

ساخت سرامیک شفاف Nd: Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با بررسی خواص ساختاری و نوری آنوحید امیرزاده فتوت<sup>۱\*</sup>، یوسف هاتفی<sup>۲</sup><sup>۱</sup> کارشناسی ارشد، دانشگاه جامع امام حسین (ع)، <sup>۲</sup> استادیار و دانشگاه جامع امام حسین (ع)

\* v.amirzadeh757@gmail.com

## اطلاعات مقاله:

دریافت: ۵ خرداد ۱۳۹۷

پذیرش: ۱۷ تیر ۱۳۹۷

## چکیده:

در این کار ابتدا نانوپودر Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> آلائیده به یون Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به میزان ۱، ۱/۵ و ۲ درصد مولی توسط بال میل به مدت ۲۰ ساعت تهیه شد، اندازه ذرات به طور معنی داری به ۹۲/۳ نانومتر کاهش یافت. نمونه دیسکی سرامیک شفاف ایتریا خالص آلائیده به نئودیمیوم که به عنوان محیط فعال لیزری در لیزرهای قدرت کاربرد دارد با استفاده از تف جوشی جرقه پلاسمایی با نرخ گرمایش ۱۰۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۵ دقیقه با فشار ۷۰ مگاپاسکال ساخته شد. نمونه دیسکی سرامیک شفافیت Nd: Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به طور قابل توجهی در طول موج مری افزایش یافت. همچنین بالاترین میزان عبور سرامیک شفاف Nd: Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به ضخامت ۲،۵ میلیمتر در طول موج ۵ میکرومتر به ۸۳ درصد رسید که بسیار نزدیک به مقدار تئوری ایتریا آلائیده به نئودیمیوم بوده است.

## کلید واژه:

سرامیک شفاف، نمونه دیسکی ایتریا آلائیده به ایتریم، SPS، سختی و عبور

## ۱- مقدمه

سرامیک‌های چندبلوری شفاف نسبت به تک‌بلورها از مزیت‌های مختلفی مانند صرفه اقتصادی، تولید انبوه، سادگی کنترل شکل و خواص مکانیکی بهتر برخوردار هستند و به همین دلیل بیش از پیش مورد توجه قرار گرفتند [۱-۳]. مهم‌تر از همه، درصد آلائیده سرامیک‌های شفاف چندبلوری به یون‌های فعال از تک‌بلورها بیش‌تر است که باعث می‌شود لیزرهایی با کارایی بسیار بالا در دسترس باشند. لذا امروزه سرامیک‌های شفاف چندبلوری می‌توانند جایگزین بسیار خوبی برای تک‌بلورها و شیشه‌ها جهت کاربردهای لیزر با انرژی و توان بالا باشند و از نمونه قرصی

شکل به عنوان محیط فعال در لیزرهای پر توان استفاده می‌شود و توان زیادی در حد کیلووات از آن به‌دست آید [۴]. ایتریا به دلیل خواص بسیار خوب حرارتی، طیف گسترده‌ای از شفافیت (۰/۲-۸ μm)، انرژی فونونی بسیار پایین (۳۸۰ cm<sup>-1</sup>)، مقاومت به خوردگی بالا و ظرفیت بالای آلائیده به یون‌های نادر خاکی به عنوان یک ماده میزبان لیزری شناخته شده است [۵]. ایتریا نسبت به YAG‌هایی که به‌طور معمول برای کاربردهای لیزری استفاده می‌شوند، دارای هدایت حرارتی بالاتر و ضریب انبساط حرارتی پایین‌تری (K<sup>-1</sup> × ۶/۶ × ۱۰<sup>-۶</sup>) است و این عوامل در کاربردهای لیزری، که با طولانی‌شدن کار لیزر موجب تولید و افزایش



حرارت می‌شود، از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است [۶].

استفاده از فناوری‌های جدید همچون تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS) در سال‌های اخیر توجه بسیاری از محققین را به خود جلب کرده است. بدین منظور در سال ۲۰۰۶ نخستین بار استفاده از فرایند SPS جهت ساخت ایتریای شفاف مورد ارزیابی قرار گرفته شد که در این تحقیق استفاده از فرایند HIP پس از SPS منجر به از بین رفتن تخلخل‌ها شد [۷]. پس از آن در سال‌های ۲۰۰۸ و ۲۰۰۹ رفتار متراکم‌شوندگی و رشد دانه ایتریا توسط فرایند SPS مورد بررسی قرار گرفت و سپس در سال ۲۰۱۱ برای نخستین بار سرامیک ایتریای شفاف با استفاده از فرایند SPS ساخته شد [۸ و ۹]. در چند سال اخیر، تأثیر متغیرهای فرایند SPS از جمله نرخ حرارت‌دهی، فشار، دما و زمان نگهداری بر بهبود خواص نوری سرامیک ایتریای شفاف مورد بررسی قرار گرفته شده است.

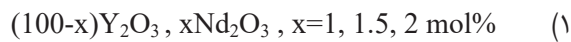
هدف از این تحقیق بررسی رفتار تفجوشی و خواص نوری و مکانیکی اکسید ایتریای آلائیده شده با نئودیمیم

تفجوشی شده به روش پلاسمای جرقه‌ای (SPS) می‌باشد.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

### ۲-۱- آماده سازی پودر

ابتدا مطابق با فرمول ۱ فوق پودر با درصدهای مختلف Nd ترکیب شده است (شکل ۴-۴۰-۴). سپس به ترکیب فوق به مقدار ۵/۰٪ اتانول برای کمک پخت اضافه شده، پس از ترکیب اولیه، پودرها توسط دستگاه آسیاب سیاره‌ای به مدت ۲۰ ساعت با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه آسیاب شده است (شکل ۴-۴۰-۴ ب). سپس به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد درآون نگهداری شده و در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت در کوره کلسینه شده است (شکل ۴-۴۰-۴ پ). در نهایت پودرها از مش ۲۰۰ عبور داده شده اند (شکل ۴-۴۰-۴ ت).



شکل ۱- الف) پودر خالص ب) پودر آسیاب‌کاری شده به مدت ۲۰ ساعت پ) پودر کلسینه شده در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت ت) پودر عبور داده شده از الک با مش ۲۰۰



## ۲-۲- آنالیز پودرهای اولیه

آنالیز فازی نمونه‌های آسیاب‌کاری شده و تف‌جوشی‌شده توسط دستگاه پراش‌سنج پرتو ایکس (XRD, X'Pert) با استفاده از پرتونگاری با طول موج معین  $0.15406 \text{ nm}$  مربوط به  $\text{Cu-K}\alpha$ ، فیلترشده با Ni، با ولتاژ  $40 \text{ kV}$ ، جریان  $30 \text{ mA}$ ، زاویه پراش  $2\theta$  از  $10$  تا  $80$  درجه و اندازه گام  $(2\theta)$   $0.02$  و نرخ روبش  $(2\theta/\text{sec})$   $0.02$ ، به‌منظور تشخیص ساختارهای بلوری مختلف ایتربا، استفاده شد. فازشناسی الگوهای پراش‌سنجی پرتو ایکس با استفاده از نرم‌افزار X'Pert HighScore انجام شد. به‌منظور تهیه تصاویر از پودر اولیه، سطح مقطع شکست نمونه‌های تف‌جوشی‌شده و سطح اثر فرورونده ویکرز روی سطح نمونه‌های تف‌جوشی‌شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مستقر در مرکز پژوهش متالورژی رازی (SEM, VEGA, TESCAN, Czech Republic) و میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی<sup>۱</sup> (FE-SEM, MIRA3, LMU, TESCAN, Czech Republic) استفاده شد.

به‌منظور تعیین اندازه ذره و اندازه دانه با استفاده از تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی سطح شکست از SPSS استفاده شد. در این نرم‌افزار ابتدا تصویر انتخاب و سپس دانه‌ها و تخلخل‌های موجود برای نرم‌افزار تعریف شد. در نهایت اندازه دانه به‌روش رهگیری خطی<sup>۲</sup> برای  $200$  دانه و با ضریب  $1/56$  محاسبه شد [۱۰].

چگالی نمونه‌های تف‌جوشی‌شده به‌روش ارشمیدس طبق استاندارد ASTM C 373-88 انجام شد.

<sup>1</sup> Field Emission Electron Microscope

<sup>2</sup> Linear Intercept Method

## ۲-۳- تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای

### Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

دستگاه تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای SPS مدل SPS 60-10، ساخت دانشگاه صنعتی مالک اشتر در پژوهش حاضر مورد استفاده قرار گرفت. پودر سنتز شده درون یک قالب گرافیتی با قطر داخلی  $20$  میلی متری ریخته شد و توسط پنجه‌های گرافیتی فشرده شد. پودر با یک ورق گرافیتی از دیواره‌های قالب و سطوح پنجه جدا شد. نمونه‌ها در خلاء  $(2-3 \text{ Pa})$ ، تحت فشار یکنواخت ساخته شدند. در این تحقیق، یک فشار مکانیکی یک طرفه انتخاب شد یعنی نمونه با فشار  $70 \text{ MPa}$  (فشار متوسط) با دمای  $1400^\circ \text{C}$  و زمان ماندگاری  $15$  دقیقه نمونه ساخته شد. سپس نمونه‌های تف‌جوشی شده در دمای  $1200$  درجه سانتیگراد برای مدت  $10$  ساعت در هوا آنیل شدند. در نهایت، نمونه‌های به دست آمده با استفاده از دوغاب الماس (تا  $1$  میکرومتر) به دقت بر روی هر دو طرف جلا داده شدند تا زبری سطح را از بین ببرند. کدهای نمونه مورد استفاده برای مطالعه حاضر در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱- کدگذاری نمونه‌های تف جوشی شده

کد نمونه	S1	S2	S3
درصد غلظت Nd (mol%)	۱	۱/۵	۲

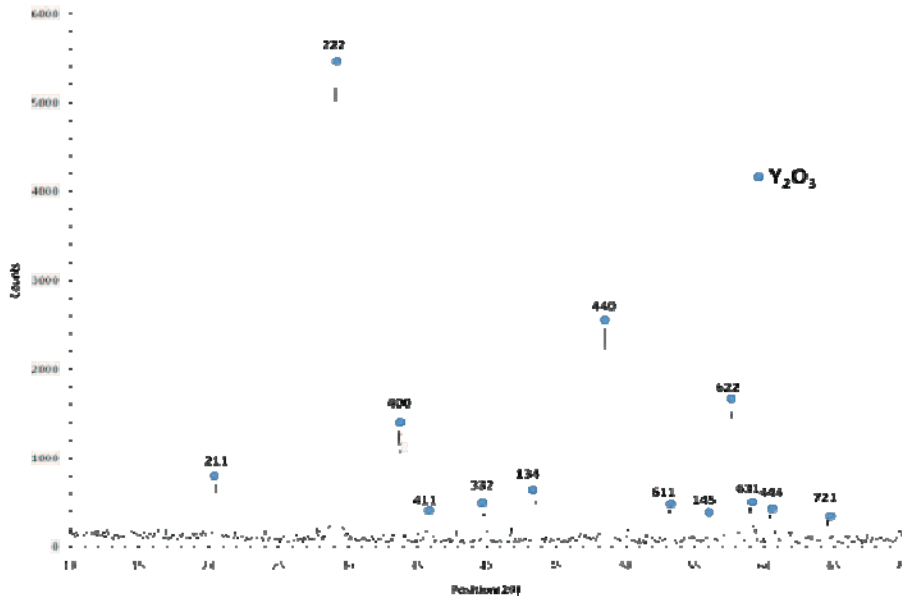
## ۳- نتایج و بحث

الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر ایتربا آلائیده به  $1$  درصد نئودیمیم در شکل ۲ نشان داده شده است. بررسی‌ها نشان داد که پودر تهیه شده دارای پیک‌های شاخص ایتربا با ساختار مکعبی (کد مرجع  $0927-072-01$ ) است. با استفاده



جدول ۲ مشخص شده است. همان گونه که مشاهده می شود متوسط اندازه بلورکها حدود ۴۱ nm است.

از معادله شرر، اندازه بلورک برای ذرات پودر با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس محاسبه شد. نتایج محاسبات در



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر ایتیریا آلاییده به نئودیمیم

جدول ۲- اندازه بلورک ذرات پودر ایتیریا.

شماره پیک	زاویه $(2\theta)$	$\beta$	اندازه بلورک (nm)
۱	۲۰/۵۵۳	۰/۲۶۶	۳۰
۲	۲۹/۱۴	۰/۲۵۱	۳۳
۳	۳۳/۷۷۴	۰/۱۹۲	۴۳
۷	۴۸/۵۲۵	۰/۱۷۷	۴۹
۱۰	۵۷/۶۲۱	۰/۱۷۷	۵۱
			متوسط اندازه بلورک
			۴۱

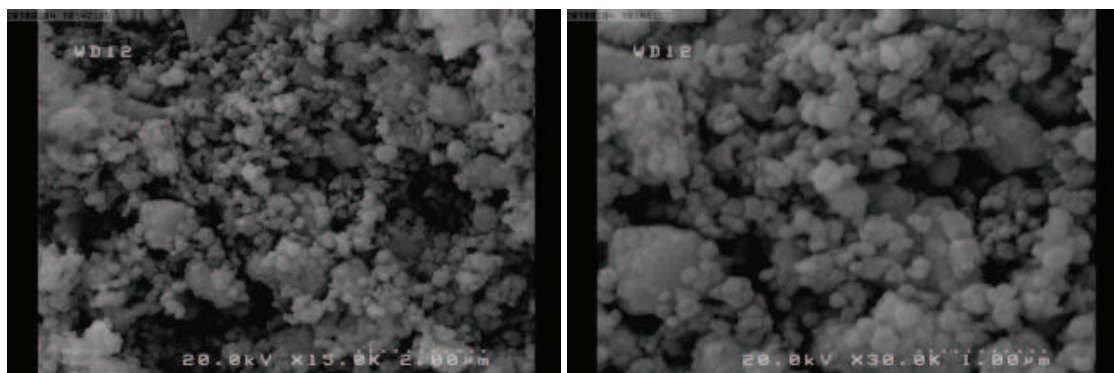
در شکل ۳ تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی از نانوپودر ایتیریا با آلاییده به ۱ درصد نئودیمیم به منظور بررسی ریخت و میزان آگلومراسیون نشان داده شده است. بررسی تصاویر نشان می دهد ذرات از درجه آگلومره نسبتاً کمی برخوردار است. متوسط اندازه ذرات آگلومره (چسبیدن ذرات به

هم) بین ۲۰۰-۴۰۰nm است که از میزان آگلومره مناسب ذرات پودر برای انجام فرایند تفجوشی حکایت دارد. همچنین در تحقیقات نشان داده شده که میزان همگنی ذرات در نمونه خام، اثر قابل توجهی روی ویژگی های تفجوشی دارد. در این خصوص پودرهای نانوبلور به علت اثرات تشکیل

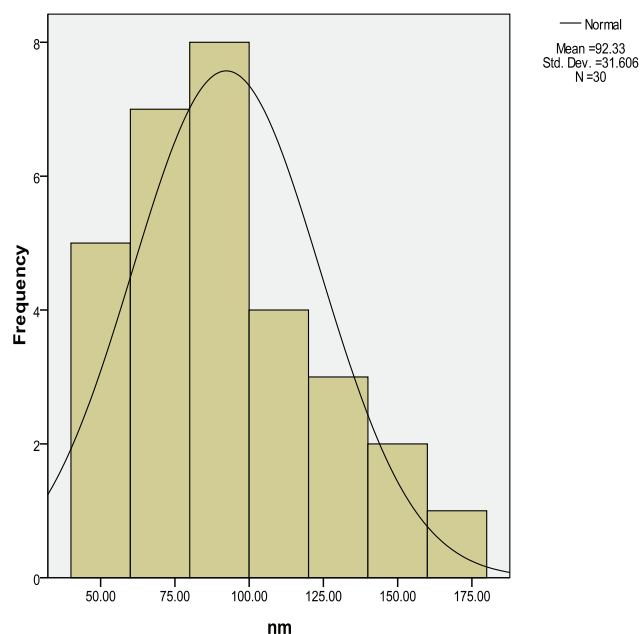


قالب می‌شود. با این وجود برای تولید سرامیک‌های شفاف درجه کمی از آگلومره مورد نیاز است. نتایج به‌دست آمده از اندازه و توزیع ذرات در شکل ۴ آورده شده است. مطابق شکل مشاهده می‌شود که ذرات نانوپودر ایتریا دارای توزیع نرمال و یکنواختی است و اندازه ذرات آن بین ۱۷۸nm-۴۳ است و حدود ۷۰ درصد ذرات زیر ۱۰۰nm است. متوسط اندازه ذرات برابر ۹۲/۳nm به‌دست آمد.

آگلومره، می‌توانند در وضعیت نامناسبی قرار گیرند. در اغلب پودرهای نانوبلور، بلورک‌ها قویاً برای تشکیل آگلومره با یکدیگر پیوند می‌دهند. این باعث ایجاد تخلخل‌های داخل آگلومره‌ای (در مقیاس نانو) و بین آگلومره‌ای (در مقیاس زیر میکرون و حتی میکرون) شود. برای حذف تخلخل‌های بین آگلومره‌ای توسط فرایند تف‌جوشی، رشد دانه می‌تواند رخ دهد [۱۱]. همچنین، ذرات آگلومره‌شده مانع از پرشدن یکنواخت



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی از نانوپودر ایتریا با آلاییده به ۱ درصد نئودیموم بزرگنمایی مختلف.

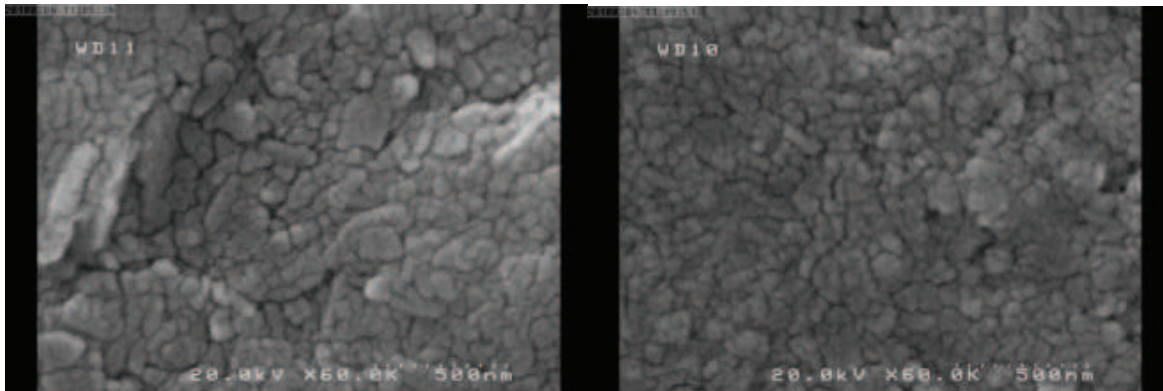


شکل ۴- نمودار فراوانی نسبی ذرات نانوپودر ایتریا آلاییده به نئودیمیم ۱ درصد با استفاده از تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی.



دانه مشاهده نمی شود. میانگین اندازه دانه، که از تعداد ۴۰ تا دانه و با استفاده از نرم افزار آماری SPSS محاسبه شده است، برای نمونه S1 از مقدار ۵۱/۳۰ نانومتر به مقدار ۵۴/۶۰ نانومتر برای نمونه S2 افزایش یافته است. (شکل ۶)

شکل ۵، تصاویر FESEM سطح پولیش شده را پس از اچ کردن در اسیدسولفوریک به مدت ۱ دقیقه در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد نشان می دهد. اندازه دانه بدون در نظر گرفتن مقدار Nd، همگن بوده و هیچگونه رشد غیر طبیعی نداشته است. هیچ گونه تخلخل یا ناخالصی در مرز

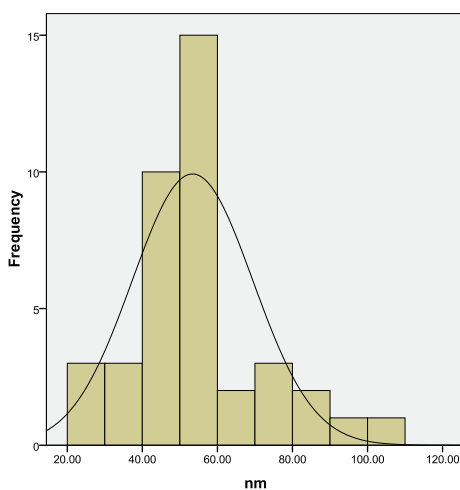


ب

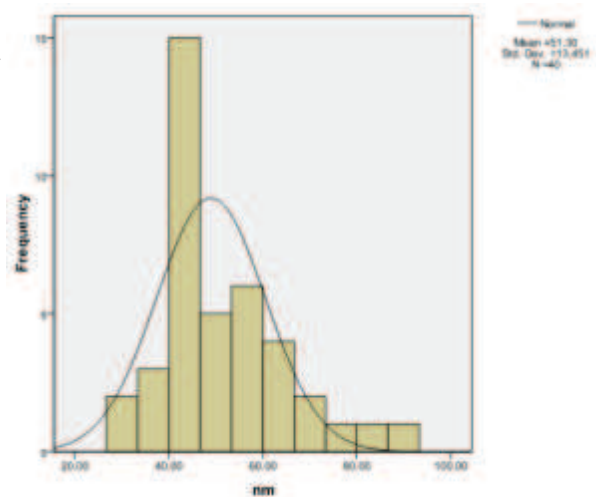
الف

شکل ۵- عکس های FESEM از سطح نمونه های تفجوشی شده با SPS در درصد غلظت Nd

(الف) ۱ درصد مولی (ب) ۱/۵ درصد مولی



ب



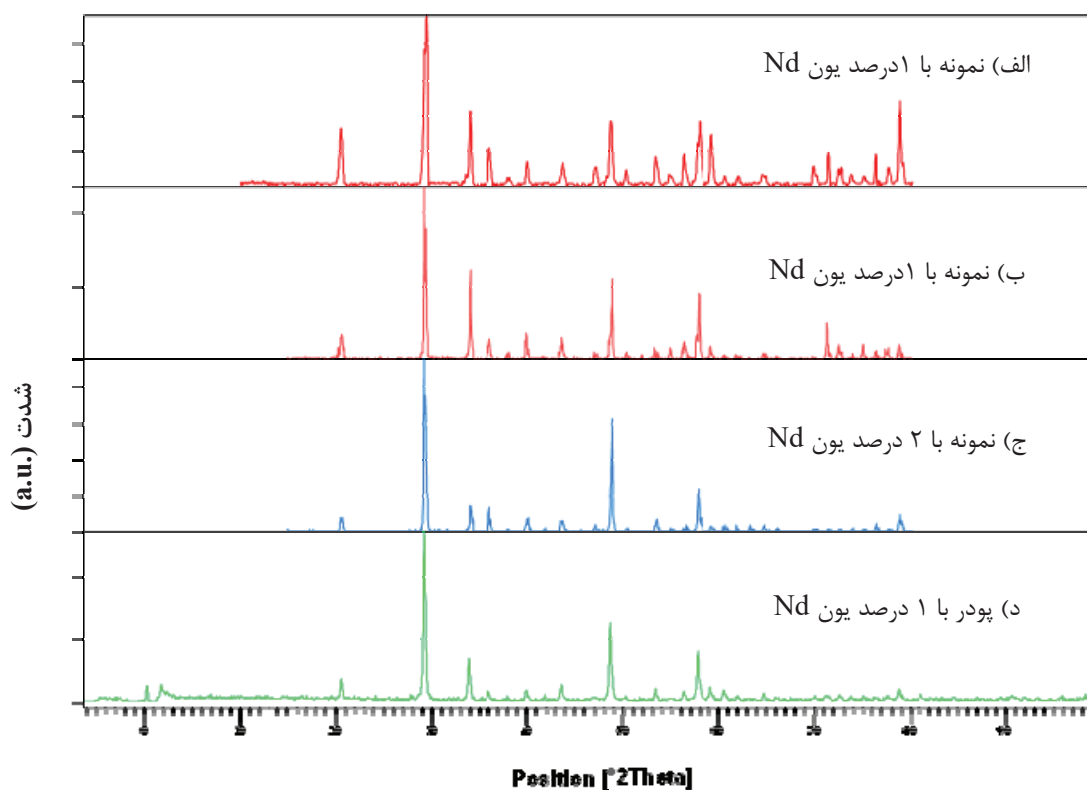
الف

شکل ۶- توزیع متوسط اندازه دانه ها از نمونه های سرامیک شفاف  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$  با غلظت الف) ۱ درصد (ب) ۱/۵ درصد



متوسط اندازه کریستالیت‌ها با استفاده از معادله ویلیامسون-هال بر اساس الگوهای XRD محاسبه شده است، همانطور که در جدول ۳ نشان داده شده است. افزایش اندازه کریستالیت به دلیل تفاوت در اندازه دانه و افزایش رشد دانه در طی پروسه تفجوشی و افزایش غلظت Nd بوده است، هر چه غلظت یون Nd بیشتر بوده اندازه بلورک‌ها بزرگتر شده است.

نمودارهای پراش اشعه ایکس پودر و نمونه‌های سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> تفجوشی شده به روش SPS در شکل ۷ نشان داده شده است، دیده می‌شود که تنها پیک‌های پراش مکعبی خالص Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> در الگوهای XRD تشخیص داده شده است. این نشان داد که هیچ نوع فاز ثانویه در طول تفجوشی ایجاد نشد و تمام نمونه‌ها به خوبی بلورین شده و با فاز مکعبی Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> همخوانی داشتند. به طور



شکل ۷- نمودار XRD از پودر و نمونه‌های سرامیک شفاف تفجوشی شده Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با غلظت درصدهای مختلف یون Nd (الف) ۱ (ب) ۱/۵ (ج) ۲ و (د) پودر ۱ درصد

جدول ۳- اندازه متوسط بلورک‌ها با محاسبه از نمودارهای XRD

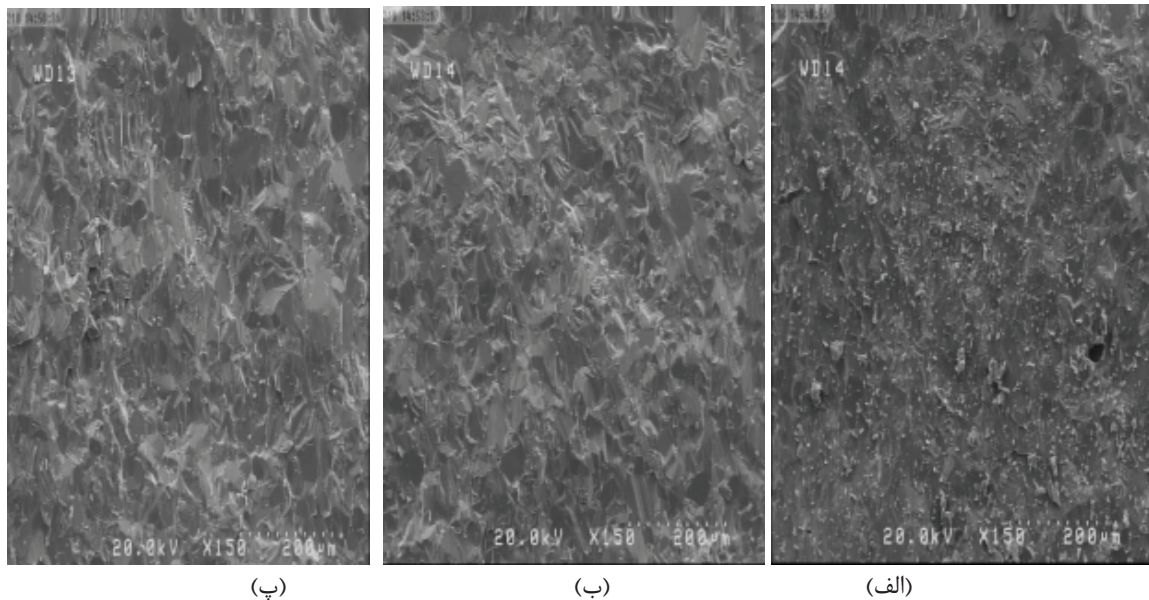
نمونه‌ها	نانوپودر	نانو پودر و نمونه‌ها
۲	۱/۵	۱
۶۵/۷	۳۷	۳۵/۴
		۳۱/۳
		درصد غلظت آلائیده به Nd
		اندازه متوسط کریستالیت (نانومتر)



ترتیب ۱، ۱/۵ و ۲ درصد افزایش می‌یابد. این تغییر اندازه دانه با محتوای Nd در سرامیک Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> بر خلاف سرامیک شفاف YAG است، یعنی مقدار متوسط دانه به دلیل افزایش محتوای یون Nd<sup>3+</sup> در Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> افزایش می‌یابد. تفاوت شعاع بین یون Nd<sup>3+</sup> و Y<sup>3+</sup> باعث اعوجاج شبکه می‌شود که سرعت انتقال جرم را در مرزهای دانه و رشد دانه در طی تفجوشی افزایش می‌دهد. بنابراین دانه‌ها با افزایش محتوای یون Nd<sup>3+</sup> بزرگ‌تر می‌شود.

در شکل ۸، تصاویر FESEM از سطح شکست سرامیک Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ساخته شده در دمای تفجوشی ۱۴۰۰°C و در درصد غلظت یون Nd به ترتیب ۱، ۱/۵ و ۲ درصد، نشان داده شده است.

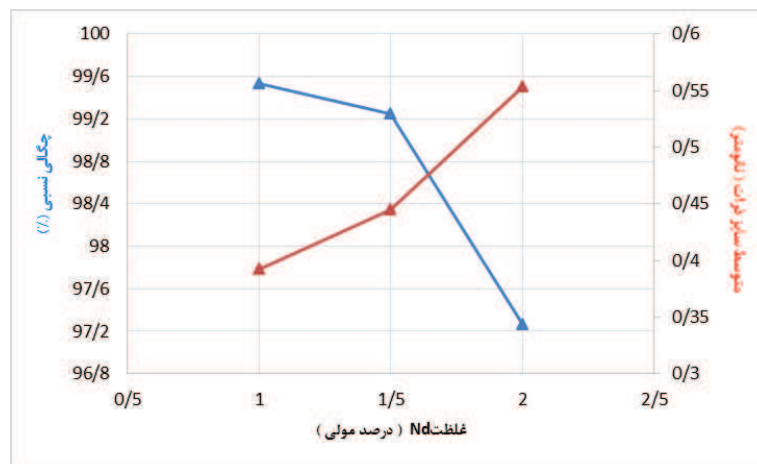
اندازه دانه بدون توجه به مقدار Nd، بدون رشد دانه نسبتاً همگن است. هیچ ناخالصی بر روی مرز دانه مشاهده نمی‌شود. میانگین اندازه دانه، که از تعداد ۱۰۰ دانه و با استفاده از نرم افزار محاسباتی SPSS انجام شده است، از مقدار ۳۹۲ به ۴۴۴ و ۵۳۲ نانومتر با غلظت یون Nd به



شکل ۸- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی از مقطع شکست نمونه نانوپودر ایتریای SPS شده آلائیده به Nd با درصدهای (الف) ۱، (ب) ۱/۵، (پ) ۲

آن برابر با ۹۷/۲۶ درصد بدست آمده در صورتی که برای S2 فقط یک افزایش متوسط (۹۹/۲۴٪) وجود داشت. همانطور که در شکل ۹ نشان داده شده است، در مقابل، تراکم نسبی برای S1 به شدت افزایش یافت، حداکثر تراکم (۹۹/۵۳٪) زمانی که غلظت به ۰.۱٪ کاهش یافت بود رسیده است.

اثر غلظت Nd بر تراکم و رشد دانه در آن‌ها با توجه به اندازه گیری تراکم و اندازه دانه مورد بررسی قرار گرفت (شکل ۹). همانطور که از نتایج حاصل شده در بخش قبلی انتظار می‌رفت، تمام نمونه‌ها رفتار عادی رشد دانه را نشان دادند. نمونه S3 در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد که با غلظت یون Nd<sup>3+</sup> به میزان ۲ درصد غلیظ شد تراکم نسبی



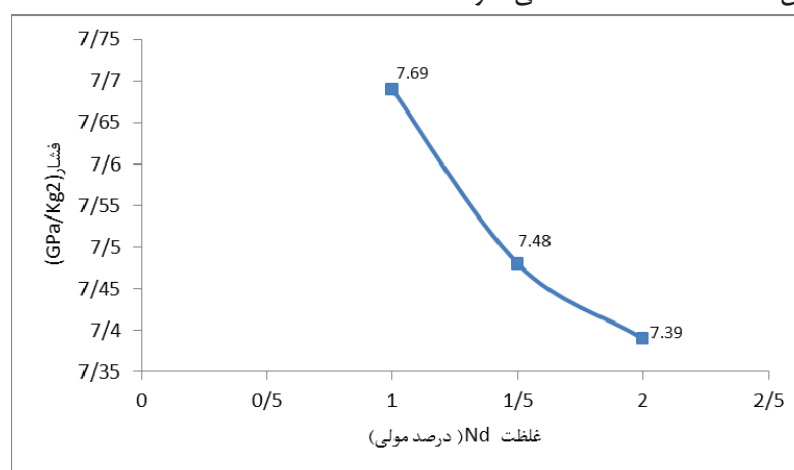
شکل ۹- نمودار چگالی نسبی و متوسط اندازه دانه بر حسب غلظت Nd

متناسب با ریشه مربع معکوس از متوسط اندازه دانه [۱۴]-  
 است. بنابراین، سختی سرامیک شفاف  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$   
 تفجوشی SPS با افزایش غلظت Nd از ۱ تا ۱/۵٪ از ۷/۶۹  
 GPa به ۷/۴۸ GPa کاهش یافته است. افزایش غلظت Nd  
 به ۲٪ منجر به رشد منافذ گردیده و باعث می‌گردد چگالی  
 نسبی تا ۹۷/۲۶٪ کاهش یابد و در نتیجه باعث کاهش  
 سختی به مقدار ۷/۳۹ GPa می‌گردد. در این کار نتیجه  
 می‌گیریم هر چه درصد غلظت آلاییده به Nd بیشتر شود  
 سختی کمتر می‌گردد.

سختی توسط معادله ۱ تعریف شده است.

$$H = K \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

که P نیروی اثرگذار (N)، K ثابت وابسته به هندسه اثرگذار  
 (برای اثرگذار ویکرز برابر ۱/۸۵۴ است) و d طول قطر اثر  
 است.  
 اثرات غلظت Nd روی سختی سرامیک شفاف  $\text{Y}_2\text{O}_3$  در  
 شکل ۱۰ نشان داده شده است. کاهش شدت سختی با  
 افزایش تخلخل به طور گسترده گزارش شده است [۱۲]-  
 [۱۴]. علاوه بر این، نشان داده شده است که سختی مواد،



شکل ۱۰- میکرو سختی نمونه‌های تفجوشی شده در غلظت‌های ۱، ۱/۵ و ۲ درصد



می‌یابد و بهترین درصد مطلوب برای نمونه‌ی شفاف سرامیکی با ۱٪ آلاینده به یون Nd بوده است. شکل ۱۱ عکس‌های نمونه سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با ۱ درصد آلاینده به Nd قبل و پس از آئیل کردن در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد.

جدول ۴ پارامترهای ساختاری و خواص مکانیکی سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> را برای ۱، ۱/۵ و ۲ درصد آلاینده از یون Nd را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، با افزایش غلظت Nd از ۱٪ مول به ۱/۵ و ۲٪ مول، چگالی نسبی و سختی متوسط کاهش ولی اندازه ذرات افزایش

جدول ۴- پارامترهای ساختاری و خواص مکانیکی سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

غلظت Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	چگالی نسبی (%)	متوسط اندازه ذرات (μm)	سختی ویکرز (GPa)
۱	۹۹/۵۳	۰/۳۹۲	۷/۶۹
۱/۵	۹۹/۲۵	۰/۴۴۴	۷/۴۸
۲	۹۷/۲۶	۰/۵۲۳	۷/۳۹



IHU IHU

ب



IHU IHU

الف

شکل ۱۱- عکس‌های نمونه سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با ۱ درصد آلاینده به Nd (الف) قبل و (ب) پس از آئیل.

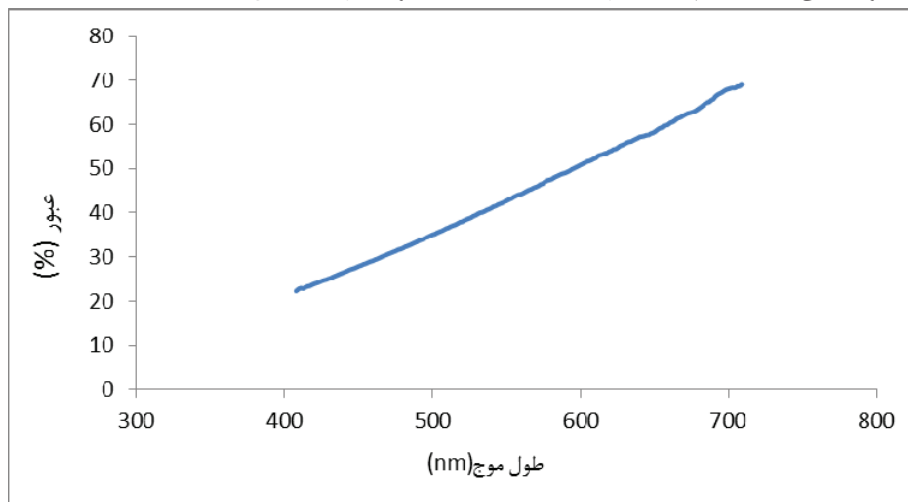
میزان عبور اثر بگذارد [۱۸]. طیف‌های عبوری مادون قرمز متوسط از نمونه سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با غلظت ۱٪ آلاینده به Nd با تفجوشی SPS در دمای ۱۴۰۰°C و با ضخامت ۲/۵ میلی‌متر در شکل ۱۳ نشان داده شده است. ضخامت و اندازه دانه مهمترین عوامل انتقال در حالت شفاف می‌باشد. بنابراین، پراکندگی و جذب نور در نمونه Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با توجه به اندازه بزرگ دانه و وجود تخلخل رخ داده است [۱۹]. در این راستا، چگالی نسبی افزایش یافته و تخلخل‌های بیشتری از بین رفته و عبور بهتر انجام می‌شود. بهترین عبور در نمونه تفجوشی Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با

شکل ۱۲ عبور را در ناحیه مرئی سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> نشان می‌دهد که با غلظت ۱٪ آلاینده به Nd شده است. در طول موج ۷۰۰ نانومتر، عبور حدود ۷۰٪ است، اما میزان عبور آن به میزان قابل توجهی در ناحیه مرئی با کاهش طول موج کاهش می‌یابد. با توجه به نظریه پراکندگی رایلی، شدت پراکندگی به نسبت  $\lambda^{-4}$  (طول موج) افزایش می‌یابد [۱۷]. مشاهده می‌شود که ضریب عبور در نمونه با کاهش طول موج کاهش می‌یابد و این ممکن است ناشی از پراکندگی ناشی از منافذ و ورودی‌های کوچک باشد. علاوه بر این، زبری سطح سرامیک Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ممکن است بر

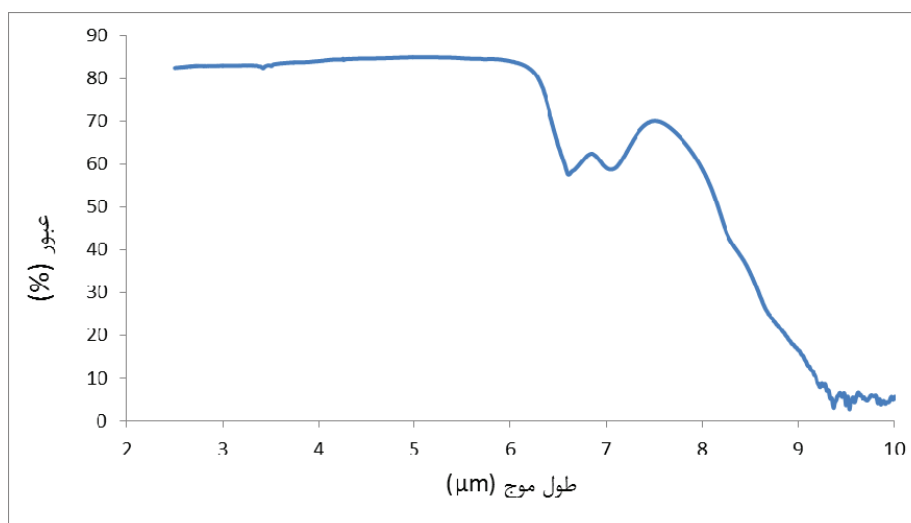


پیوندهای جذب ضعیف ناشی از ناخالصی مانند گروه های  $OH^-$  در  $Y_2O_3$  و نقایص کریستال می باشد [۲۰]. روشن است که رنگ نمونه آلائیده به Nd تیره تر می شود و عبور نمونه تقریباً مستقل از غلظت Nd است.

غلظت ۱٪ آلائیده به Nd می باشد. عبور به میزان ۸۰٪ در محدوده  $3-6 \mu m$  ظاهر می شود و بیشترین عبور به میزان ۸۳/۸٪ در طول موج ۵ میکرومتر اتفاق می افتد که به میزان ۹۸/۳ درصد مقدار تئوری می باشد. لازم به ذکر است که



شکل ۱۲- نمودار عبور نمونه سرامیک شفاف با ۱ درصد غلظت Nd بر حسب طول موج در ناحیه مرئی

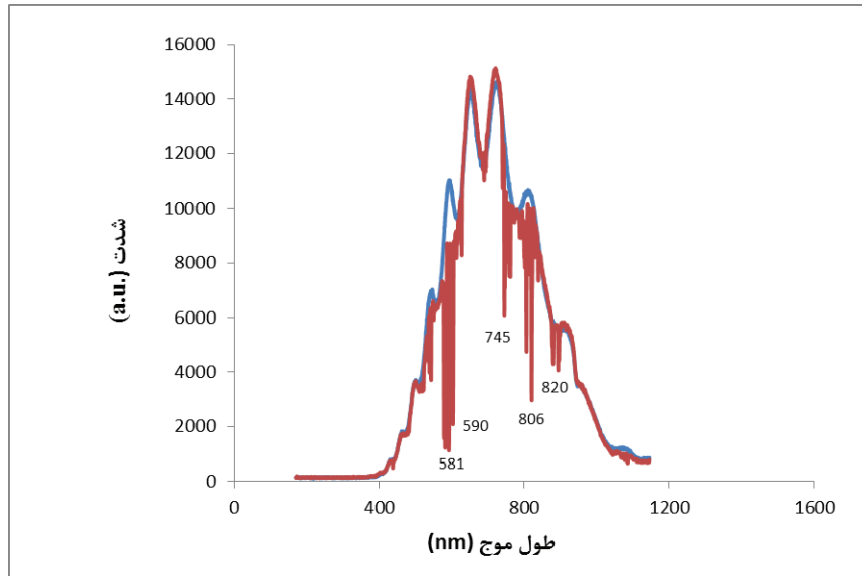
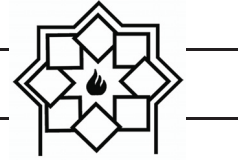


شکل ۱۳- نمودار عبور نمونه سرامیک شفاف با ۱ درصد غلظت Nd بر حسب طول موج در ناحه مادون قرمز متوسط

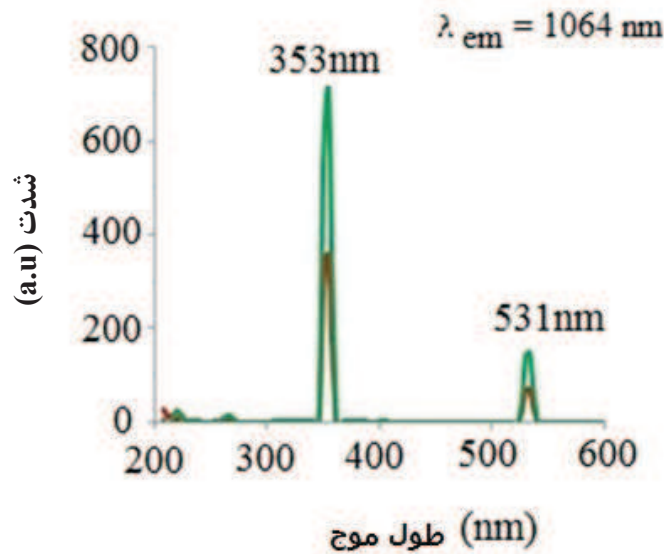
به یون Nd است.

شکل ۱۵ طیف های برانگیختگی که در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر مونیاتور شده برای نمونه هایی که با درصدهای او ۱/۵ درصد آلائیده شده را نشان می دهد.

شکل ۱۴ نشان می دهد که از نمونه با ۱٪ آلائیده به Nd با استفاده از اسپکتروفتومتر S100 جذب و عبور گرفته شده است که جذب در طول موج های ۵۸۱، ۵۹۰، ۷۴۵، ۸۰۶ و ۸۲۰ نانومتر دیده می شود. این طول موج های جذب مربوط



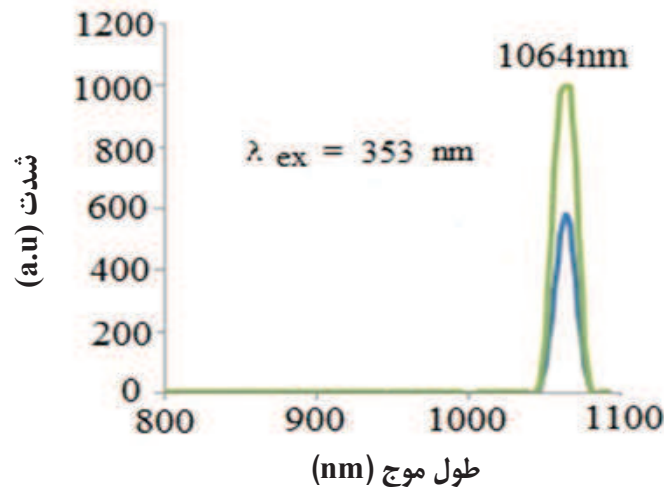
شکل ۱۴- اسپکتروفتومتر از نمونه سرامیکی شفاف  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$  (خط آبی اسپکتروفتومتر بدون نمونه و خط قرمز اسپکتروفتومتر مربوط به نمونه Nd) است.



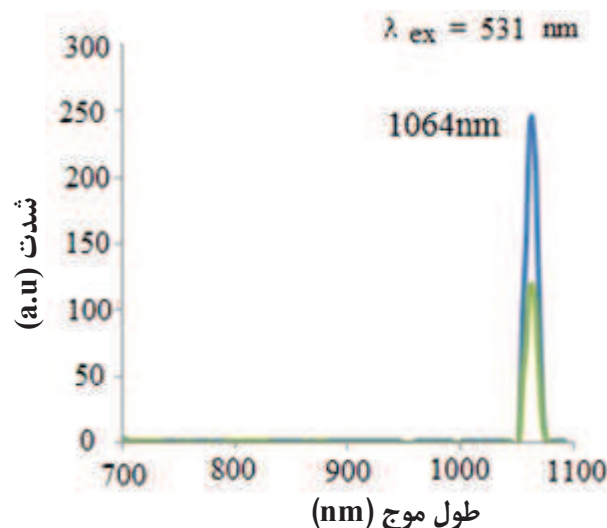
شکل ۱۵- طیف طول موج‌های برانگیختگی که در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر دیده بانی شده است (خط قرمز نمونه ۱/۵ درصد و خط سبز نمونه ۱ درصد آلائیده به Nd)

شکل ۱۷ نشان می‌دهد که شدت گسیل در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر که با طول موج ۳۵۳ نانومتر برانگیخته شده برای نمونه با غلظت ۱٪ در حدود ۲ برابر شدت گسیل برای نمونه با غلظت ۱/۵٪ می‌باشد.

بر اساس شکل ۱۶، شدت گسیل در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر که با طول موج ۳۵۳ نانومتر برانگیخته شده برای نمونه با غلظت ۱٪ در حدود ۲ برابر شدت گسیل برای نمونه با غلظت ۱/۵٪ می‌باشد.



شکل ۱۶- طیف طول موج گسیل که با طول موج ۳۵۳ نانومتر برانگیخته شده است (خط آبی نمونه ۱/۵ درصد و خط سبز نمونه ۱ درصد آلائیده به Nd)



شکل ۱۷- طیف طول موج گسیل که با طول موج ۵۳۱ نانومتر برانگیخته شده است (خط سبز نمونه ۱/۵ درصد و خط آبی نمونه ۱ درصد آلائیده به Nd)

ساخته شد و نتایج زیر بدست آمده‌اند:

- با کاهش غلظت Nd از ۲٪ به ۱٪، متوسط اندازه کریستالیت از ۶۵/۷ به ۳۵/۴ نانومتر کاهش یافت.
- با کاهش غلظت Nd از ۲٪ به ۱٪، تراکم نسبی از ۹۷/۲۶٪ به ۹۹/۵۳٪ افزایش یافت و اندازه دانه متوسط

#### ۴- نتیجه گیری

با استفاده از نانو پودر تجاری Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به عنوان مواد اولیه، سرامیک شفاف Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با دستگاه SPS با دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد برای ۱۵ دقیقه تحت فشار ۷۰ MPa

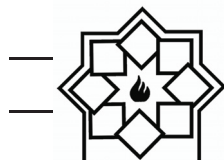


## مراجع

- [1] S.F. Wang, J. Zhang, D.W. Luo, F. Gu, D.Y. Tang, Z.L. Dong, et al., "Transparent ceramics: processing, materials and applications," *Progress in Solid State Chemistry*, Vol. 41, pp. 20–54, 2013.
- [2] L.B. Kong, Y.Z. Huang, W.X. Que, T.S. Zhang, S. Li, J. Zhang, Z.L. Dong, "Transparent Ceramics," Springer, 2015.
- [3] J. Binner, B. Vaidyanathan, "Processing of bulk nanostructured ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 28, pp. 1329–1339, 2008.
- [4] Y. Senatsky, A. Shirakawa, Y. Sato, J. Hagiwara, J. Lu, K. Ueda, *Laser Phys. Lett.*, Vol. 1, pp. 500, 2004.
- [5] R.H. Hoskins, B.H. Soffer, *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 4, pp. 22, 1964.
- [6] D.C. Harris, "Materials for infrared windows and domes," Washington, USA: SPIE-The International Society for Optical Engineering, 1999.
- [7] H. Mingsheng, L. Jianbao, L. Hong, G. Gangfeng, L. Long, "Fabrication of transparent polycrystalline yttria ceramics by combination of SPS and HIP," *Journal of Rare Earths*, Vol. 24, pp. 222–224, 2006.
- [8] H. Yoshida, K. Morita, B.-N. Kim, K. Hiraga, M. Kodo, K. Soga, et al., "Densification of nanocrystalline yttria by low temperature spark plasma sintering," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 91, pp. 1707–1710, 2008.
- [9] R. Chaim, A. Shlayer, C. Estournes, "Densification of nanocrystalline  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ceramic powder by spark plasma sintering," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 29, pp. 91–98, 2009.
- [10] L.I. Mendelson, "Average grain size in polycrystalline ceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 52, pp. 443–446, 1969.
- [11] R.W. Rice, "Comparison of stress

از ۰/۵۲۳ به ۰/۳۹۲ میکرومتر کاهش یافت.

- داده‌های تجربی بدست آمده به وضوح نشان داد که با افزایش تراکم نسبی، سختی از ۷/۳۹ به ۷/۶۹ GPa افزایش یافته است.
- پس از تفجوشی نمونه‌ها جهت حذف جاهای خالی اکسیژن، نمونه‌ها به مدت ۱۰ ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد آنیل شدند.
- نرخ عبور سرامیک شفاف  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$  تفجوشی شده با SPS در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد و در طول موج ۷۰۰ نانومتر، حدود ۷۰ درصد بوده است.
- بهترین عبور خط انتقال در نمونه  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$  تفجوشی شده با SPS در حدود ۸۰٪ در محدود ۳ تا ۵ میکرومتر بوده و بیشترین عبور در طول موج ۵ میکرومتر ۸۳/۶۸٪ بوده که تا ۹۸/۳ درصد مقدار تئوری آن می‌باشد.
- با استفاده از اسپکتروفتومتر S100 که بر روی نمونه  $\text{Y}_2\text{O}_3$  با غلظت ۱٪ آلاینده به یون Nd انجام شده است، محدوده جذب در طول موج‌های ۵۸۱، ۵۹۰، ۷۴۵، ۸۰۶ و ۸۲۰ نانومتر مشاهده شد. این طول موج‌های جذب مربوط به یون Nd است.
- شدت گسیل با تحریک در طول موج ۳۵۳ و ۵۳۱ نانومتر با دیده بانی در ۱۰۶۴ نانومتر برای نمونه با غلظت ۱٪ آلاینده به یون Nd، حدود ۲ برابر بیشتر از شدت گسیل برای نمونه با غلظت ۱/۵٪ آلاینده به یون Nd نمونه است.
- بهترین نمونه سرامیک شفاف  $\text{Y}_2\text{O}_3$  با غلظت ۱٪ آلاینده به نئودیمیم بوده است.



- concentration versus minimum solid area based mechanical property-porosity relations," *Journal of Materials Science*, Vol. 28, pp. 2187–2190, 1993.
- [12] R.W. Rice, "Grain size and porosity dependence of ceramic fracture energy and toughness at 22 °C," *Journal of Materials Science*, Vol. 31, pp. 1969–1983, 1996.
- [13] F.P. Knudsen, "Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline specimens on porosity and grain size," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 42, pp. 367–387, 1959.
- [14] T. Tani, Y. Miyamoto, M. Koizumi, M. Shimada, "Grain size dependences of vickers microhardness and fracture toughness in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics," *Ceramics International*, Vol. 12, pp. 33–37, 1986.
- [15] M. Boniecki, Z. Librant, A. Wajler, W. Wesołowski, H. Weglarz, "Fracture toughness, strength and creep of transparent ceramics at high temperature," *Ceramics International*, Vol. 38, pp. 4517–4524, 2012.
- [16] Ikesue, K. Kamata, T. Yamamoto, and I. Yamaga, "Optical Scattering Centers in Polycrystalline Nd: YAG Laser," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 80 [6], pp. 1517–22, 1997.
- [17] W.B. Liu, W.X. Zhang, J.Li, and Y.B. Pan, "Preparation of Spray-Dried Powders Leading to Nd:YAG Ceramics: The Effect of PVB Adhesive," *Ceram. Int.*, 38 [1], pp. 259–64, 2012.
- [18] L. Jin, G. Zhou, S. Shimai, J. Zhang, S. Wang, "ZrO<sub>2</sub>-doped Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> transparent ceramics via slip casting and vacuum sintering," *J.Eur.Ceram.Soc.*, vol. 30, pp. 2139–2143, 2010.
- [19] Y. Tsukuda, "Properties of black Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sintered bodies," *Materials Research Bulletin*, Vol. 16, pp. 453–459, 1981.