

**- LABORATORUL DE ELECTRONICA CUANTICA A SOLIDULUI, ECS -**Data: **18 august 2016**Ora: **10⁰⁰****SEMINAR DE LABORATOR****RAPORT FAZA NUCLEU**

Contractul nr.: 4N/2016

Proiectul: PN 16 47 01 01, "Cercetări avansate asupra materiei aflată în condiții extreme".

Faza nr. 5: "Studiul parametrilor fizici și tehnologici care determină realizarea ceramicilor transparente dopate cu ioni de pământuri rare".

Termen: 03 August 2016

Rezumat: Au fost obținute prin reacție în fază solidă compoziții ceramice policristaline pe bază de granat de ytriu și aluminiu dopate cu ioni de Nd^{3+} , $\text{Nd}_x\text{Y}_{3-x}\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ($x=0.5; 1.0$ și 1.5 -at.%) utilizând pulberi nanometrice de Al_2O_3 , Y_2O_3 și Nd_2O_3 de puritate ridicată. Materiile prime au fost cântărite în raport stoichiometric și omogenizate în alcool etilic absolut timp de 24 ore. Ca ajutor la sinterizare s-au adăugat 0.5-wt.% TEOS combinat cu 0.1-wt.% MgO, cu scopul de a obține un grad de densificare ridicat al probelor ceramice prin reducerea porozității reziduale (inter- și intragranulară). Ca aditiv antiaglomerant s-a utilizat polietilenglicol (PEG₄₀₀) în proporție de 0.3-wt.%, acesta fiind adăugat în ultimele 2 ore rămase din procesul total de omogenizare a amestecului de materii prime. Suspensiile omogene au fost șpreiate utilizând tehnica "Spray Drying" în atmosferă de azot cu ajutorul unei instalații de tip BUCHI B-290 cu buclă inertă B-295. Pulberile șpreiate aferente compozițiilor (0.5-at.% Nd:YAG, 1.0-at.% Nd:YAG și 1.5-at.% Nd:YAG) s-au fasonat sub formă de pastile cu diametre de 12 mm și grosimi de aprox. 1.5 mm prin presare uniaxială, la o presiune de 10 MPa. Ulterior, acestea au fost presate și izostatic la rece utilizând tehnica "Cold Isostatic Press - CIP" la o presiune de 245 MPa timp de 20 minute. Corpurile ceramice compactate au fost supuse unui tratament termic de calcinare în aer timp de 6 ore la temperatura de 800°C, pentru a elimina partea organică a aditivilor utilizați. Tratamentul termic de sinterizare/densificare a corpurilor ceramice calcinate s-a realizat la temperaturi cuprinse între 1730°C ÷ 1760°C în vid (4×10^{-6} mbar) timp de 12 ore. Pentru re-oxidarea speciilor chimice reduse în timpul tratamentului termic de sinterizare în vid, probele au fost supuse unui tratament termic de recoacere "annealing" în aer timp de 10 ore la temperatura de 1450°C.

S-a studiat influența temperaturii de sinterizare asupra proprietăților structurale, microstructurale și optice a probelor ceramice obținute. Din punct de vedere structural analizele de difracție a razelor X (XRD) aferente compozițiilor ceramice de $\text{Nd}_x\text{Y}_{3-x}\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ($x=0.5; 1.0$ și 1.5 -at.%), sinterizate la temperaturile 1730°C și 1740°C / 12 h, au evidențiat pe lângă faza majoritară cubică de YAG (ICDD 01-079-1891) și o fază secundară cu structură ortorombică de tip YAlO_3 (YAP - ICDD 04-002-0534). La temperaturi de tratament termic mai mari (1750°C, 1760°C / 12 ore), seturile de probe ceramice prezintă maxime de difracție corespunzătoare fazei unice de granat de ytriu și aluminiu $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG - ICDD 01-079-1891), cu simetrie cubică (grup spațial I_{a3d}).

Din punct de vedere morfostructural, micrografiile SEM aferente seturilor de probe ceramice (0.5-at.% Nd:YAG, 1.0-at.% Nd:YAG și 1.5-at.% Nd:YAG) sinterizate la temperaturi mai mici de 1750°C, prezintă un grad ridicat de porozitate inter- și intragranulară. Gradul de densificare al corpurilor ceramice crește odată cu creșterea temperaturii de sinterizare la 1760°C, dimensiunile granulelor atingând valori de până la 14 μm.

Proprietățile optice (investigate prin tehnici de spectroscopie optică) se îmbunătățesc odată cu creșterea temperaturii de sinterizare. Cea mai ridicată transmisie (împrăștierea cea mai redusă) a fost obținută în cazul probei ceramice 1.0-at.% Nd:YAG supusă tratamentului termic de sinterizare timp de 12 ore la 1760°C.

Rezultatele au fost diseminate (pana in prezent) prin prezentari la două conferințe internaționale:

1. C. A. Stanciu, T. Dascalu, G. Stanciu, N. Pavel, "Transparent Nd:YAG Ceramic Media", 3rd International School and Conference "Saint Petersburg OPEN 2016", 28-30 March, Saint Petersburg, Russia, 2016; poster presentation;
2. G. Stanciu, C. A. Stanciu, A. Stefan, T. Dascalu, S. Georgescu, "Structural and optical properties of Neodymium-doped Yttrium Aluminum garnet (Nd:YAG) transparent ceramics", 16th International Balkan Workshop on Applied Physics and Materials Science, Constanta, Romania, 7-9 July 2016; Book of Abstracts, pp. 39-40; S1 P21, poster presentation.