C następuje całkowite przejście prekursora w fazę granatu



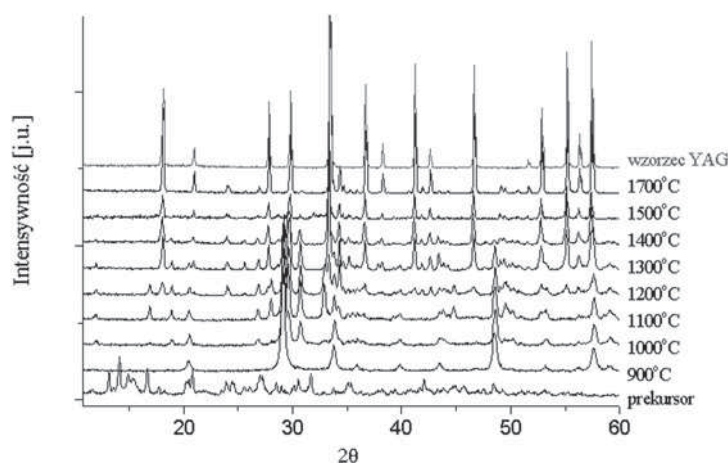
Rys. 4. Zestawienie dyfraktogramów proszku prekursora YAG prażonego w powietrzu w zakresie 850°C - 1100°C

Fig. 4. XRD spectra of YAG precursor powder calcinated in air at 850°C - 1100°C



Rys. 5. Zestawienie dyfraktogramów proszku prekursora 0,2% Ce:YAG prażonego w powietrzu w zakresie 900°C-1700°C.

Fig. 5. XRD spectra of 0.2% Ce:YAG precursor calcinated in air at 900°C-1100°C.



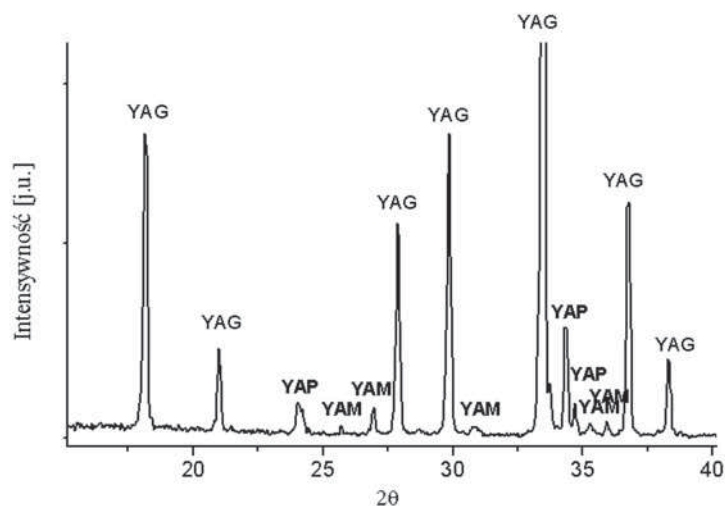
Rys. 6. Zestawienie dyfraktogramów proszku prekursora 2% Ce:YAG prażonego w powietrzu w zakresie 900°C-1700°C

Fig. 6. XRD spectra of 2% Ce:YAG precursor powder calcinated in air at 900°C-1100°C

itrowo-glinowego (YAG), a dalszy wzrost temperatury nie wpływa na zmianę składu fazowego uzyskanego nanoproszku.

Jak wspomniano powyżej, rentgenowska analiza fazowa prekursorów 0,2% Ce:YAG i 2% Ce:YAG wykazała istnienie trzech krystalicznych faz: $\text{Al}_5(\text{OH})_{13}(\text{CO}_3) \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Y}(\text{OH})_3$ i AlOOH . Po ich rozkładzie powstaje faza amorficzna, a pierwszą fazą

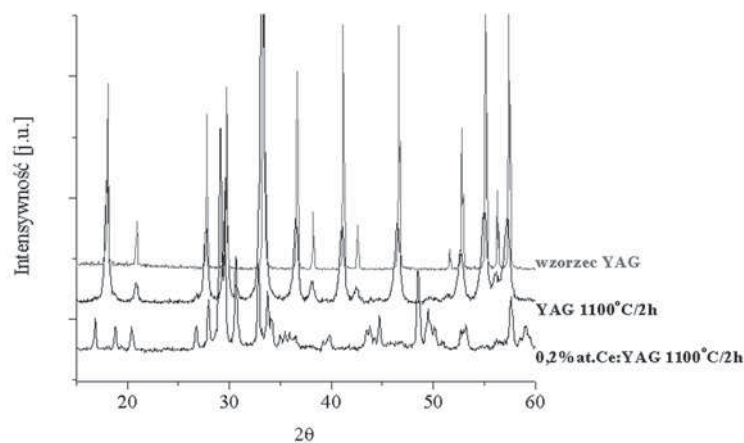
krystaliczną zaobserwowaną w temperaturze 900°C jest roztwór stały na bazie Y_2O_3 . Dalsze ogrzewanie proszku prowadzi do pojawienia się w 1000°C faz YAM i YAP. Faza YAG pojawia się po prażeniu proszku prekursora 0,2% Ce:YAG w 1100°C, a w proszku z większą domieszką ceru (2% at.) w temperaturze 100 stopni wyższej. Faza ta staje się dominującą w 1300°C dla obydwu proszków, jednak resztkowe ilości YAM i YAP (w ilości poniżej 2%) pozostają nawet po wygrzewaniu w 1700°C (powiększenie obrazu dyfrakcyjnego proszku z 2% domieszką Ce w zakresie 2θ równym 15 - 40 stopni przedstawia Rys. 7.). Dla porównania na Rys. 8. przedstawiono dyfraktogramy proszków bez domieszki i z 0,2% at. domieszki ceru wygrzanych w identycznych warunkach (1100°C/2 h). Wynika z niego, że w tej temperaturze w proszku bez domieszki występuje wyłącznie faza YAG, natomiast w proszku z cerem widoczne są nadal refleksy od faz YAM i YAP. Fazy te pozostają w proszku nawet po wygrzaniu w 1700°C (Rys. 7).



Rys. 7. Dyfraktogram proszku 2% Ce:YAG prażonego w powietrzu 1700°C/2h.

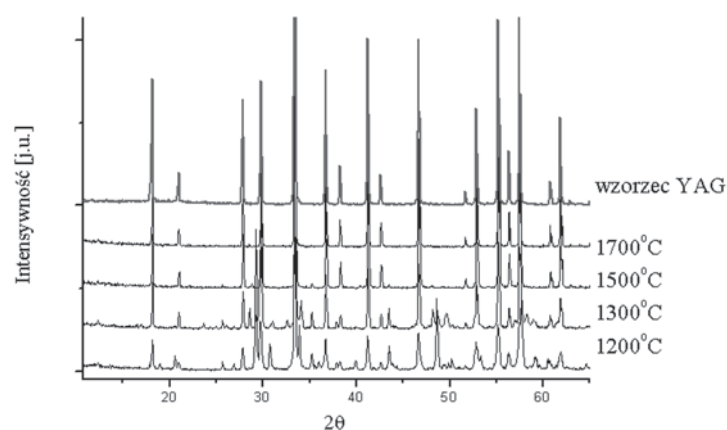
Fig. 7. XRD spectrum of 2% Ce:YAG calcinated at 1700°C/2h.

W podobny sposób przebiegają przemiany fazowe w przypadku proszków wygrzewanych w próżni, jednak temperatura uzyskania jednofazowego proszku Ce:YAG jest znacznie niższa. Już po wygrzaniu w 1500°C/2 h nie są widoczne refleksy nie związane z fazą YAG (Rys. 9).



Rys. 8. Porównanie dyfraktogramów proszków YAG i 0,2% at. Ce:YAG prażonych w temperaturze 1100°C.

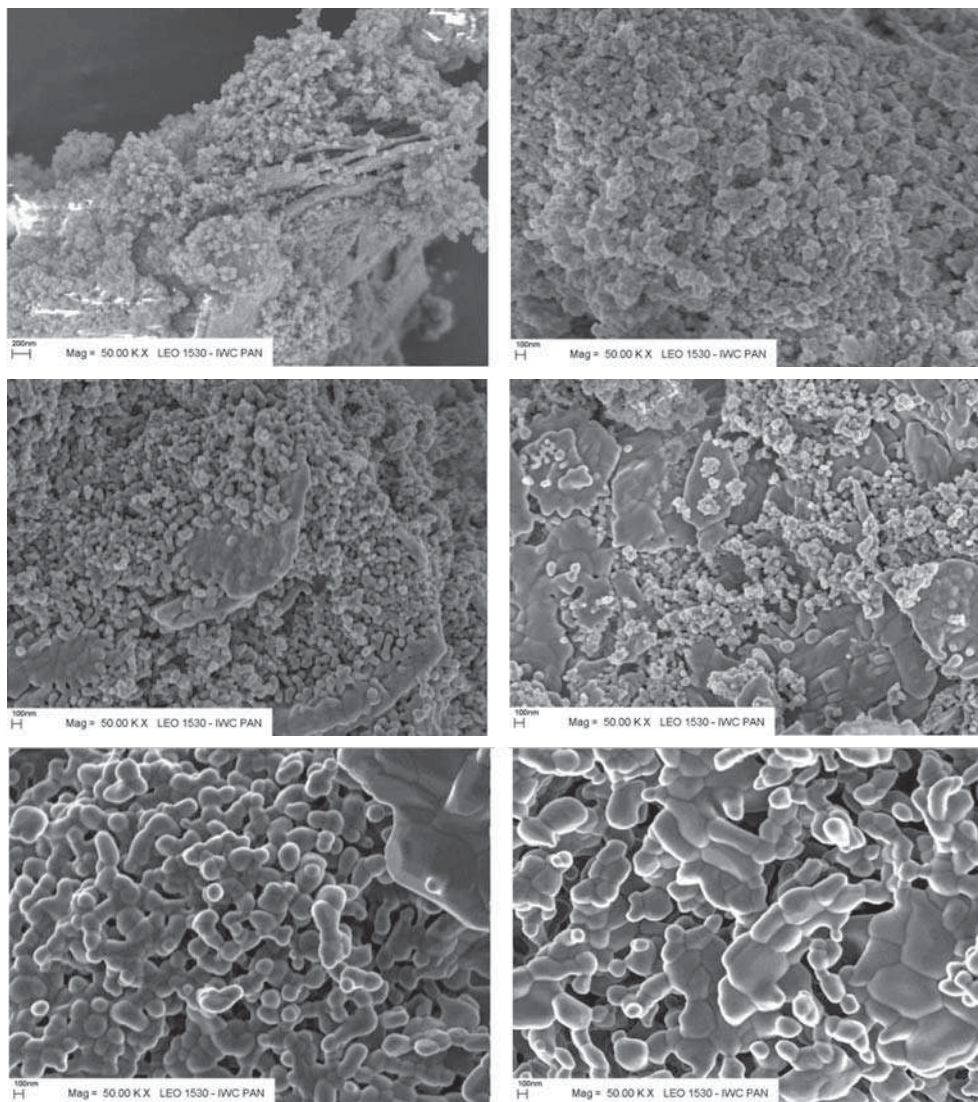
Fig. 8. Comparison of XRD spectra of YAG and 0.2% Ce:YAG precursor calcinated at 1100°C.



Rys. 9. Zestawienie dyfraktogramów proszku prekursora 0,2% Ce:YAG prażonego w próżni w zakresie 1200°C-1700°C.

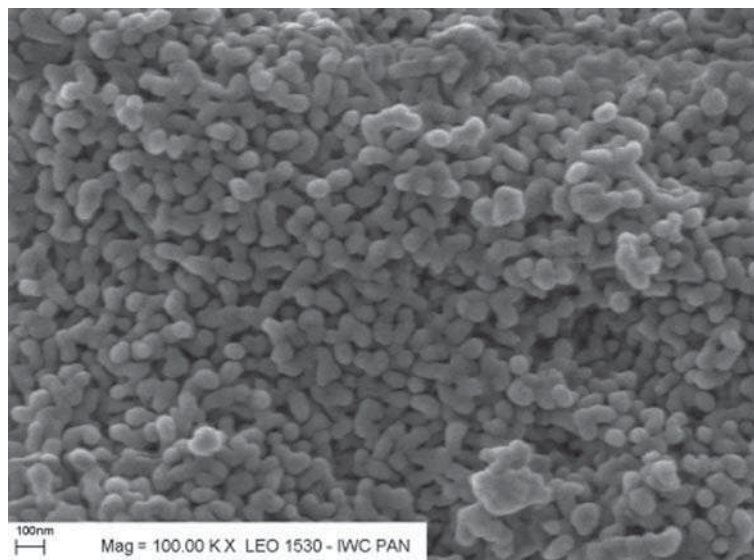
Fig. 9. XRD spectra of 0.2% Ce:YAG precursor calcinated in vacuum at 1200°C-1700°C.

Zmiany morfologii proszków Ce:YAG po prażeniu w temperaturach 1000°C, 1200°C i 1400°C przedstawia Rys. 10. Dla porównania, na Rys. 11 przedstawiono zdjęcia proszku bez domieszki ceru.



Rys. 10. Zdjęcia SEM nanoproszków 0,2% Ce:YAG i 2% Ce:YAG prażonych w 1000°C, 1200°C i 1400°C.

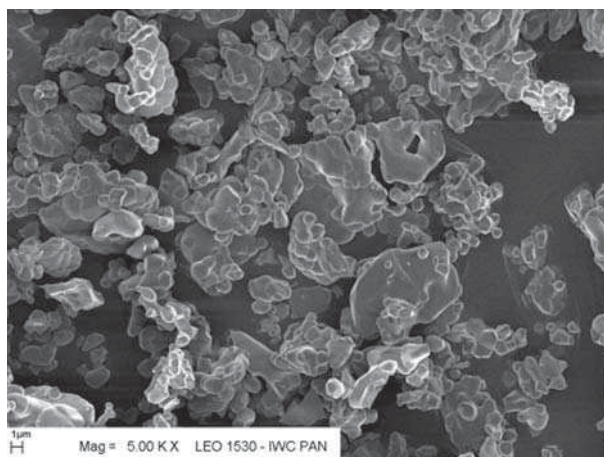
Fig. 10. SEM pictures of 0.2%Ce:YAG i 2% Ce:YAG powders calcinated at 1100°C, 1200°C and 1400°C.



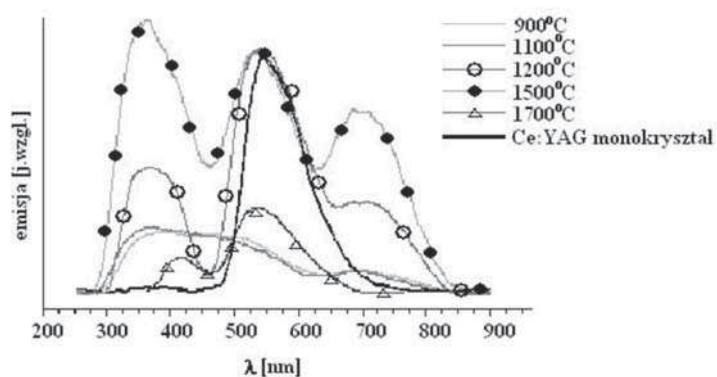
Rys. 11. Zdjęcia SEM nanoproszku YAG prażonego w temperaturze 1100°C.
Fig. 11. SEM picture of YAG nanopowder calcinated at 1100°C.

Jak widać, morfologia proszków kalcynowanych jest odzwierciedleniem wyjściowych kształtów ziaren prekursora. W przypadku proszku bez domieszki sferyczne cząstki prekursora uległy po prażeniu przemianie w kulisty proszek YAG. W proszkach domieszkowanych cerem po prażeniu część ziaren pozostaje dalej w postaci luźno związanych, kulistych cząstek (obserwowanych również w prekursorach), podczas gdy twory płytkowe zachowują swój kształt i pozostają zwarte. Zmiany w morfologii obu proszków domieszkowanych przy zwiększaniu temperatury kalcynacji przebiegają w podobny sposób. Rozmiar ziaren kulistych zwiększa się (od < 100 nm dla 1000°C do ~ 200 nm dla 1400°C) wraz ze zwiększaniem temperatury kalcynacji. Jednocześnie następuje krystalizacja w obrębie cząstek o kształcie płytek. Rozmiar mocno związanych (praktycznie spieczonych) ziaren w temperaturze kalcynacji 1400°C jest rzędu kilkuset nanometrów. Jak wykazały badania SEM rozmiary i kształty cząstek po prażeniu nie zależą od atmosfery procesu prażenia (powietrze, próżnia). Wraz ze wzrostem temperatury kalcynacji uzyskiwane ziarna proszków są coraz większe. Przykładowe zdjęcie proszku kalcynowanego w 1700°C przedstawia Rys. 12. Widoczne są na nim duże (rzędu kilku mikrometrów), silnie zaglomerowane ziarna proszku.

Charakterystyki emisyjne proszków 0,2%Ce:YAG w zależności od temperatury kalcynacji w powietrzu przedstawia Rys. 13. Dla najniższych temperatur kalcynacji (tj. 900°C i 1100°C) praktycznie nie obserwuje się emisji w zakresie charakterystycznym dla Ce:YAG. Jest to zgodne z badaniami rentgenostrukturalnymi, według

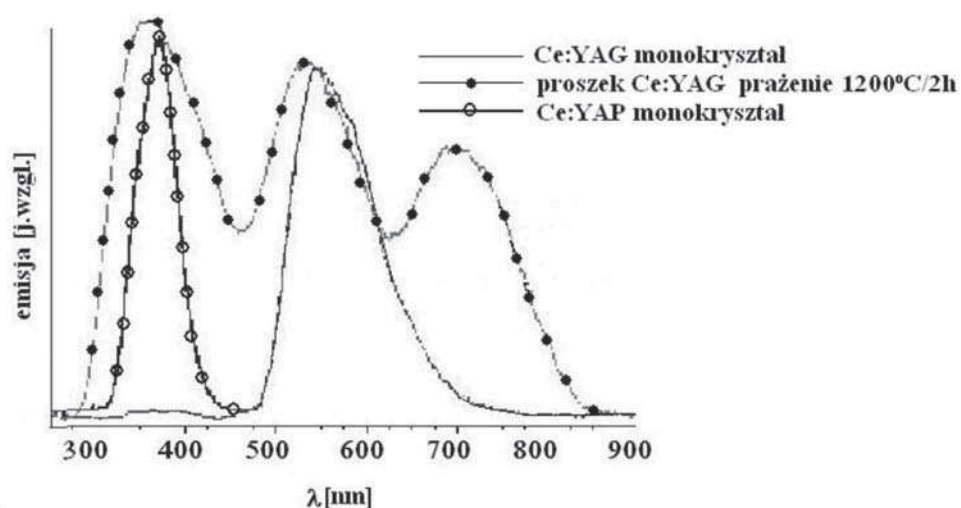


Rys. 12. Zdjęcie SEM proszku 2% Ce:YAG prażonego w powietrzu w 1700°C.
Fig. 12. SEM picture of 2% Ce:YAG powder calcinated in air at 1700°C.



Rys. 13. Charakterystyki emisyjne proszków 2% Ce:YAG przy pobudzeniu długością fali 266 nm w zależności od temperatury syntezy.
Fig. 13. Emission characteristics of 2% Ce:YAG powders excited at 266 nm.

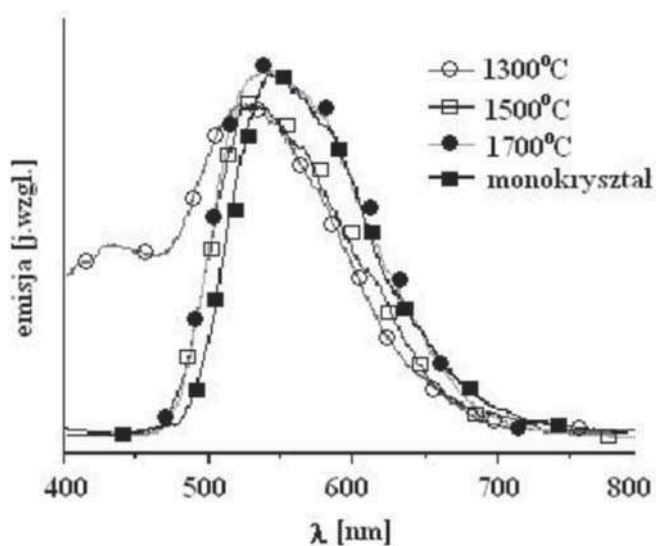
których faza YAG krystalizuje dopiero $\sim 1200^{\circ}\text{C}$. Dla proszku prażonego w tej temperaturze na widmie emisyjnym widoczne są trzy wyraźne piki. Pik ~ 560 nm związany jest z obecnością fazy YAG, natomiast dwa pozostałe efekty przypisać można obecności faz YAM i YAP (Rys. 14). Podwyższenie temperatury kalcynacji powoduje stopniowy zanik efektów związanych z fazami YAM i YAP. Jednak nawet prażenie w 1700°C w powietrzu nie prowadzi do uzyskania widma emisji zbliżonego do monokryształu Ce:YAG.



Rys. 14. Porównanie charakterystyk emisyjnych kryształu Ce:YAG, proszku 2% Ce:YAG prażonego w temperaturze 1200°C oraz monokryształu Ce:YAP.

Fig. 14. Comparison of emission characteristics of Ce:YAG and Ce:YAP monocrystals and 2% Ce:YAG powder calcinated at 1200°C.

Znacznie korzystniejszym od wygrzewania proszków w powietrzu okazało się być wygrzewanie w próżni. Jak wynika z Rys.15 proszek wygrzany w temperaturze 1500°C posiada widmo luminescencji niemal identyczne z widmem monokryształu Ce:YAG, zarówno pod względem położenia maksimum, jak i jego kształtu.



Rys. 15. Charakterystyki emisyjne proszku 2% Ce:YAG wygrzewanego w próżni w temperaturach 1300°C, 1500°C i 1700°C.

Fig. 15. Emission characteristics of 2% Ce:YAG powders calcinated in vacuum at 1300°C, 1500°C and 1700°C.

PODSUMOWANIE

Współstrącanie azotanów glinu i itru kwaśnym węglanem amonu przebiega inaczej niż w przypadku częściowego podstawienia itru cerem. W przypadku proszku prekursora bez domieszki jedyną krystaliczną fazą identyfikowaną za pomocą XRD jest $\text{NH}_4\text{AlY}_{0,6}(\text{CO}_3)_{1,9}(\text{OH})\cdot 0,8\text{H}_2\text{O}$. W przypadku proszków współstrąconych z dodatkiem ceru rentgenowska analiza fazowa wykazuje obecność trzech faz: $\text{Al}_5(\text{OH})_{13}(\text{CO}_3)\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Y}(\text{OH})_3$ i AlOOH . Z racji odmiennego składu fazowego rozkład i przemiany fazowe prekursorów proszku YAG i Ce:YAG uzyskanych w identycznych warunkach współstrącania są znacząco inne. Uzyskanie jednofazowego nanoproszku Ce:YAG (nawet przy bardzo małym udziale domieszki) jest możliwe dopiero po wygrzaniu prekursora w powietrzu 1700°C , podczas gdy dla proszku bez domieszki wystarczającą temperaturą jest już 1100°C . Obniżenie temperatury kalcynacji (z 1700°C do 1500°C) można uzyskać stosując wygrzewanie w próżni. Charakterystyki emisyjne badanych proszków zależą od ich składu fazowego. W przypadku obecności faz YAM i YAP obok pików charakterystycznych dla YAG (w zakresie $\sim 550\text{nm}$) pojawiają się dodatkowe efekty ($\sim 380\text{nm}$ i $>700\text{nm}$). Prażenie nawet w $1700^\circ\text{C}/2\text{ h}$ w powietrzu nie prowadzi do uzyskania widma emisji identycznego z mierzonym dla monokryształu Ce:YAG. Znacznie korzystniejsze od wygrzewania proszków w powietrzu okazało się być wygrzewanie w próżni. Proszek Ce:YAG uzyskany w temperaturze 1500°C posiada widmo luminescencji niemal identyczne z widmem monokryształu Ce:YAG, zarówno pod względem położenia maksimum, jak i jego kształtu.

Praca została sfinansowana przez MNiSW w ramach projektu Nr R08 032 02

LITERATURA

- [1] Zhiping Yanga, Xu Li, Yong Yang, Xingmin Li: The influence of different conditions on the luminescent properties of YAG:Ce phosphor formed by combustion, *J.Lumines.*, 122–123, (2007), 707–709
- [2] Veith M., Matur S., Kareiva A., Jilavi M., Zimmer M., Huch V.: Low temperature synthesis of nanocrystalline $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG) and Ce-doped $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ via different sol-gel methods, *J.Mater.Chem.*, 9, (1999), 3069-3079
- [3] Fu Y. P.: Preparation of $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$:Ce powders by microwave –induced combustion process and their luminescent properties, *J.Alloys Comp.*, 414, (2006), 181-185
- [4] Samuraj K., Guo X.: Mechanical solid–state formation of $\text{Y}_{1-x}\text{Ce}_x\text{AlO}_3$ and its application as an X-ray scintillator, *Mater.Sc.Eng.* A304-306, (2001), 403-407
- [5] Yuan F., Ryu H.: Ce-doped YAG phosphor powders prepared by co-precipitation and heterogeneous precipitation, *Mater.Sc.Eng.* B107, (2004), 14-18

- [6] Li J.G., Ikegami T., Lee J. H., Mori T.: Low temperature fabrication of transparent yttrium aluminium garnet (YAG) ceramics without additives, *J.Amer.Ceram.Soc.*, 83, 4, (2000), 961-963
- [7] Liua X.J., Li H.L, Xie R. J., Hirosaki N., Xu X., Huang L.P: Cerium-doped lutetium aluminum garnet optically transparent ceramics fabricated by a sol-gel combustion process, *J.Mat.Res.* 21, 6, (2006), 1519-1525
- [8] Liu Z., Shimamura K., Nakano K., Fukuda T., Kozeki T., Ohtake H., Sarukura N.: Direct generation of 27-mJ, 309-nm pulses from a $Ce^{3+}:LiLuF_4$ oscillator, *Jap.J.Appl.Phys.* 39, (2000), L-88-L89
- [9] Zhou Y., Lin Y., Yu M., Szubin Wang, Zhang H.: Synthesis-dependent luminescence properties of $Y_3Al_5O_{12}:\text{Re}^{+3}$ (Re=Ce, Sm, Tb) phosphors, *Mat.Lett.*, 56, (2002), 628-636

SUMMARY

CERIA DOPED YAG NANOPOWDERS WITH LUMINESCENT PROPERTIES

The aim of presented work was to study formation processes of ceria-doped yttrium aluminium garnet (Ce:YAG) powders by co-precipitation and calcination. Two levels of active ion doping (0.2 at.% and 2 at.%) were studied. For comparison, undoped YAG precursors powders were prepared using the same preparation route. As found, co-precipitation process of powders doped with ceria follows another path than the powders undoped, which results in another phase composition of powders precursors. XRD shows that Ce:YAG precursor is a mixture of $Al_5(OH)_{13}(CO_3)\cdot 5H_2O$, $Y(OH)_3$ and $AlOOH$ while udoped YAG precursor consists of only one crystalline phase - $NH_4AlY_{0,6}(CO_3)_{1,9}(OH)\cdot 0,8H_2O$. Difference in composition of precursors influence on their thermal decomposition (Fig. 2-3). Single phase YAG powder was obtained by calcination of undoped precursor at 1100°C in air (Fig. 4). For the same result ceria doped precursor had to be annealed to much higher temperature - 1700°C (Fig. 5-6). Single phase Ce:YAG has been obtained for ceria doped powders by annealing in vacuum at 1500°C (Fig. 9). Emission characteristics of powders depends on powders phase compositions. When YAM and YAP phases are detected in powders additional peaks connected with these phases are observed in luminescence spectra (Fig. 13-14). Emission characteristics of 2% Ce:YAG powder annealed in vacuum at 1500°C is almost identical (both, in shape and maximum position) to the observed for Ce:YAG monocystal (Fig. 15).