

## نقش عوامل مؤثر بر تغییر خواص نوری بدنه‌های سرامیک ایتریم آلومینیوم گارنت

نوع مقاله: علمی پژوهشی

ملیکا رشادی نژاد<sup>۱</sup>، سید عبدالله نوربخش رضایی<sup>۱\*</sup>، مصطفی میلانی<sup>۲\*\*</sup>

<sup>۱</sup> گروه مهندسی نانوفناوری، دانشکده علوم و فناوری‌های نوین، دانشگاه اصفهان  
<sup>۲</sup> پژوهشکده مواد پیشرفته و انرژی‌های نو، سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران

\* noorbakhsh\_a\_sh@yahoo.com, \*\* m\_milany2000@yahoo.com

### چکیده:

سرامیک ایتریم آلومینیوم گارنت ( $Y_3Al_5O_{12}$ ) یک سرامیک شفاف با رنج وسیعی از کاربردها هم‌چون پنجره‌های با مقاومت مکانیکی بالا، منبع لیزرهای قدرت بالا و آشکارسازهای تابشی است. مهم‌ترین چالش در زمینه ساخت این سرامیک‌ها مشکل کم بودن عبور نور به ویژه در ناحیه مرئی در محدوده ۴۰۰ تا ۷۰۰ نانومتر است که به شدت توسط عوامل مختلف تحت تاثیر قرار گرفته و کاهش پیدا می‌کند. تاکنون تلاش‌های زیادی برای کاهش نواقص ساختاری و ریز ساختاری قطعات ساخته شده با استفاده از این ماده انجام شده است تا خواص نوری در این ناحیه به مقادیر تئوری نزدیک‌تر گردد. در پژوهش حاضر سرامیک شفاف معروف به YAG با خواص نوری بالا با استفاده از نانو پودرهای  $Al_2O_3$  و  $Y_2O_3$  توسط روش سنتز حالت جامد ساخته و در دمای  $1720^\circ C$  به مدت ۱۲ ساعت تفجوشی شد و از ترکیب TEOS (تترااتیل اورتوسیلیکات) به عنوان کمک تفجوش استفاده شد، سپس نمونه‌ها در دو مرحله در دمای  $1200^\circ C$  در ۴ ساعت و  $1300^\circ C$  در ۵ ساعت آنیل شدند. در بررسی ریزساختاری و نوری بدنه‌های سرامیک یگ از آزمون‌های مشخصه‌یابی PL، SEM، EDX، UV-Vis استفاده شد. نتایج نشان داد که نقص‌های اتمی و ساختاری و هم‌چنین وجود برخی ناخالصی‌ها مانند  $Ce^{3+}$  سبب ایجاد جذب و کاهش عبور نور در محدوده طول موج‌های مرئی شده‌اند. در مطالعات صورت گرفته مشخص شد مهم‌ترین عامل در کاهش خواص نوری، وجود نقص‌هایی در ساختار می‌باشد که سبب پراکنش نور شده‌اند.

### اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۷ آذر ۱۳۹۷  
پذیرش: ۲۰ آبان ۱۳۹۸

### کلید واژه:

خواص نوری، سرامیک شفاف، یگ، نانوذرات، آلاینده‌ها

### ۱- مقدمه

مواد شفاف نوری متعارف عبارتند از شیشه‌ها، پلیمرها و هیدریدهای قلیایی که کاربرد گسترده‌ای در صنعت و زندگی روزانه دارند. البته این مواد دارای معایبی نیز هستند، استحکام

مکانیکی ضعیفی دارند و گاهی اوقات پایداری شیمیایی و فیزیکی ندارند. از همه مهم‌تر این مواد در محدوده فرورسرخ جذب بالایی دارند که همین امر منجر می‌شود تا برای کاربردهای نوری در این ناحیه مناسب نباشند. امروزه می‌توان



از مواد شفاف جدیدی استفاده کرد که ویژگی‌های اصلاح شده داشته باشند [۱-۳]. از جمله مواد جدید مورد استفاده سرامیک‌های نوری پلی کریستال هستند. این سرامیک‌ها مزیت‌های مختلفی نسبت به تک بلورها دارند، مانند مقرون به صرفه بودن، قابلیت تولید در مقیاس بزرگ، امکان کنترل شکل و ویژگی‌های بهتر مکانیکی. اما در مقابل، نسبت به تک بلورها، مکان‌های متنوع برای پراش نور، شامل حفرات باقی‌مانده در دانه‌ها، مرز دانه‌ها و فازهای ثانویه دارند و امکان وجود پدیده شکست در آن‌ها جود دارد [۴]. ایتیریم آلومینیوم گارنت (YAG) جزو مواد شفاف گروه گارنت و یکی از سه فاز حالت جامد ایتیریا - آلومینا است، به صورتی که دو فاز دیگر ایتیریم آلومینیوم مونوکلینیک (YAM) و ایتیریم آلومینیوم پروسکسپلیت (YAP) هستند. YAG ساختار مکعبی داشته و سیستم بلوری متقارن دارد [۳].

در شکل‌دهی سرامیک‌ها (نوری و غیرنوری) و در روش‌های مبتنی بر پودر، اصول خاصی از جمله توزیع اندازه ذرات، میزان آگلومراسیون پودرها، میزان روانروی و ... در انتخاب ماده اولیه وجود دارد. بعد از انتخاب صحیح پودر اولیه انتخاب روش مناسب برای شکل‌دهی بسیار اهمیت دارد. شکل‌دهی باید به گونه‌ای باشد که بتوان به قطعه‌ای با توزیع یکنواخت تخلخل و همچنین به حداکثر دانسیته خام دست یافت. هر چه توزیع تخلخل‌ها یکنواخت‌تر باشد ریزساختار نهایی یکنواخت‌تر می‌شود که خود عاملی برای بالا بردن شفافیت است. کلید به‌دست آوردن ساختار زیر میکرونی در انتخاب فرآیند است، تا از هرگونه کلوخه شدن جلوگیری کند، در واقع پارامتری که باید در تمام فرآیند بهینه شود، جلوگیری از کلوخه شدن پودر و ایجاد تخلخل (بین کلوخه‌ها) است [۵]. از آنجایی که

پودرهای نانو با اندازه کمتر  $100\text{ nm}$  تمایل به کلوخه شدن دارند، هموزن‌تر شدن قطعه سرامیکی در اندازه ذرات بین  $100\text{ nm}$  تا  $200\text{ nm}$  بهتر اتفاق می‌افتد [۶،۷].

نور هنگام عبور از یک ماده برهم‌کنشی به صورت ترکیبی از بازتاب، عبور، پراکندگی و یا جذب دارد. این برهم‌کنش‌ها به طول موج نور تابشی و ماهیت ماده وابسته است [۸]. عوامل تاثیرگذار بر میزان عبور ماده نیز جذب، بازتابش نور، شکست نور، تابش، پراکندگی و تداخل رنگی را است. همچنین از جمله مهم‌ترین مکانیزم‌های ایجاد رنگ در بدنه‌های سرامیکی، نقص مراکز رنگ و ناخالصی‌های موجود در قطعه نهایی است [۹،۱۰]. مطالعات در مورد تفجوشی سرامیک‌های شفاف، عمدتاً بر حذف حفره‌ها و اجتناب از ایجاد فاز ثانویه تمرکز می‌کند، زیرا به شدت بر انتقال نور تاثیر گذارند. با این وجود، نقص‌های نوری دیگر مانند مراکز رنگ، هنگامی که نقص‌های پراکندگی نور از بین می‌روند، قابل اهمیت می‌شوند [۱۱-۱۳]. در سرامیک‌ها نقص‌های نقطه‌ای مختلف (تک یا خوشه‌ای) مانند مراکز رنگ می‌توانند به‌عنوان جای خالی اکسیژن فعال (VO) حاوی یک، دو یا سه الکترون به دام افتاده، به ترتیب به نام‌های  $F^-$ ،  $F$ ،  $F^+$  باشند. جاهای خالی اکسیژن ایجاد شده در سرامیک‌ها به علت شرایط تفجوشی تحت خلا، می‌توانند موجب ایجاد رنگ‌های مختلف شوند [۱]. وجود ناخالصی در مواد اولیه موجب تحت تاثیر قرار گرفتن پدیده‌ی جذب و در نتیجه تغییر رنگ قطعه نهایی می‌شود. جذب پارازیتی توسط ناخالصی‌های موجود در سرامیک‌های پلی بلور شفاف می‌تواند به‌طور قابل توجهی عملکرد آن‌ها را مختل کند. ناخالصی‌ها باعث ایجاد ترازهای میانی و تغییر در میزان گاف انرژی مابین تراز ظرفیت و تراز رسانش خواهد



در غلظت‌های بالای ۱۰۰۰ppm موجب ایجاد رنگ در قطعه یگ می‌شوند [۱۸]. با توجه به اهمیت بسیار بالای سرامیک‌های شفاف یگ در صنایع مختلف، و مشکلات موجود در زمینه کم بودن شدت و محدوده عبور نوری در سرامیک‌ها و عدم وجود مطالعات کافی در این زمینه، در پژوهش حاضر به منظور بررسی عوامل موثر بر خواص نوری این سرامیک‌ها، سرامیک‌های یگ با ابعادی در حدود چند سانتی‌متر شکل‌دهی و سنتز گردید و ریزساختار و خواص نوری آن‌ها توسط روش‌های مشخصه‌یابی PL، SEM، EDX، UV-Vis بررسی گردید.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش از پودر آلومینای نانویی ( $Al_2O_3$ ) تهیه شده از شرکت Us- nano و از ایترای ( $Y_2O_3$ ) تهیه شده از شرکت Mrek milipore استفاده شد. کمک تفجوش تترااتیل اورتوسیلیکات (TEOS) از شرکت Merk milipore و هم‌چنین دولاپیکس CE64 به‌کاربرده شده به‌عنوان پراکنده‌ساز، از شرکت Zschimme&Schward تهیه شد. ساخت دوغاب با پودرهای نانویی آلومینا و ایتریا و کلوخه‌زدایی دوغاب به‌وسیله آسیاب سیاره‌ای شرکت امین آسیا فناور پارس صورت گرفت. برای ساخت دوغاب ۷۵ درصد وزنی بارجامد، ابتدا پودرهای اولیه آلومینا و ایتریا به‌ترتیب با میزان ۴۳ و ۵۷ درصد وزنی توزین شده و با توجه به بار جامد ۷۵ درصد وزنی، میزان آب اندازه‌گیری شد. از دولاپیکس CE64 ۱/۵ درصدوزنی و تترااتیل اورتو سیلیکات (TEOS) ۰/۵ درصد وزنی استفاده شد. ابتدا میزان آب اندازه‌گیری شده درون ظرف آلومینایی آسیاب سیاره‌ای ریخته

شد. هر چه باند گپ بزرگتر باشد تاثیر ناخالصی روی نمونه کمتر خواهد بود. بیشترین جاذب‌های جذب کننده پارازیتی که قادر به انتقال در ناحیه مرئی هستند، در سرامیک‌ها با آنالیزهای مختلفی از جمله آنالیز UV-Vis و فوتولومینسانس قابل شناسی هستند [۱، ۱۴]. افزودن تترااتیل اورتوسیلیکات (TEOS)، باعث بهبود تفجوشی سرامیک‌های یگ می‌شود و برای به‌دست آوردن سرامیک‌های یگ با شفافیت بالا غیرقابل صرف‌نظر است [۱۵]. اگر افزودن TEOS کمتر از ۰/۰۵ یا بیشتر از ۳ درصد وزنی باشد سرامیک‌های تفجوشی شده مات خواهند شد. در سرامیک YAG با ۰/۰۵ درصد وزنی TEOS، رشد دانه غیر نرمال اتفاق می‌افتد و حفره‌ها در داخل دانه‌ها به دام می‌افتند. اگر این اتفاق بیافتد، فرآیند تفجوشی تقریباً متوقف می‌شود. اگر افزودن TEOS بیش از ۳wt% باشد مقادیر زیادی فاز مذاب ایجاد می‌شود که برخی تخلخل‌های باقی‌مانده در مرزدانه‌ها برجای می‌مانند که برای شفافیت سرامیک‌های یگ مضر است. در نمونه‌هایی با ۰/۵ درصد وزنی TEOS، حفره‌ها به‌طور کامل حذف می‌شوند و سرامیک‌هایی شفاف با ریزساختار یکنواخت به دست می‌آید [۱۵-۱۷].  $Ce^{+3}$  و  $Y^{+2}$  در ساختار سرامیک یگ موجب جذب پارازیتی و تحت تاثیر قرار دادن رنگ قطعه می‌شوند.  $Ce^{+3}$  به‌عنوان ناخالصی در پودر اولیه در طیف عبوری قطعه در طول موج ۴۶۵nm موجب جذب شده و ایجاد رنگ زرد در قطعه یگ شفاف می‌کند. هم‌چنین  $Y^{+2}$  نیز در ۴۹۰nm موجب ایجاد پیک جذبی شده و به‌عنوان نقص ذاتی شبکه یگ شناخته می‌شود.  $Y^{+2}$  به‌دلیل شرایط تفجوشی تحت خلا و خارج شدن آنیون‌ها از ساختار ایجاد شده و در ساختار یگ ایجاد رنگ مایل به قرمز می‌کند. هم‌چنین  $Ti^{+3}$  و  $Ce^{+6}$



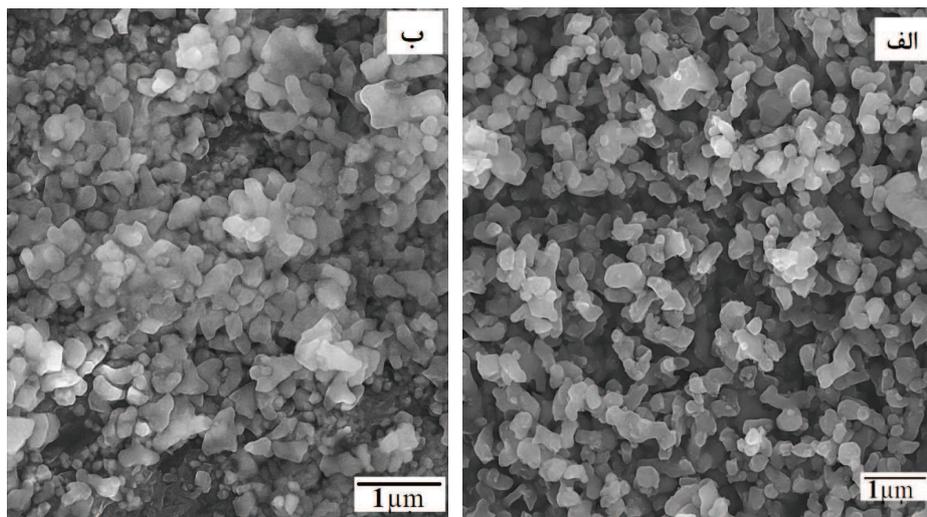
گرفت. از آزمون‌های SEM با دستگاه مدل JEOL6710 و EDX برای بررسی ریزساختار بدنه‌های نهایی استفاده شد. همچنین برای بررسی ناخالصی‌های موجود در پودرهای اولیه آزمون ICP با دستگاه ICP-OES مدل OES-۷۳۰ نیز به منظور بررسی‌های تکمیلی استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی و مشخصه‌یابی آلومینا و ایتیریای مورد استفاده

به منظور بررسی مورفولوژی پودرهای آلومینا و ایتیریای اولیه، تصاویر FESEM این ترکیبات ثبت و بررسی شد. شکل ۱-الف نشان‌دهنده‌ی ذرات پودر آلومینا است. ذرات آلومینای استفاده شده به طور میانگین دارای اندازه کمتر از ۲۰۰nm بوده و تقریباً همگن هستند. همچنین مورفولوژی پودر آلومینا به صورت گوشه‌دار می‌باشد. شکل ۱-ب نیز نشان‌دهنده‌ی ذرات پودر ایتیریا است. تصویر ۱-ب نشان می‌دهد که ذرات پودر ایتیریا دارای ابعادی در حدود ۱۵۰nm بوده و به صورت گوشه دار می‌باشند.

شد و دولایپیکس نیز به آن اضافه گردید. نسبت وزنی گلوله به پودر در این فرآیند ۵ به ۱ می‌باشد. از گلوله‌های آلومینایی به قطر ۱cm استفاده شد. سپس ظرف آسیاب سیاره‌ای درون دستگاه با سرعت ۱۹۶ تا ۲۰۴ دور بر دقیقه قرار گرفت. بعد از ۲۰ دقیقه میزان کمک تفجوش اندازگیری شده اضافه شد. در ادامه ظرف آسیاب سیاره‌ای به مدت ۱۵ ساعت و ۲۰ دقیقه درون دستگاه قرار گرفت. سوسپانسیون به دست آمده بر روی یک لوح آلومینایی متخلخل ریخته‌گری شد. قرص‌های تشکیل شده بعد از ۳ روز از قالب خارج گردید و به مدت ۲۴ ساعت در دمای  $110^{\circ}\text{C}$  در آون خشک شد. تفجوشی بدنه‌ها به منظور تشکیل فاز YAG به مدت ۱۲ ساعت در خلاء  $10^{-5}$  torr در دمای  $1720^{\circ}\text{C}$  انجام شد. بدنه‌های نهایی تفجوشی شده در دو مرحله در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۴ ساعت و  $1300^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۵ ساعت با نرخ ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه تحت جو هوا آئیل شدند. به منظور بررسی خواص نوری، آزمون‌های مشخصه‌یابی مانند PL مدل Shimadzu FT-IR, shimadzu RF 5301 PC مدل Shimadzu و همچنین UV-Vis مدل Jasco, V-670 انجام



شکل ۱- ریزساختار پودر اولیه، الف) آلومینا، ب) ایتیریا.



مرحله در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۴ ساعت و  $1300^{\circ}\text{C}$  به مدت ۵ ساعت تحت دمای کوره قرار گرفت. شکل ۳ نشان‌دهنده‌ی تصاویر قطعه یگ قبل و بعد از فرآیند آنیل است. همچنین به منظور بررسی ریزساختار قطعه یگ قبل و بعد از فرآیند آنیل، تصاویر SEM از ریزساختار بدنه‌های تهیه شده، گرفته شد. تصویر SEM شکل ۲-الف نشان‌دهنده‌ی ریزساختار قطعه تفجوشی شده است. تصویر SEM شکل ۲-ب نشان‌دهنده‌ی ریزساختار همان قطعه بعد از فرآیند آنیل است. با توجه به تصویر شکل ۲-الف قطعه یگ قبل از فرآیند آنیل فاقد فاز ثانویه بوده و دارای حفرات بسیار ریزی در ریزساختار است. همچنین با توجه به شکل ۲-ب قطعه بعد از آنیل نیز فاقد فاز ثانویه است ولی به دلیل قرار گرفتن تحت دمای کوره، حفرات بزرگتر شده‌اند. با توجه به شکل ۳-الف قطعه یگ تفجوشی شده دارای رنگی متمایل به قرمز است. ولی در تصویر ۳-ب، قطعه بعد از قرار گرفتن تحت فرآیند آنیل به رنگی متمایل به زرد شفاف تغییر یافت.

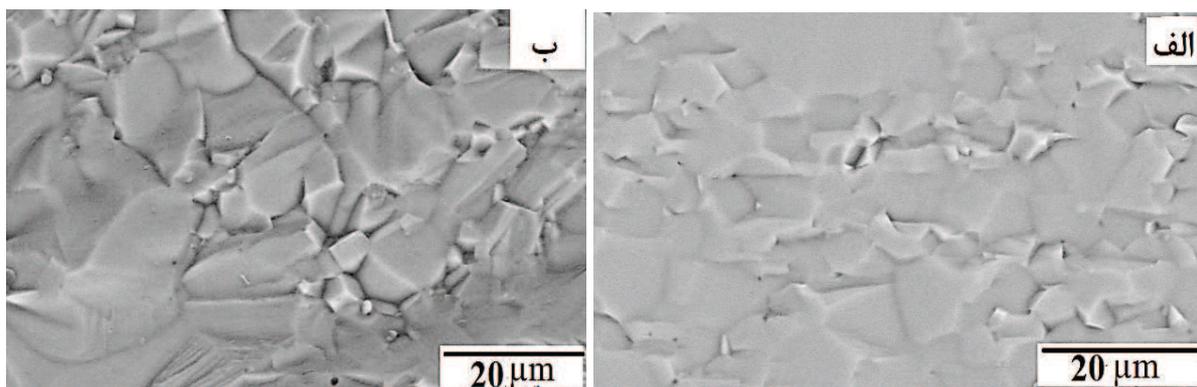
میزان ناخالصی‌های موجود در پودر اولیه توسط آنالیز ICP اندازه‌گیری شد. آنالیز ICP نشان می‌دهد میزان آهن در پودر آلومینا و ایتریا به ترتیب ۲۱۹ و ۱۲۱ ppm است و میزان کلسیم در پودرهای آلومینا و ایتریای اولیه بالای ۱۰۰ ppm است. همچنین میزان ناخالصی Ce در ایتریا ۱۲۴ ppm است. این ناخالصی‌ها ممکن است در خواص نوری قطعه نهایی تاثیرگذار باشند.

جدول ۱- ناخالصی‌های پودر اولیه

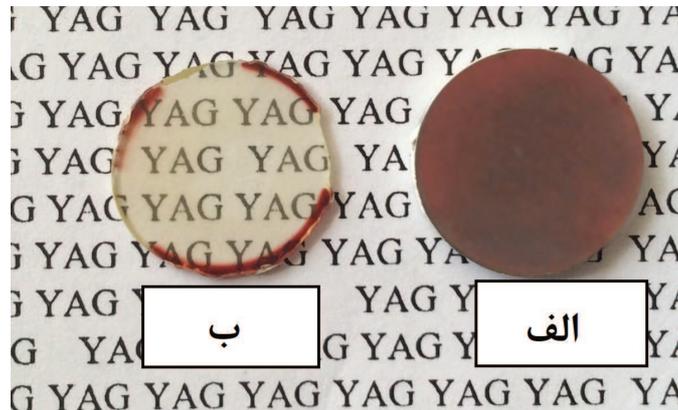
نوع پودر	Ca (ppm)	Sc (ppm)	Co (ppm)	Ce (ppm)	Cr (ppm)	Fe (ppm)
آلومینا	۳۹۲	<۰/۵	<۱	۷	۷	۲۱۹
ایتریا	۱۲۱	<۱	<۱	۱۲۴	۳	۱۲۱

### ۳-۲- بررسی اثر فرآیند آنیل بر ریز ساختار و خواص قطعه یگ

در ابتدا قطعه خام تهیه شده، به مدت ۱۲ ساعت در دمای  $1720^{\circ}\text{C}$  درجه‌ی سانتی‌گراد تفجوشی شد. سپس به منظور بررسی تاثیر فرآیند آنیل قطعه یگ تفجوشی شده در دو



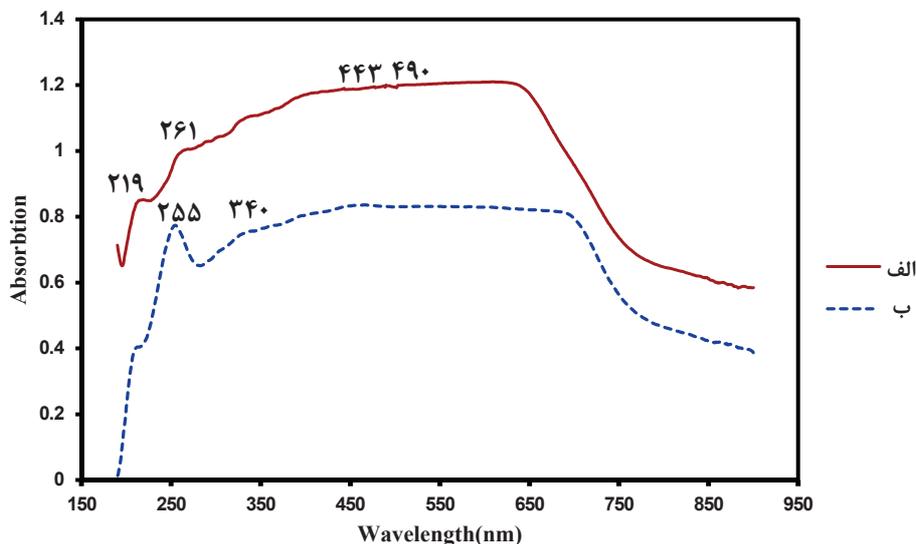
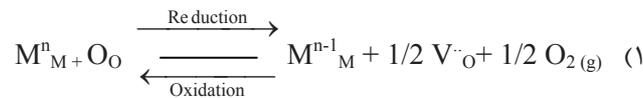
شکل ۲- تصاویر SEM از سطح شکست قطعه یگ شفاف، الف) قبل از آنیل ب) بعد از فرآیند آنیل



شکل ۳- تصاویر قطعه یگ شفاف (الف) قبل از آنیل (ب) بعد از آنیل

در  $490\text{ nm}$  دیده می‌شود که می‌تواند مربوط به شکل‌گیری ناخالصی ذاتی  $Y^{2+}$  در سرامیک یگ باشد. در تفجوشی تحت خلا به دلیل خارج شدن آنیون‌ها (اکسیژن‌ها) یکسری جاهای خالی اکسیژن به وجود می‌آید که بار شبکه یگ را مثبت می‌کند. بنابراین  $Y^{3+}$  در ساختار یگ تحت تفجوشی خلاء به  $Y^{2+}$  تبدیل شده و رنگ سرامیک را به قرمز تغییر خواهد داد [۱۸]. با توجه به جدول ۱ پودر ایتریا و آلومینا به ترتیب حاوی ۱۲۱ و  $219\text{ ppm}$  ناخالصی آهن هستند. وجود ناخالصی آهن بر جذب و خواص نوری قطعه تاثیرگذار است. طبق معادله ۱، در طول تفجوشی تحت اتمسفر خلاء، جای خالی اکسیژن  $V_2O_5$  ایجاد شده و یون‌های ناخالصی، مانند  $Fe^{+3}$  برای جبران بار جای خالی اکسیژن ایجاد شده احیا می‌یابند. بعد از فرآیند آنیل و پرشدن جاهای خالی آنیونی،  $Fe^{+2}$  به  $Fe^{+3}$  تغییر پیدا می‌کند. بنابراین پیک جذبی  $255\text{ nm}$  در نمودار قطعه بعد از آنیل مربوط به ناخالصی  $Fe^{+3}$  است [۲۱]. هم‌چنین پیک جذبی  $340\text{ nm}$  در نمودار قطعه بعد از آنیل می‌تواند مربوط به نقص  $F^-$  (جای خالی آنیونی) با احتمال قرارگیری سه الکترون) باشد [۲۲]. پس نقص‌های به وجود آمده در حین فرآیند تفجوشی بعد از آنیل به‌طور کامل از بین نخواهند رفت.

در ادامه برای بررسی عواملی که در سرامیک شفاف یگ باعث جذب می‌شوند، آنالیز UV-Vis انجام شد. شکل ۴-الف مربوط به طیف جذبی قطعه قبل از آنیل و طیف جذبی ۴-ب مربوط به همان قطعه بعد از آنیل است. با قرار گرفتن قطعه خام ریخته‌گری شده در کوره تحت خلا حین فرآیند تفجوشی، جاهای خالی اکسیژن ایجاد می‌شوند [۱۸]. شکل ۴ نشان‌دهنده پیک‌های جذبی مربوط به نقص‌های ایجاد شده در شبکه یگ است. با توجه به نمودار شکل ۴ مشاهده می‌شود که YAG قبل از فرآیند آنیل، به طور کلی دارای جذب بیشتری نسبت به بعد از آنیل است. همان‌طور که در نمودار الف نشان داده شده است، قطعه قبل از آنیل از طول موج  $400$  تا حدود  $600$  دارای بیشترین جذب است. پیک جذبی  $261\text{ nm}$  در نمودار قطعه قبل از آنیل مربوط به نقص  $F^+$  (جای خالی آنیونی) با احتمال قرارگیری یک الکترون) است [۱۹]. هم‌چنین تترائیل اورتوسیلیکات (TEOS) به کار برده شده به‌عنوان کمک تفجوش، موجب شکل‌گیری نقص FA (جاهای خالی اکسیژن‌ها درون آن‌ها قرار گرفته و تثبیت آن‌ها توسط ناخالصی کاتیونی) می‌شود، که در طول موج  $443$  در قطعه قبل از آنیل باعث جذب شده است [۲۰]. در طیف جذبی نمودار قطعه قبل از آنیل یک پیک جذبی کوچک



شکل ۴- طیف جذبی قطعات سرامیک یگ، الف) قبل از آنیل ب) بعد از فرآیند آنیل

تفجوشی باشند که بعد از آنیل از بین رفته‌اند. همان‌طور که مشخص است بعضی از نقص‌های مراکز رنگ در قطعه قبل از آنیل وجود دارند و همچنان بعد از آنیل از بین نخواهند رفت.

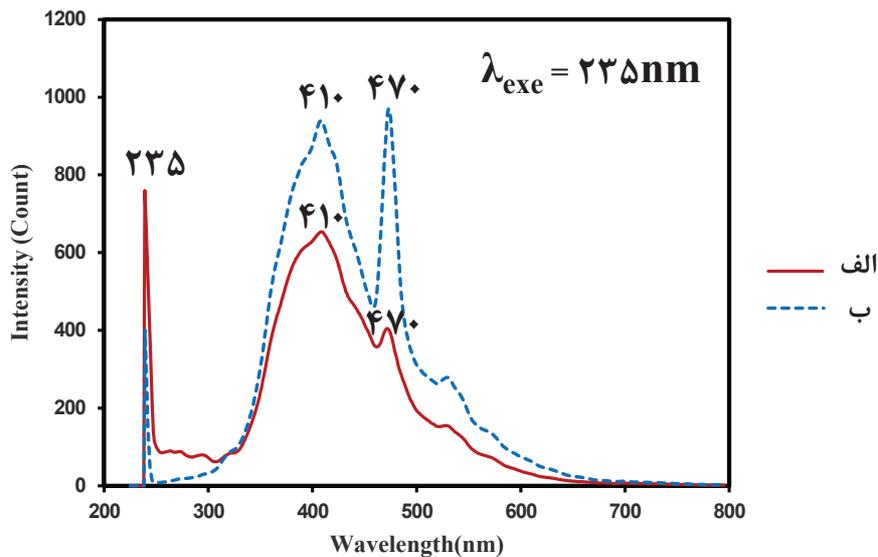
به‌منظور بررسی تاثیر فرآیند آنیل بر ساختار بلوری قطعه یگ شفاف ساخته شده از آنالیز پراش پرتو ایکس استفاده شد. با توجه به شکل ۶ نمودار الف مربوط به قطعه یگ قبل از فرآیند آنیل و نمودار ب مربوط به همان قطعه بعد از آنیل است. با توجه به الگوی پراش پرتو ایکس، نمودار قطعه بعد از آنیل مطابق با الگوی استاندارد یگ شفاف است. ولی نمودار قطعه قبل از آنیل نسبت به نمودار بعد از آنیل، به میزان ۰/۱۵ جابجایی پیک دارد. با توجه به بررسی‌های صورت گرفته در قسمت‌های قبل، حین فرآیند تفجوشی تحت خلاء، جاهای خالی آنیونی به‌وجود می‌آید که بعد از

به‌منظور بررسی بیشتر نقص‌های ایجاد شده در ریز ساختار قطعه نهایی، آنالیز فوتولومینسانس گرفته شد. در این قسمت طول موج ۲۳۵nm به‌عنوان طول موج تحریک برای برانگیختگی الکترون‌ها از حالت پایه به حالت برانگیخته انتخاب شد. با توجه به شکل ۵ پیک‌های ۲۳۵ و ۴۷۰nm را می‌توان به‌ترتیب به هارمونیک مرتبه اول و دوم نسبت داد. پیک نشری ۴۱۰nm در نمودار الف و ب مربوط به نقص  $F^+$  (جای خالی آنیونی با یک الکترون جایگزیده) است [۲۳، ۱۹، ۲۴]. هم‌چنین پیک نشری در طول موج ۳۰۰nm مربوط به نقص‌های ناشناخته درون ساختار سرامیک یگ است [۲۵]. در محدوده طول موج‌های ۲۰۰ تا ۳۰۰nm پیک‌هایی در قطعه قبل از آنیل حضور دارند که این پیک‌ها بعد از آنیل حذف شده‌اند. این پیک‌ها می‌توانند مربوط به نقص‌های ایجاد شده حین فرآیند

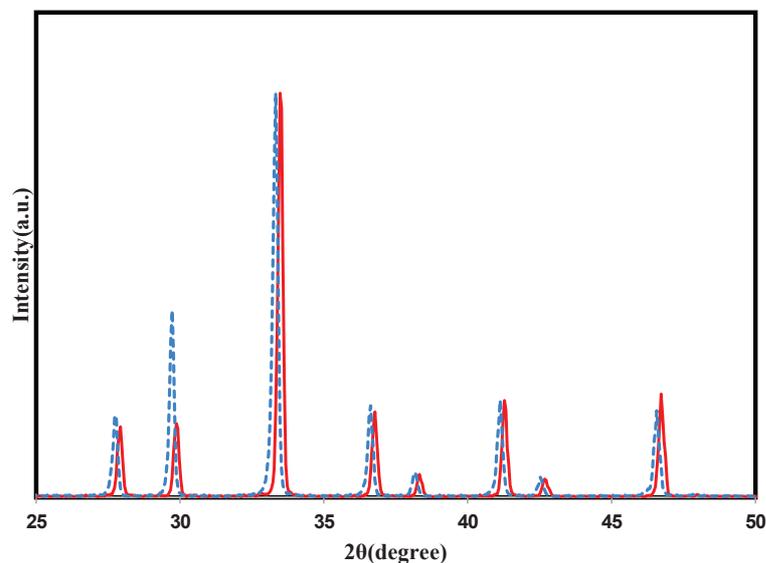


به دلیل استحکام کم پیوند Y-O به وجود می‌آید [۲۶]. با خروج اکسیژن از ساختار ثابت شبکه تغییر کرده و شبکه دچار کرنش شدید می‌گردد. کرنش‌های شبکه نیز در پراکنش اشعه ایکس سبب جابجایی پیک خواهد شد [۲۷،۲۸]

فرآیند آنیل به میزانی این جاهای خالی پر می‌شوند [۲]. دلیل این میزان جابجایی پیک در الگوی پراش پرتو ایکس در قطعه قبل از آنیل، مربوط به نقص‌های به وجود آمده حین فرآیند تفجوشی در این قطعه است. این نقص‌ها شامل جای خالی اکسیژن است که در شرایط تفجوشی خلاء و



شکل ۵- طیف نشری فوتولومینسانس قطعه یگ با طول موج تحریک ۲۳۵nm، الف) قبل از آنیل، ب) بعد از آنیل

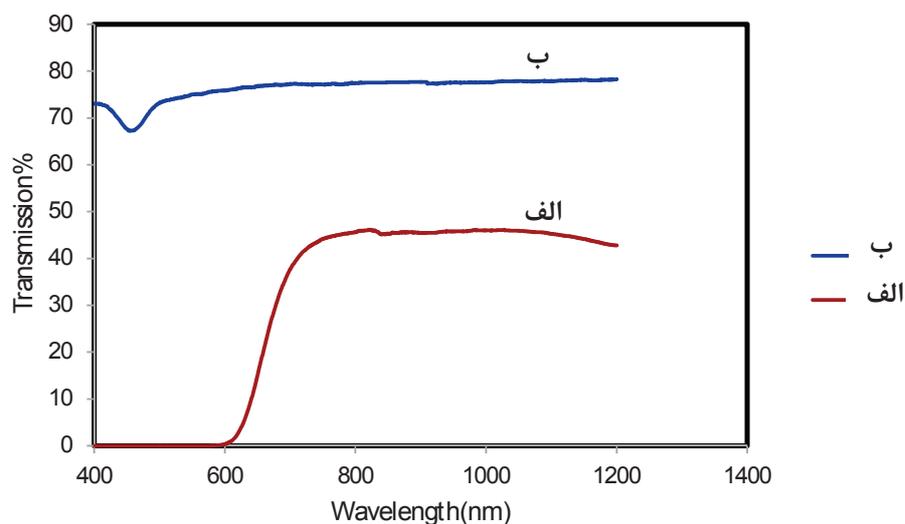


شکل ۶- نمودار پراش پرتو ایکس قطعه یگ، الف) قبل از آنیل، ب) بعد از آنیل



عبور می‌شوند. میزان عبور قطعه یگ شفاف در ۴۵۲nm به حدود ۶۷٪ دچار افت شده است. مطابق جدول ۱ پودر ایتریا حاوی ۱۲۴ppm ناخالصی سریم ( $Ce^{+3}$ ) است. این افت عبور در ۴۵۲nm در نمودار قطعه بعد از آنیل را می‌توان به وجود این ناخالصی نسبت داد [۱۸]. با توجه به تصویر ۳-ب قطعه آنیل شده به دلیل وجود ناخالصی سریم، به رنگ شفاف مایل به زرد است. پس با توجه به بررسی‌های صورت گرفته، عبور قطعه قبل از آنیل به دلیل نقص‌های ایجاد شده در حین فرآیند تفجوشی، در تمام نواحی کمتر از قطعه آنیل شده است.

همچنین به منظور بررسی تاثیر فرآیند آنیل بر میزان عبور قطعه یگ شفاف، نمودار عبور بر حسب طول موج، برای این قطعه قبل و بعد از آنیل در شکل ۷ رسم شد. با توجه به نمودار ۷-الف عبور قطعه قبل از آنیل در طول موج‌های ۴۰۰ تا ۶۰۰nm صفر بوده و از ۶۰۰nm تا ناحیه مادون قرمز نزدیک عبور قطعه تا ۴۳٪ افزایش می‌یابد. میزان عبور قطعه بعد از آنیل در شکل ۷-ب در ناحیه مرئی حدود ۷۰٪ بوده و در ناحیه مادون قرمز نزدیک حدود ۸۰٪ است. طبق بررسی‌های صورت گرفته عوامل مختلفی مانند ناخالصی‌های موجود در پودر اولیه در قطعه شفاف باعث افت



شکل ۷- عبور قطعه یگ شفاف در ناحیه مرئی و مادون قرمز نزدیک، الف) قبل از آنیل، ب) بعد از آنیل.

فاقد فاز ثانویه است ولی حفرات، به دلیل قرار گرفتن تحت دمای کوره بزرگتر شده‌اند. قطعه یگ قبل از آنیل دارای رنگی متمایل به قرمز و رنگ قطعه بعد از آنیل به رنگی متمایل به زرد تغییر یافت. در طیف UV-Vis کل نمودار قطعه قبل از آنیل دارای جذب بیشتر و بالاتر از نمودار بعد از آنیل قرار گرفت. طیف جذبی قطعه قبل از آنیل، از طول

#### ۴- نتیجه‌گیری

سرامیک ایتریم آلومینیوم گارنت ( $Y_3Al_5O_{12}$ ) با روش تفجوشی تحت خلا با مقدار مشخصی TEOS به‌عنوان کمک تفجوش تهیه شد. با توجه به تصاویر SEM قطعه یگ قبل از فرآیند آنیل فاقد فاز ثانویه بوده و دارای حفرات بسیار ریزی در ریزساختار است قطعه بعد از آنیل هم‌چنان



ساختار نیز سبب برهم زدن ساختار شبکه و ایجاد جذب در برخی از طول موج‌ها می‌شود.

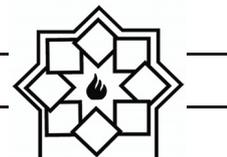
## مراجع

- [1] Krell, J. Klimke, T. Hutzler, "Transparent compact ceramics: inherent physical issues", *Optical Materials*, Vol. 31 , p.p1144-1150,2009.
- [2] D. W. Richerson, "Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design", CRC press, 2005.
- [3] B. C. Smith, "Fundamentals of Fourier transform infrared spectroscopy", CRC press, 2011.
- [4] S. Wang, J. Zhang, D. Luo, F. Gu, D. Tang, Z. Dong, G.E. Tan, W. Que, T. Zhang, S. Li, "Transparent ceramics: processing, materials and applications", *Progress in Solid State Chemistry*, Vol. 41, pp.20-54, 2013.
- [5] H. Ferkel, R. Hellmig, "Effect of nanopowder deagglomeration on the densities of nanocrystalline ceramic green bodies and their sintering behaviour", *Nanostructured Materials*, Vol. 11, pp.617-622, 1999.
- [6] A. Krell, J. Klimke, T. Hutzler, "Advanced spinel and sub- $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  for transparent armour applications", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol.

موج ۴۰۰ تا حدود ۶۰۰ دارای بیشترین جذب است. پیک جذبی ۲۶۱nm در قطعه قبل از آنیل مربوط به نقص  $\text{F}^+$  (جای خالی آنیونی با احتمال قرارگیری یک الکترون) است. همچنین تترائیل اورتوسیلیکات (TEOS) به کار برده شده به‌عنوان کمک‌تفجوش موجب شکل‌گیری نقص  $\text{F}_A$  (جاهای خالی اکسیژن که الکترون‌ها درون آن‌ها قرار گرفته و تثبیت آن‌ها توسط ناخالصی کاتیونی) می‌شود، که در طول موج ۴۴۳nm در نمونه قبل از آنیل باعث جذب شده است. در طیف جذبی قبل از آنیل، یک پیک جذبی کوچکی در ۴۹۰nm دیده می‌شود که می‌تواند مربوط به شکل‌گیری ناخالصی ذاتی  $\text{Y}^{+2}$  در سرامیک یگ و دلیل ایجاد رنگ قرمز باشد. همچنین پیک جذبی ۲۵۵ nm در قطعه بعد از آنیل مربوط به ناخالصی  $\text{Fe}^{+3}$  است. در نمودار عبور بر حسب طول موج، افت عبور در ۴۵۲nm مربوط به ناخالصی سریوم ( $\text{Ce}^{+3}$ ) است. در آنالیز فوتولومینسانس پیک نشری ۴۱۰nm در قطعه بعد از آنیل مربوط به نقص  $\text{F}^+$  (جای خالی آنیونی با یک الکترون جایگزیده) است. همچنین پیک نشری در طول موج ۳۰۰nm مربوط به نقص‌های ناشناخته درون ساختار سرامیک یگ است. در محدوده ۲۰۰ تا ۳۰۰nm پیک‌هایی در قطعه قبل از آنیل حضور دارند که این پیک‌ها بعد از آنیل حذف شده‌اند. این پیک‌ها می‌توانند مربوط به جاهای خالی اکسیژن ایجاد شده در ساختار باشند. همچنین آنالیز پراش پرتو ایکس نیز نشان داد که قطعه یگ قبل از آنیل نسبت به همان قطعه بعد از آنیل دارای جابه‌جایی پیک است. در نتیجه مهم‌ترین عامل در کاهش خواص نوری، وجود نقص‌های در ساختار می‌باشد که سبب پراکنش نور شده‌اند. جاهای خالی اکسیژن ایجاد شده در



- [14] R. Apetz, M. P. Van Bruggen, "Transparent alumina: a light - scattering model", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 86, pp. 480-486, 2003.
- [15] L. Wen, X. Sun, Z. Xiu, S. Chen, C.-T. Tsai, "Synthesis of nanocrystalline yttria powder and fabrication of transparent YAG ceramics", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 24, pp. 2681-2688, 2004.
- [16] Y. Li, S. Zhou, H. Lin, X. Hou, W. Li, H. Teng, T. Jia, "Fabrication of Nd: YAG transparent ceramics with TEOS, MgO and compound additives as sintering aids", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 502, pp. 225-230, 2010.
- [17] Y. HUANG, D. JIANG, J. ZHANG, L. Qingling, Z. HUANG, "Sintering of transparent Nd: YAG ceramics in oxygen atmosphere", Journal of Rare Earths, Vol. 31, pp. 153-157, 2013.
- [18] A. Goldstein, A. I. Shames, A. J. Stevenson, Z. Cohen, M. Vulfson, "Parasitic Light Absorption Processes in Transparent Polycrystalline  $MgAl_2O_4$  and YAG", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 96, pp. 3523-3529, 2013.
- [19] M. Springis, A. Pujats, J. Valbis, "Polarization of luminescence of colour centres in YAG crystals", Journal of
- 29, pp. 275-281, 2009.
- [7] A. Krell, P. Blank, H. Ma, T. Hutzler, M. Nebelung, "Processing of high - density submicrometer  $Al_2O_3$  for new applications", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 86, pp. 546-553, 2003.
- [8] D. Hahn, "Light Scattering theory. Department of Mechanical and Aerospace Engineering", University of Florida, 2004.
- [9] A. Ikesue, Y. L. Aung, "Ceramic laser materials", Nature photonics, Vol. 2, pp. 721-727, 2008.
- [۱۰] چ. کیتل، "مقدمه‌های بر فیزیک حالت جامد"، انتشارات دانش نگار، ۱۳۹۰.
- [11] J. Peelen, R. Metselaar, "Light scattering by pores in polycrystalline materials: Transmission properties of alumina", Journal of Applied Physics, Vol. 45, pp. 216-220, 1974.
- [12] M. K. Ashurov, A. Rakov, R. Erzin, "Luminescence of defect centers in yttrium-aluminum garnet crystals", Solid state communications, Vol. 120, pp. 491-494, 2001.
- [13] K. S. Bagdasarov, L. Pasternak, B. Sevast'yanov, "Radiation color centers in  $Y_3Al_5O_{12}: Cr^{3+}$  tals", Soviet Journal of Quantum Electronics, Vol. 7, pp. 965, 1977.



- Materials Science and Engineering, 2010  
IOP Publishing, pp. 012060, 2010.
- [26] M. M. Kuklja, "Defects in yttrium aluminium perovskite and garnet crystals: atomistic study", Journal of Physics: Condensed Matter, Vol. 12, pp. 2953, 2000.
- [27] B. D. Cullity, S. R. Stock, "Elements of X-ray Diffraction", Pearson Education, 2014.
- [28] A. K. Singh, "Advanced x-ray techniques in research and industry", IOS Press, 2005.
- Physics: Condensed Matter, Vol. 3, pp. 5457, 1991.
- [20] R. Gaume, Y. He, A. Markosyan, R. Byer, "Effect of Si-induced defects on 1  $\mu\text{m}$  absorption losses in laser-grade YAG ceramics", Journal of Applied Physics, Vol. 111, pp. 093104, 2012.
- [21] A. J. Stevenson, B. C. Bittel, C. G. Leh, X. Li, E. C. Dickey, P. M. Lenahan, G. L. Messing, "Color center formation in vacuum sintered Nd<sup>3+</sup> x Y<sup>3+</sup>- 3 x Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> transparent ceramics", Applied Physics Letters, Vol. 98, pp. 051906, 2011.
- [22] C. R. Varney, F. A. Selim, "Color centers in YAG, AIMS Materials Science", Vol. 2, pp. 560-572, 2015.
- [23] M. Springis, A. Pujats, J. Valbis, "Polarization of luminescence of colour centres in YAG crystals", Journal of Physics: Condensed Matter, Vol. 3, pp. 5457, 1991.
- [24] Y. V. Zorenko, A. Voloshinovskii, I. Konstankevych, "Luminescence of F<sup>+</sup> and F centers in YAlO<sub>3</sub>", Optics and spectroscopy, Vol. 96, pp. 532-537, 2004.
- [25] Y. Zorenko, T. Zorenko, T. Voznyak, A. Mandowski, Q. Xia, M. Batentschuk, J. Friedrich, "Luminescence of F<sup>+</sup> and F centers in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oxide compounds", in: IOP Conference Series: