

12. Gleiter H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure // Acta mater. 2000. V.48. - P. 1-29.
13. Щербаков Л.М. О статистической оценке избыточной свободной энергии малых объектов в термодинамике микрогетерогенных систем // Доклады АН СССР. 1966. Т. 168. № 2. – С. 388-391.
14. Уваров Н.Ф., Болдырев В.В. Размерные эффекты в химии гетерогенных систем // Успехи химии. 2001. Т. 70 (4). – С. 307-329.

Г.К. Алпысова<sup>1,2</sup>, В.М. Лисицын<sup>3</sup>, Д.А. Мусаханов<sup>1,3</sup>, Ш.Чжэн<sup>3</sup>, Ж.Т. Карипбаев<sup>1,3</sup>,  
Т.В. Гречкина<sup>3</sup>

<sup>1</sup>ЕНУ им. Л.Н. Гумилева, Нур-Султан, Казахстан. <sup>2</sup>Карагандинский государственный университет им. Е.А. Букетова, <sup>3</sup>Томский политехнический университет, Томск, Россия. E-mail: [gulnur-0909@mail.ru](mailto:gulnur-0909@mail.ru)

### С пектры люминесценции ИАГ: Се люминофоров

*Введение:* С целью повышения эффективности люминофоров для СД проводится большое количество работ, направленных на разработку новых технологий синтеза, новых составов. Наиболее перспективными в настоящее время считаются люминофоры на основе ИАГ:Се. Их исследованию посвящено множество работ. Анализ опубликованных данных исследования спектральных характеристик заставляет обратить внимание на разницу в полуширинах и положении полос люминесценции люминофоров, синтезированных в разных условиях [1-4]. Нами выполнены исследования группы ИАГ:Се люминофоров разной предыстории с целью выяснения причин их различия.

*Экспериментальная часть:* Были измерены спектры люминесценции люминофоров СДЛ, YAG люминофоров, синтезированных в НПО «Платан» РФ и «Fultor Enterprises Co. Ltd» КНР и люминофоров, синтезированных в поле потока радиации при возбуждении излучением чипа с  $\lambda = 450$  нм и азотного лазера с  $\lambda = 337$  нм. Из промышленных люминофоров были выбраны SDL3500, SDL4000, YAG 01, YAG 02, очевидно различающихся технологическими режимами синтеза. Остальные люминофоры были синтезированы в поле потока радиации [5-7]. Измерялись спектры люминесценции люминофоров, полученных после синтеза механическим дроблением, а также после последующего отжига при температуре 1650 °С в течении 8 час.

Для достижения высокой точности измерений характеристик полос люминесценции был собран стенд.

В качестве источников возбуждения использовались чип, излучающий в области 450 нм, и азотный лазер с  $\lambda = 337$  нм. Источники возбуждения, чип и лазер, обеспечивали возбуждение YAG:Се люминофоров в максимумах полос поглощения люминофора. Поток возбуждения направлялся на люминофор. Серия исследуемых люминофоров размещалась на стеклянной подложке в металлических шайбах толщиной 1 мм и внутренним диаметром 6.5 мм. При подготовке люминофоры насыпались в шайбы и прессовались при слабом нагружении металлической пластиной для достижения ровной поверхности. Излишки люминофора с поверхности шайбы убирались. Подложка с люминофорами размещалась на столике с регулируемым смещением по одной координате микрометрическим винтом таким образом, чтобы каждый последующий люминофор в шайбе можно было установить точно в положение, в котором находился предыдущий.

Возникающая при возбуждении люминесценция через кварцевый оптический световод передавалась на спектрофотометр Avantes AvaSpec-2048L. Входное окно световода всегда находилось в одном и том же положении относительно образца с люминофором. Спектрофотометром регистрировался спектр люминесценции, который отражался на мониторе ноутбука и представлялся в виде нужном для дальнейшей обработки. Взаимное

расположение всех элементов стенда: источника возбуждения, шайбы с люминофором, окно светодиода, при проведении эксперимента всегда оставалось неизменным. Не изменялись при измерениях режимы питания элементов системы.

Режимы измерений: взаимное расположение элементов схемы, электропитания, подбирались таким образом, чтобы полоса люминесценции не была искаженной по форме. Положение полосы и ее полуширина определялись с использованием программы WebPlotDigitizer.

#### *Результаты и обсуждение*

Всего для исследований были выбраны 24 типа люминофоров. Среди них 4 типа промышленных люминофора: SDL3500, SDL4000, YAG 01, YAG 02.

20 люминофоров были изготовлены нами из синтезированной в поле радиации YAG керамики [7] путем дробления. Люминесценция измерялась для 10 образцов после синтеза и дробления и 10 образцов после последующего термического отжига тех же образцов при температуре 1650°C в вакууме.

Люминофоры различались наличием в их составе введенного в качестве модификатора ионов гадолиния. Люминофоры 2-4 и 5-7 различались предысторией исходного для синтеза оксида алюминия. Использовались порошки  $Al_2O_3$  полученные из ТОО «Лабор фарма» (Казахстан), квалификация ЧДА ТУ 6-09-426-75, завод химреактивов (Россия) квалификация ЧДА ТУ 6-09-426-75 и компании Hefei Zhonghang Nanotechnology Development Co., Ltd. (Китай) ZH- $Al_2O_3$ -01. Составы 10 образцов керамики по шихте представлены в таблице 1.

Таблица 1. Обозначения и составы синтезированных образцов люминофоров

№	Не отожженные образцы
1	$Al_2O_3$ (59,5%) + $Y_2O_3$ (35,7%) + $Ce_2O_3$ (4,8%)
2	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
3	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
4	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
5	$Al_2O_3$ (40%) + $Y_2O_3$ (52%) + $Ce_2O_3$ (2%) + $Gd_2O_3$ (6%)
6	$Al_2O_3$ (40%) + $Y_2O_3$ (52%) + $Ce_2O_3$ (2%) + $Gd_2O_3$ (6%)
7	$Al_2O_3$ (40%) + $Y_2O_3$ (52%) + $Ce_2O_3$ (2%) + $Gd_2O_3$ (6%)
8	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
9	$Al_2O_3$ (%) + $Y_2O_3$ (%) + $Ce_2O_3$ (4%)
10	$Al_2O_3$ (62%) + $Y_2O_3$ (25%) + $Gd_2O_3$ (13%) + $Ce_2O_3$ (1%)
№	Отожженные образцы
1	$Al_2O_3$ (59,5%) + $Y_2O_3$ (35,7%) + $Ce_2O_3$ (4,8%)
2	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
3	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
4	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
5	$Al_2O_3$ (40%) + $Y_2O_3$ (52%) + $Ce_2O_3$ (2%) + $Gd_2O_3$ (6%)
6	$Al_2O_3$ (40%) + $Y_2O_3$ (52%) + $Ce_2O_3$ (2%) + $Gd_2O_3$ (6%)
7	$Al_2O_3$ (40%) + $Y_2O_3$ (52%) + $Ce_2O_3$ (2%) + $Gd_2O_3$ (6%)
8	$Al_2O_3$ (43%) + $Y_2O_3$ (55%) + $Ce_2O_3$ (2%)
9	$Al_2O_3$ (%) + $Y_2O_3$ (%) + $Ce_2O_3$ (4%)
10	$Al_2O_3$ (59,5%) + $Y_2O_3$ (23,8%) + $Gd_2O_3$ (11,9%) + $Ce_2O_3$ (4,8%)

Для каждого типа люминофора спектры измерялись 10 раз, рассчитывалась статистическая ошибка измерений в каждом случае. На рисунке 1 представлены спектры люминесценции ИАГ:Се люминофоров, синтезированных в поле радиации, при возбуждении лазером с длиной волны 337 нм.

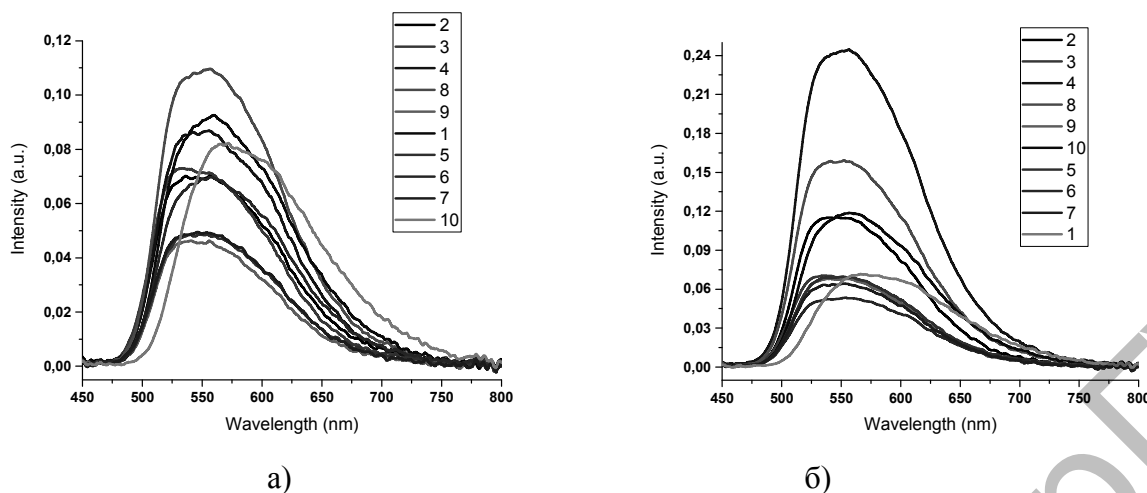


Рисунок 1. Спектры люминесценции ИАГ:Се люминофоров при возбуждении лазером 337 нм (а- до отжига, б – после отжига)

Ни рисунке 2 представлены спектры люминесценции ИАГ:Се люминофоров, синтезированных в поле радиации, при возбуждении чипом с длиной волны 337 нм.

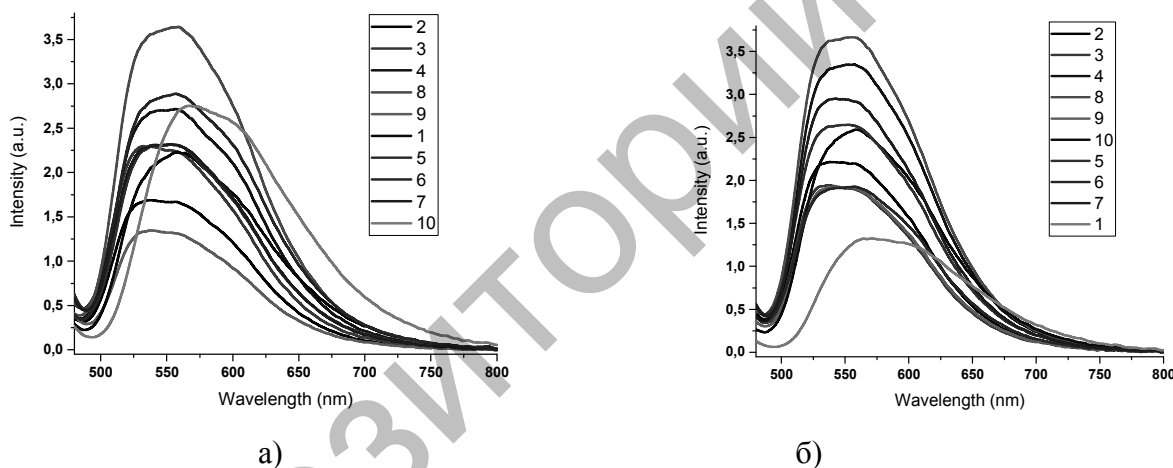


Рисунок 2. Спектры люминесценции ИАГ:Се люминофоров при возбуждении чипом 337 нм (а- до отжига, б – после отжига)

На рисунке 3 представлены спектры люминесценции промышленных люминофоров (а- при возбуждении лазером 337 нм, б – при возбуждении чипом 450 нм.)

Как следует из представленных результатов для всех измеренных люминофоров положение полос приходится на диапазон от 535 до 568 нм, полуширин – 0.435 – 0.479 нм. Для люминофоров, синтезированных нами эти диапазоны равны 535 до 568 нм, полуширин – 0.435 – 0.479 нм; для промышленных люминофоров – от 558 до 562 нм, полуширин – 0.438 – 0.455 нм.

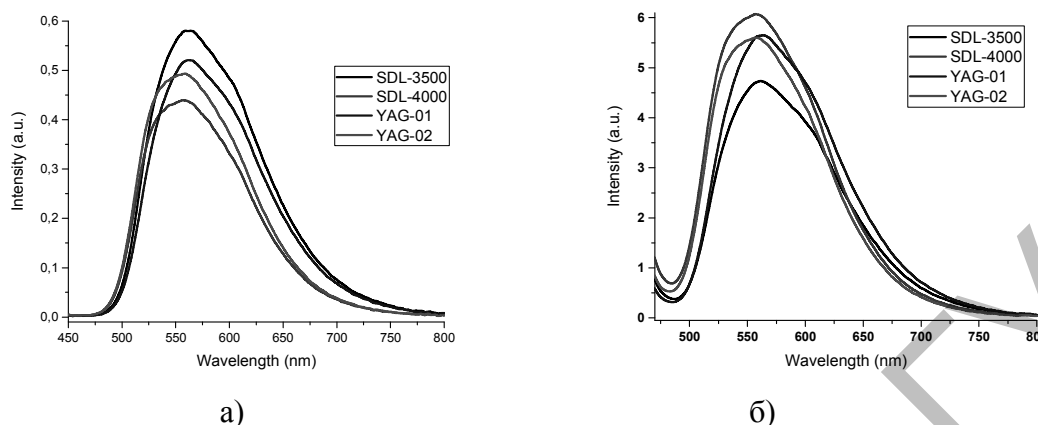


Рисунок 3. Спектры люминесценции промышленных люминофоров (а-при возбуждении лазером 337 нм, б – при возбуждении чипом 450 нм.)

*Выводы.* Представленные результаты исследования формы полос люминофоров синтезированных в поле радиации и промышленных люминофоров позволяют сделать следующие выводы. Положения полос люминесценции и их полуширина не зависят от способа возбуждения, но зависят от предыстории. Разница в положении и полуширине полос может быть частично объяснена известным эффектом зависимости от наличия гадолиния. Однако, зависимость формы полос в образцах до и после отжига этим объяснить невозможно. Отжиг не приводит к изменению состава, но приводит к упорядочению структуры кристалла, окружения центров свечения, ионов церия.

Мы полагаем, что различие в формах полос свидетельствует о том, что структура окружения центров свечения в ИАГ:Се образцах разной предыстории различается. Это очевидно является результатом разницы в технологических режимах их синтеза. Предполагается, что наблюдаемый разброс характеристик люминесценции обусловлен различием структуры нанодфектов в синтезированных в разных условиях люминофорах [8]. Все нанодфекты в ИАГ:Се люминофорах имеют подобный элементный состав: ионы матрицы, активатора, модификатора, собственные дефекты решетки, но различное их соотношение и взаимное распределение в нанодфекте.

*Работа выполнена при поддержке Программы Томского Политехнического Университета.*

#### *Литературы:*

1. Lisitsyn V, Lisitsyna L and Polisadova E 2019 *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics* 83 pp. 336–342
2. Hongling Shi, Chen Zhu, Jiquan Huang, Jian Chen, Dongchuan Chen, Wenchao Wang, Fangyu Wang, Yongge Cao and Xuanyi Yuan 2014 *Optical materials express* 4 pp. 649-655
3. Kyeong Youl Jung and Hyun Woo 2007 *Journal of Luminescence* 126 pp. 469–474
4. Heesun Yang and Yong-Seog Kim 2008 *Journal of Luminescence* 128 pp.1570–1576
5. Lisitsyn V, Lisitsyna L, Dauletbekova A, Golkovskii M, Karipbayev Zh, D. Musakhanov, Akilbekov A, Zdorovets M, Kozlovskiy A and Polisadova E 2018 *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research B* 435 pp. 263–267
6. Lisitsyn V, Golkovskii M, Lisitsyna L, Dauletbekova A, Musakhanov D, Vaganov V, Tulegenova A, and Karipbayev Zh 2019 *Russian Physics Journal* 61 pp. 1909-1913
7. Lisitsyn V, Golkovsky M, Musakhanov D, Tulegenova A, Abdullin Kh and Aitzhanov M 2018 *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series* 1115 052007
8. Lisitsyn V, Lisitsyna L, Tulegenova A, Yangyang Ju. Polisadova E, Lipatov E and Vaganov V 2019 *Crystal* 9 476