

# Otrzymywanie i charakterystyka nanoproszków $Y_3Al_5O_{12}$ syntezowanych na drodze reakcji spaleniowej inicjowanej promieniowaniem mikrofalowym

DR INŻ. MAGDALENA GIZOWSKA, MGR INŻ. IZABELA KOBUS, DR INŻ. KRZYSZTOF PERKOWSKI, DR INŻ. MILENA ZALEWSKA, MGR GUSTAW KONOPKA, MGR INŻ. IRENA WITOSŁAWSKA, DR INŻ. MARCIN OSUCHOWSKI, KAROL JAKUBIUK, DR HAB. INŻ. ADAM WITEK, PROF. ICIMB

INSTYTUT CERAMIKI I MATERIAŁÓW BUDOWLANYCH

## Wstęp

Zainteresowanie proszkami ceramicznymi o rozmiarach cząstek od kilku do 100 nm, mimo początkowego dość sceptycznego podejścia wielu grup badawczych, cieszy się niemalejącym zainteresowaniem od kilku dekad. Wynika ono z faktu, że nanocząstki często wykazują odmienne właściwości fizyczne i chemiczne od cząstek o rozmiarach mikrometrycznych. Nanoproszki ceramiczne mogą potencjalnie znaleźć zastosowanie w przemyśle optoelektronicznym, chemicznym, mechanicznym, a także w technologiach związanych z katalizą czy w medycynie jako nośnik zaadsorbowanych leków [1–2].

Jednym z materiałów, który szczególnie zasługuje na uwagę ze względu na szerokie spektrum zastosowań, przede wszystkim w dziedzinie optoelektroniki, jest granat itrowo-glinowy ( $Y_3Al_5O_{12}$ ; YAG). Struktura krystaliczna YAG-u pozwala na wprowadzenie jonów ziem rzadkich optycznie aktywnych ( $Nd^{3+}$ ,  $Yb^{3+}$ ,  $Er^{3+}$  itd.), które mogą lokować się w sieci krystalicznej w węzłach  $Y^{3+}$ .

Nanoproszki stosuje się także do otrzymywania litych materiałów ceramicznych na bazie granatu itrowo-glinowego [3–5], dzięki czemu takie materiały można spiekać w niższej temperaturze niż te wykonane z proszków o średnicy mikrometrycznej. Niższa temperatura spiekania wynika z faktu, że energia powierzchniowa nanocząstek jest wielokrotnie większa niż mikrocząstek. Według literatury [6], transport masy po granicach oraz w objętości ziaren jest odwrotnie proporcjonalny odpowiednio do kwadratu i sześciastu promienia cząstek ceramicznych. Obniżając temperaturę spiekania, zmniejsza się prawdopodobieństwo segregacji domieszkowanych jonów na granicach ziaren [7].

YAG w postaci nanoproszku posiada także potencjał aplikacyjny. Przykładem może być zastosowanie nanoproszków w onkologii. Domieszkowane nanoproszki YAG-u wprowadzone do obszaru objętego chorobą, pod wpływem pobudzenia optycznego emitują promieniowanie, niszcząc komórki rakowe [8].

Dostępne na rynku nanoproszki YAG-u mają nadal bardzo wysoką cenę. Dotyczy to zwłaszcza tych proszków, których czystość pozwala na zastosowanie do celów optycznych. Ponadto, komercyjnie dostępne proszki YAG-u charakteryzują się ograniczonym stężeniem i rodzajem domieszek jonów ziem rzadkich.

Ze względu na rosnące zainteresowanie nanoproszkami ceramicznymi prowadzone są badania nad metodami ich otrzymywania. Oprócz czystości istotną kwestią jest możliwość kontrolowania składu chemicznego nanoproszków (tj. ilości i rodzaju stosowanej domieszki), składu fazowego oraz morfologii.

Spośród metod otrzymywania ceramicznych nanoproszków YAG można wyróżnić: metodę zol-żel (*sol-gel method*), metodę

dr inż. Magdalena Gizowska



Adiunkt w Zakładzie Nanotechnologii ICiMB. Absolwentka Wydziału Chemicznego Politechniki Warszawskiej. Obecnie zajmuje się projektowaniem ceramiki przezroczystej, ceramiki nienienkowej i nanoceramiki.

e-mail: m.gizowska@icimb.pl

## STRESZCZENIE

W pracy przedstawiono wyniki otrzymywania ceramicznego proszku granatu itrowo-glinowego (YAG) metodą spaleniową. W metodzie spaleniowej wykorzystuje się wysokoenergetyczną reakcję pomiędzy azotanami metali, a substancją redukującą. W przedstawionych badaniach jako substancje redukujące zastosowano glicynę i mocznik. Na podstawie danych termodynamicznych oszacowano, że temperatura płomienia powstającego podczas reakcji egzotermicznej będzie wynosić powyżej 1000°C, co powinno zapewnić dobre wykrystalizowanie ziaren YAG.

Wykonano syntezy spaleniowe z użyciem mocznika i glicyny dodawanych w ilościach stechiometrycznych i zanalizowano produkty reakcji. Otrzymany przy obecności glicyny amorficzny półprodukt dopiero po wygrzaniu w temperaturze 1000°C przechodzi w fazę YAG. Tak otrzymany proszek ceramiczny ma postać aglomeratów cząstek o średnicy ok. 50 nm.

Natomiast korzystając z mocznika otrzymano proszek, którego główną fazą jest YAG. Tak otrzymany proszek ceramiczny charakteryzuje się cząstkami o średnicy ok. 100 nm występującymi w postaci aglomeratów o porowatości wewnętrznej.

## SUMMARY

**Fabrication and properties of  $Y_3Al_5O_{12}$  nanopowders obtained by microwave induced solution combustion synthesis**

The paper presents results of combustion method utilization for yttrium aluminum garnet (YAG) ceramic powder fabrication. The combustion method is based on the high energy reaction between the metal nitrates and reducing agent. In this study, glycine and urea were used as the reducing substances. On the basis of the thermodynamic data, the temperature of the flame generated during the exothermic reaction was estimated, at above 1000°C. In this conditions YAG grains should crystallize.

Combustion synthesis was performed using urea and glycine in stoichiometric quantities. After synthesis the reaction products were analyzed. Reaction with glycine lead to an amorphous product which was transformed to YAG phase after annealing at temperature of 1000°C. The obtained ceramic powder occurs in the form of agglomerates of particles having a diameter approx. 50 nm.

In contrast, use of urea gives a powder which main phase is the YAG. The obtained ceramic powder is characterized by particles having a diameter of approx. 100 nm present in the form of agglomerates with internal porosity.

## SŁOWA KLUCZOWE

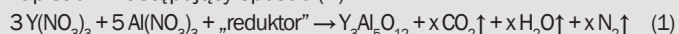
synteza spaleniowa, nanoproszek YAG, SCS inicjowana promieniowaniem mikrofalowym

## KEYWORDS

Solution Combustion Synthesis, YAG nanopowder, microwave induced SCS

współprecipitacji (*coprecipitation*), metodę SP (z ang. *Spray Pyrolysis* – piroliza rozpylonego roztworu soli) oraz SCS (z ang. *Solution Combustion Synthesis* – synteza spaleniowa).

Szczególnie interesująca jest ostatnia z wymienionych metod, ponieważ umożliwia ona otrzymanie nanoproszków YAG-u o wysokiej czystości w stosunkowo krótkim czasie. Podczas reakcji azotany wchodzą w reakcję redox z reduktorem i powstaje tlenek metalu oraz nietoksyczne produkty gazowe. Schematycznie reakcję można zapisać w następujący sposób (1):



Reakcja jest silnie egzotermiczna, a duża ilość wydzielających się produktów gazowych zapewnia „rozproszenie” mieszaniny reakcyjnej i powstanie nanometrycznych cząstek ceramicznych.

Metoda syntezy spaleniowej została po raz pierwszy opisana pod koniec lat 80. ub. wieku [9–10] do otrzymywania tlenku glinu oraz tlenków złożonych na jego bazie:  $MgAl_2O_4$ , YAG,  $t-ZrO_2-Al_2O_3$ ,  $LaAlO_3$  i proszku rubinowego ( $Cr^{3+}:Al_2O_3$ ). Metodą spaleniową udało się otrzymać także inne proszki ceramiczne w tym m.in.: domieszkowany tlenek itru [11], tytanian baru [12], tlenki złożone na materiał katodowy w ogniach paliwowych [13], czy nadprzewodniki tlenkowe [14]. Inicjacja reakcji może być realizowana na kilka sposobów:

- temperaturowo – poprzez wygrzewanie w temperaturze 400–500°C w konwencjonalnym piecu [11],
- mikrofalowo – poprzez podgrzewanie roztworu w reaktorze mikrofalowym lub kuchence mikrofalowej [3],
- płomieniowo, gdzie reakcja azotanów z substancją redukującą towarzyszy pirolizie rozpylanego roztworu w płomieniu [2, 12].

Ważnym aspektem, który trzeba wziąć pod uwagę podczas projektowania procesu, jest dobór reagentów. W zależności od zastosowanej substancji redukującej ilość ciepła i energii wydzielanej podczas reakcji jest inna, a w konsekwencji różny jest stopień stopień przereagowania i wykrywania substratów. W literaturze można znaleźć przykłady stosowania następujących związków [8–15]: karbohydrazyd, L-alanina, mocznik, glicyna i kwas cytrynowy. Balabanov wraz z zespołem [16] do otrzymania tlenku itru metodą spaleniową zsyntezowali sól azotanowo octową itru, która po podgrzaniu do temperatury ok. 400°C ulega zapłonowi w wysokotemperaturowej samorozprzestrzeniającej reakcji redox.

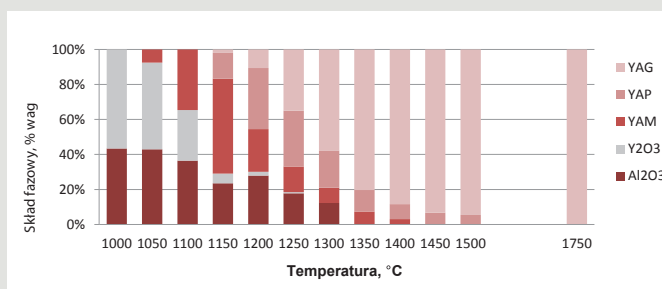
W niniejszej pracy prowadzono badania nad otrzymywaniem nanoproszków granatu itrowo-glinowego metodą spaleniową inicjowaną promieniowaniem mikrofalowym. W metodzie tej wykorzystywana jest wysokoenergetyczna reakcja pomiędzy azotanami metali a substancją redukującą. Grzanie mikrofalowe wybrano ze względu na możliwość jednorodnego ogrzewania środowiska reakcji.

Na rys. 1 przedstawiono wyniki wcześniejszych badań dotyczących syntezy YAG w fazie stałej.

Choć proces syntezy metodą w fazie stałej znacznie się różni od syntezy z roztworu (ze względu m.in. na procesy dyfuzji atomów w sieci krystalicznej), badania przedstawione na rys. 1 dają obraz trwałości poszczególnych faz w funkcji temperatury.

Na podstawie badań składu fazowego fizycznej mieszaniny proszków  $Al_2O_3$  i  $Y_2O_3$  zaobserwowano, że proszki tlenku glinu i itru zaczynają ze sobą reagować już w temperaturze powyżej 1000°C. W tej temperaturze pojawia się jednoskośna faza  $Y_4Al_2O_9$  (YAM). W temperaturze powyżej 1100°C pojawiają się kolejne fazy:  $YAlO_3$  o strukturze rombowej (YAP) i  $Y_3Al_5O_{12}$  o strukturze regularnej (YAG). Wraz z dalszym wzrostem temperatury zanikają fazy YAM i YAP na rzecz fazy regularnej YAG. Już w temperaturze powyżej 1300°C fazy tlenków glinu i itru zanikają. W temperaturze 1450°C fazą dominującą jest YAG, a do temperatury 1750°C następuje całkowita konwersja (Rys. 1).

Reakcja pomiędzy azotanami i substancją redukującą jest silnie



Rys. 1. Analiza rentgenowska (wykonana na tasiemce platynowej) składu fazowego w funkcji temperatury w mieszaninie proszków  $Al_2O_3$  i  $Y_2O_3$  w stosunku molowym 5:3; Analizę rentgenowską w funkcji temperatury wykonano: do temperatury 1500°C w postaci proszkowej, w 1750°C w postaci spieku (badania własne).

egzotermiczna. Wydzielająca się energia w postaci ciepła dostarcza energię do przebiegu dalszej reakcji. Entalpię reakcji można obliczyć na podstawie standardowych entalpii tworzenia, korzystając ze wzoru (2):

$$\Delta_r H = \sum_{\text{produkty}} \nu \cdot \Delta_{tw} H - \sum_{\text{substraty}} \nu \cdot \Delta_{tw} H \quad (2)$$

gdzie:  $\Delta_{tw} H$  – standardowa entalpia tworzenia substancji,  $\nu$  – współczynnik stechiometryczny danego produktu lub substratu.

Na podstawie wartości entalpii reakcji można oszacować adiabatywną temperaturę płomienia ( $T_{\text{płom.}}$ ) powstającego w procesie syntezy spaleniowej (3).

$$T_{\text{płom.}} = T_0 + \frac{\Delta_r H}{\sum c_p} \quad (3)$$

gdzie:  $T_0$  – temperatura zapłonu,  $c_p$  – pojemność cieplna produktów przy stałym ciśnieniu [17].

Bazując na informacjach dotyczących przemian fazowych i danych termodynamicznych dotyczących entalpii reakcji i temperatury płomienia, poprzez świadomy wybór można przeprowadzić reakcję syntezy w taki sposób, aby zapewnić odpowiednio wysoką temperaturę. Z tego powodu wybrano dwa rodzaje substancji redukujących: glicynę i mocznik, dla których według literatury  $T_{\text{płom.}}$  wynosi odpowiednio: 1210°C (glicyna) i 1780°C (mocznik) [15]. Oznacza to, że stosując glicynę w roli substancji redukującej w syntezie spaleniowej możemy się spodziewać, że w wyniku reakcji zostanie otrzymany proszek zawierający głównie fazy YAP i YAM. Choć w tej temperaturze otrzymany produkt nie będzie zawierał fazy YAG, to zaletą tak zaprojektowanej syntezy jest małe prawdopodobieństwo spieczenia się powstających nanocząstek.

Natomiast przy zastosowaniu mocznika temperatura reakcji jest wystarczająca, aby otrzymać proszek zawierający tylko fazę YAG. Jednak w tak wysokiej temperaturze może dojść do spieczenia cząstek ceramicznych, a w rezultacie otrzymane cząstki mogą być mikrometryczne.

### Materiały i proces otrzymywania nanoproszku YAG

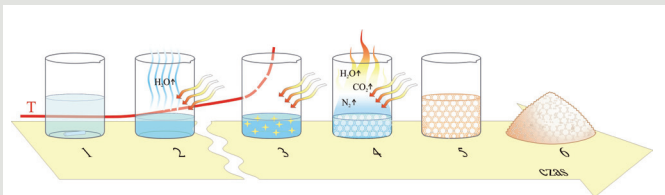
Do procesu otrzymywania nanoproszku YAG stosowano odczynniki o czystości podanej w tabeli 1.

Proces otrzymywania nanoproszku YAG-u metodą spaleniową inicjowaną promieniowaniem mikrofalowym schematycznie pokazano na rys. 2.

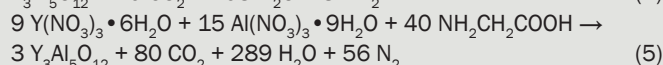
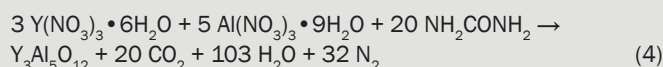
Azotan itru, azotan glinu i substancję redukującą, którą był mocznik lub glicyna, rozpuszczano w wodzie dejonizowanej w zlewce kwarcowej przy użyciu mieszadła magnetycznego. W tym etapie dochodzi do wymieszania jonów glinu i itru na poziomie atomowym, co gwarantuje otrzymanie produktu o jednorodnie rozmieszczonych składnikach. Odczynniki odmierzano w stosunku stechiometrycznym wynikającym z reakcji 4 i 5:

Tab. 1. Odczynniki stosowane do syntezy nanoprozszku YAG.

Nazwa	Wzór chemiczny	Producent	Czystość
Azotan itru (heksahydrat)	$Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$	Sigma-Aldrich	99,8%
Azotan glinu (nonahydrat)	$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	Sigma-Aldrich	$\geq 98\%$
Mocznik	$NH_2CONH_2$	Sigma-Aldrich	$\geq 98\%$
Glicyna	$NH_2CH_2COOH$	Sigma-Aldrich	$\geq 99\%$



Rys. 2. Schemat procesu syntezy nanoprozszku YAG metodą spaleniową; 1 – przygotowanie roztworu przy użyciu mieszkadła magnetycznego, 2 – rozpoczęcie procesu syntezy w kuchenke mikrofalowej i usunięcie wody (100–170°C, badania własne), 3 – inicjacja pod wpływem promieniowania mikrofalowego (ok. 240°C, badania własne), 4 – reakcja syntezy z towarzyszącym intensywnym wydzielaniem gazów i wydzielaniem dużej ilości ciepła, 5 – produkt syntezy w postaci proszku YAG lub prekursora proszku YAG o porowatej strukturze, 6 – gotowy proszek ceramiczny.



Tak przygotowany roztwór przenoszono do odpowiedni zmodyfikowanej [18], komercyjnie dostępnej kuchenki mikrofalowej (Bosch HMT84M451, moc 800 W) i poddawano promieniowaniu mikrofalowemu. Po odparowaniu wody zostaje zainicjowana samorozprzestrzeniająca się reakcja (wzory 4 i 5). Na podstawie różnicowej analizy termogravimetrycznej (nie zamieszczono) zaobserwowano, że usunięcie wody następuje do temperatury ok. 170°C, natomiast reakcja rozpoczyna się w temperaturze ok. 240°C. Reakcji towarzyszy intensywne wydzielanie gazów i ciepła.

Produkt syntezy spaleniowej z zastosowaniem glicyny w roli substancji redukującej miał postać czarnej piany. Dopiero po wygrzaniu w 1000°C otrzymano biały proszek. Stosując mocznik do procesu syntezy, otrzymano biały proszek. W obu przypadkach wydajność reakcji wynosi ok. 80%.

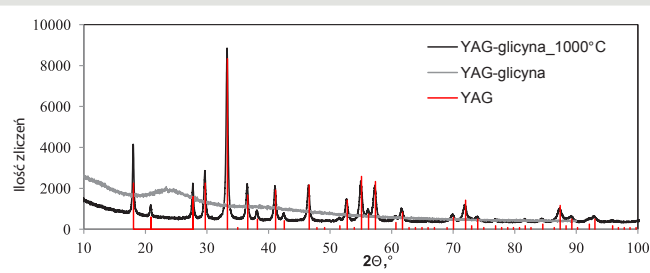
### Metody badań

Ilościową analizę fazową i pomiar wielkości krystalitów wykonano metodą dyfrakcji rentgenowskiej w układzie Bragg-Brentano na dyfraktometrze Bruker-AXS D8 DAVINCI wyposażonym w lampę z anodą miedzianą. Dyfraktogramy zostały zarejestrowane w zakresie kątowym od 5 do 120  $2\theta$  ( $Cu K\alpha$ ), krok pomiarowy 0,01 oraz czas pomiaru: 1 s/krok. Identyfikacji faz dokonano poprzez porównanie zarejestrowanych dyfraktogramów z wzorcami znajdujących się w bazie ICDD PDF-2 2013 przy użyciu programu DIFFRACplus EVA-SEARCH. Analizę wielkości krystalitów wykonano na pełnym dyfraktogramie w oparciu o wzór Scherrera (bezwzorcowo metodą Rietvelda z wykorzystaniem *Fundamental Parameters Approach*, z wykorzystaniem opublikowanych struktur krystalicznych) przy użyciu programu TOPAS 5.0.

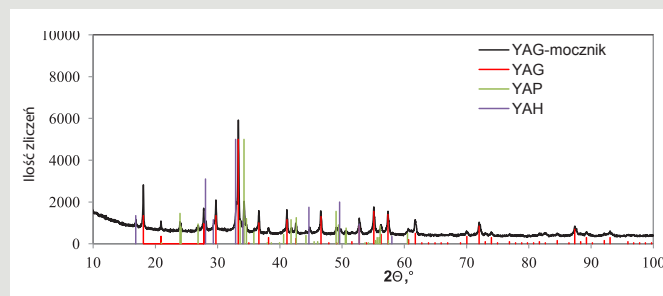
Badania mikroskopowe wykonano przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego z emisją polową firmy FEI, model Nova NanoSEM 200. Obrazowanie mikrostruktury na powierzchni próbek wykonano w warunkach wysokiej próżni, z zastosowaniem detektora ETD i TLD (obrazowanie elektronami wtórnymi SE). Przed badaniem próbki pokryto warstwą złota (25 nm) w napyłarce Leica EM SCD500.

### Wyniki badań

Na Rys. 3 przedstawiono dyfraktogramy proszków otrzymanych



Rys. 3. Dyfraktogramy proszku otrzymanego metodą spaleniową z użyciem glicyny bezpośrednio po syntezie (krzywa szara – YAG-glicyna) i po prażeniu w temperaturze 1000°C (krzywa czarna – YAG-glicyna\_1000°C) oraz intensywność pasm charakterystycznych fazy występującej w próbce (YAG).



Rys. 4. Dyfraktogram proszku otrzymanego metodą spaleniową z użyciem mocznika bezpośrednio po syntezie oraz intensywność pasm charakterystycznych faz występujących w próbce (YAG, YAP i YAH).

z procesu spaleniowego z użyciem glicyny bezpośrednio po syntezie i po prażeniu w temperaturze 1000°C oraz pasma charakterystyczne dla fazy YAG. Na rys. 4 przedstawiono dyfraktogram proszku otrzymanego metodą spaleniową z użyciem mocznika bezpośrednio po syntezie oraz intensywności pasm charakterystycznych faz (YAG PDF 00-033-0040, YAP PDF 00-033-0041 i YAH PDF 00-054-0621).

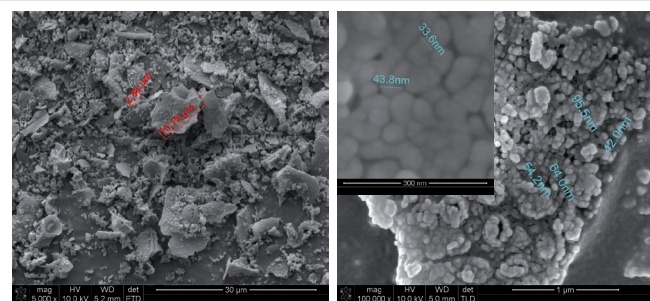
W tabeli 2 zebrano wyniki dotyczące ich ilościowego składu fazowego oraz rozmiaru krystalitów.

Tab. 2. Wyniki analizy rentgenowskiej proszków otrzymanych metodą spaleniową.

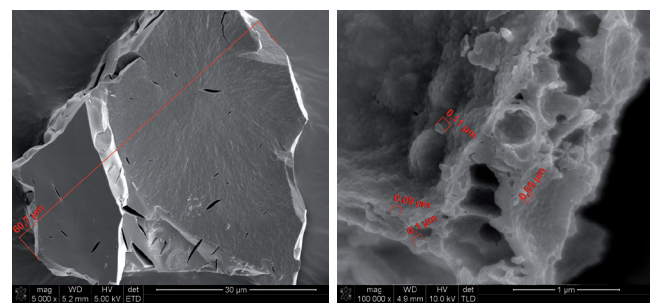
Zastosowana substancja redukująca	Postać proszku i dalsza preparatyka	Skład fazowy	Rozmiar krystalitów	
Glicyna	proszek po syntezie	faza amorficzna	100 %	–
	proszek kalcynowany $T_{kalc.} = 1000^\circ C$	YAG, $Y_3Al_5O_{12}$	100 %	$39,7 \pm 1,7$ nm
Mocznik	proszek po syntezie	YAG, $Y_3Al_5O_{12}$	67,50%	$141 \pm 15$ nm
		YAP, $YAlO_3$	20,20%	$68 \pm 10$ nm
		YAH, $YAlO_3$	12,30%	$100 \pm 40$ nm

Produkt syntezy spaleniowej z zastosowaniem glicyny w roli substancji redukującej jest całkowicie amorficzny (rys. 3; krzywa szara). Dopiero po wygrzaniu w 1000°C pojawia się faza YAG.

Stosując mocznik do procesu syntezy, otrzymano biały proszek, którego skład fazowy obejmował: YAG, YAP i YAH. Skład fazowy odbiega od przewidywanego prawdopodobnie ze względu na niższą temperaturę reakcji niż temperatura wynikająca z obliczeń termodynamicznych. Zmierzone pirometrem temperatury płomienia są niższe i wynoszą: 1180 i 1380°C odpowiednio dla reakcji z glicyną i mocznikiem [19]. Obliczenie rzeczywistych wartości entalpii i adiabatycznej temperatury płomienia jest niezwykle skomplikowane, nie tylko ze względu na niecałkowite przereagowanie produktów, ale także dynamiczne zmiany składu mieszaniny reakcyjnej w temperaturze bliskiej temperatury zapłonu wynikające m.in. z częściowego



Rys. 5. Mikrografie proszku YAG po prażeniu w temperaturze 1000°C otrzymanego metodą spaleniową z wykorzystaniem glicyny w roli substancji redukującej.



Rys. 6. Mikrografie proszku YAG otrzymanego metodą spaleniową z wykorzystaniem mocznika w roli substancji redukującej.

rozkładu reagentów [15–16].

Przeprowadzono obserwację mikrostrukturalną otrzymanych proszków (rys. 5 i 6).

Proszki granatu itrowo-glinowego otrzymane metodą spaleniową z azotanów i glicyny po wyprażeniu w 1000°C mają postać aglomeratów składających się z cząstek o średnicy ok. 50 nm (rys. 5). Proszek YAG otrzymany przy zastosowaniu mocznika charakteryzuje się większym uziarnieniem. Aglomeraty wchodzące w skład proszku mają średnicę sięgającą kilkudziesięciu mikrometrów i charakteryzują się wewnętrzną porowatością. Ziarna składają się z cząstek o średnicy ok. 100 nm. Ze względu na silne zaglomerowanie proszku nie poddawano go dalszej obróbce termicznej (kalcynacji), ponieważ może to powodować dalszy rozrost i spiekanie się ziaren. Obserwowane rozmiary cząstek w obu przypadkach potwierdzają wyznaczone metodami rentgenowskimi rozmiary krystalitów (tab. 2).

### Podsumowanie i wnioski

Synteza spaleniowa należy do metod syntezy nanoproszków ceramicznych z roztworu, która zapewnia wymieszanie składników na poziomie atomowym. W porównaniu do innych metod (np. współstrącanie) w metodzie spaleniowej nie ma konieczności odseparowania cząstek z roztworu, ponieważ cała ciecz zostaje odparowana. Inne gazowe produkty uboczne pochodzące z rozkładu azotanów i mocznika także zostają usunięte z przestrzeni reakcyjnej w wyniku rozkładu termicznego. Wydzielające się gazy powodują rozerwanie wewnętrznej struktury powstającego proszku, dzięki czemu tworzące się cząstki są nanometryczne. Reakcja pomiędzy azotanami glinu i itru z mocznikiem lub glicyną jest egzotermiczna. W przypadku zastosowania mocznika można otrzymać cząstki submikronowe (o średnicy ok. 100 nm), które zawierają fazę YAG w 67,5% wag. Pozostała część produktu to heksagonalna odmiana  $YAlO_3$  – YAH oraz odmiana rombową – YAP. Występowanie tych faz jednocześnie może wskazywać na niejednorodność temperatury w obszarze reakcyjnym, ponieważ faza YAH powstaje w temperaturze ok. 920°C, natomiast YAP – 1080°C [20]. Morfologia proszku w postaci aglomeratów o wewnętrznej

porowatości wskazuje na brak możliwości jego zastosowania w technologii ceramicznej, ponieważ takie aglomeraty bardzo trudno rozbić podczas mielenia, natomiast aby zniszczyć ich strukturę podczas prasowania potrzebne byłyby bardzo wysokie ciśnienia.

Stosując glicynę w roli substancji redukującej, można otrzymać drobniejsze ziarna składające się z cząstek poniżej 100 nm, jednak produkt syntezy wymaga kalcynacji, ponieważ produktem takiej syntezy jest amorficzny proszek. Po wygrzaniu prekursora otrzymano nanometryczne cząstki (faza regularna  $Y_3Al_5O_{12}$  – YAG). Zastosowanie glicyny do reakcji wydaje się być bardziej obiecujące, ponieważ otrzymany proszek charakteryzuje się znacznie mniejszym uziarnieniem. Metoda syntezy z zastosowaniem glicyny jest w dalszym ciągu udoskonalana w kierunku otrzymania proszku o zredukowanej aglomeracji nanocząstek.

Praca została sfinansowana ze środków na działalność statutową Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych.

### LITERATURA

- [1] Okuyama K., Lenggoro I. W. (2003), *Preparation of nanoparticles via spray route*, „Chemical Engineering Science”, 58, 537–547
- [2] Iskandar F. (2009), *Nanoparticle processing for optical applications – A review*, „Advanced Powder Technology”, 20, 283–292
- [3] Laishram K., Mann R., Malhan N. (2012), *Effect of complexing agents on the powder characteristics and sinterability of neodymium doped yttria nanoparticles*, „Powder Technology”, 229, 148–151
- [4] Wang J., Zheng S., Zeng R., Dou S. (2009), *Microwave Synthesis of Homogeneous YAG Nanopowder Leading to a Transparent Ceramic*, „Journal of American Ceramic Society”, 92 (6), 1217–1223
- [5] Xiaolin Z., Duo L., Hong L., Jiyang W., Haiming Q., Yuanhua S. (2011), *Microstructural characteristics of Nd:YAG powders leading to transparent ceramics*, „Journal of Rare Earths”, 29 (6), 585–591
- [6] Atkinson H. V., Davies S. (2000), *Fundamental Aspects of Hot Isostatic Pressing: An Overview*, „Metallurgical and Materials Transactions A”, 31A, 2981–3000
- [7] Li X., Stevenson A., Messing G., Dickey E. C. (2008), *EDX Analysis of Grain Boundary Segregation in 1 at% Nd Doped Polycrystalline YAG*, „Microscopy and Microanalysis”, 14 (S2), 1420–1421
- [8] Kamińska I., Fronc K., Sikora B., Baranowska-Korczyn A., Sobczak K., Wojciechowska T., Paszkowicz W., Minikayew R., Chwastyk M., Stępień P., Paterczyk B., Wilczyński G., Włodarczyk J., Gawlak M., Elbaum D., *Up converting  $Gd_2O_3$ ,  $GdAl_3O_7$ ,  $Y_3Al_5O_{12}$  nanoparticles for In vitro fluorescent imaging*, Biomolecules and Nanostructures, Pultusk, 15–19 May 2013
- [9] Kingsley J. J., Patil K. C. (1988), *A novel combustion process for the synthesis of fine particle  $\alpha$ -alumina and related oxide materials*, „Materials Letters”, 6 (11), 427–432
- [10] Kingsley J. J., Suresh K., Patil K. C. (1990), *Combustion synthesis of fine particle rare earth orthoaluminates and yttrium aluminum garnet*, „Journal of Solid State Chemistry”, 88 (2), 435–442
- [11] Mangalaraja R. V., Mouzon J., Hedström P., Kero I., Ramam K. V. S., Camurri C. P., Odén M. (2008), *Combustion synthesis of  $Y_2O_3$  and  $Yb-Y_2O_3$  Part I. Nanopowders and their characterization*, „Journal of Materials Processing Technology”, 208, 415–422
- [12] Terashi Y., Purwanto A., Wang W., Iskandar F., Okuyama K. (2008), *Role of urea addition in the preparation of tetragonal  $BaTiO_3$  nanoparticles using flame-assisted spray pyrolysis*, „Journal of the European Ceramic Society”, 28, 2573–2580
- [13] Shao Z., Zhou W., Zhu Z. (2012), *Advanced synthesis of materials for intermediate-temperature solid oxide fuel cells*, „Progress in Materials Science”, 57, 804–874
- [14] Suan M. S. M., Johan M. R., Siang T. C. (2012), *Synthesis of  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$  superconductor powder by auto combustion reaction: Effects of citrate-nitrate ratio*, „Physica C: Superconductivity”, 480, 75–78
- [15] Yen W. M., Weber M. J. (2004), *Inorganic Phosphors: Compositions, Preparation and Optical Properties*, Boca Raton-London-New York-Washington D. C.
- [16] Balabanov S. S., Gavrishchuk E. M., Kut'in A. M., Permin D. A. (2011), *Self-Propagating High-Temperature Synthesis of  $Y_2O_3$  Powders from  $Y(NO_3)_3(CH_3COO)_{3(1-x)}$ - $nH_2O$* , „Inorganic Materials”, 47 (5), 484–488
- [17] McKittrick J., Shea L. E., Bacalski C. F., Bosze E. J. (1999), *The influence of processing parameters on luminescent oxides produced by combustion synthesis*, „Displays”, 19, 169–172
- [18] Kamińska I. (2016), *Nanostruktury tlenkowe domieszkowane lantanowcami lub metalami przejściowymi do obrazowania biomedycznego*, Instytut Fizyki Polskiej Akademii Nauk 2016 (rozprawa doktorska)
- [19] McKittrick J., Shea L. E., Sastry I. S. R., Bacalski C. (1998), *Synthesis of phosphors via rapid exothermic reactions*, [w:] *Proceedings of the Sixth International Conference on Luminescent Materials*, red. C. R. Ronda, T. Welker, Pennington (New Jersey), 22–42
- [20] Carvalho J. F., De Vicente F. S., Marcellin N., Odier P., Hernandez A. C., Ibanez A. (2009), *Synthesis of YAP phase by a polymeric method and phase progression mechanisms*, „Journal of Thermal Analysis and Calorimetry”, 96 (3), 891–896