



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106012017 A

(43)申请公布日 2016.10.12

(21)申请号 201610323396.2

(22)申请日 2016.05.16

(71)申请人 青岛大学

地址 266071 山东省青岛市市南区宁夏路
308号

(72)发明人 戚凭 孙玉峰

(74)专利代理机构 青岛高晓专利事务所 37104

代理人 张世功

(51)Int.Cl.

C30B 29/28(2006.01)

C30B 9/08(2006.01)

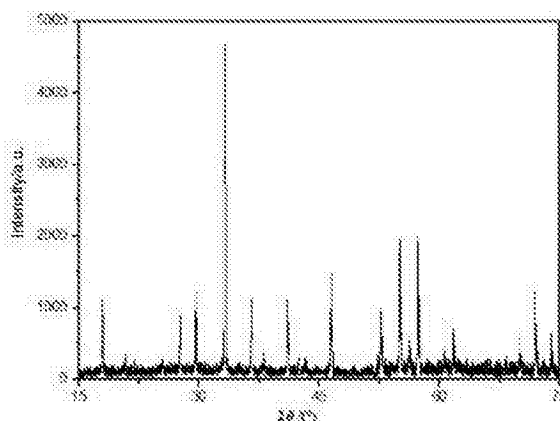
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种YAG单晶粉体的制备方法

(57)摘要

本发明属于新材料制备技术领域,涉及一种经济实用的制备YAG单晶粉体的方法,解决现有水热法制备过程中需要高温高压的苛刻条件且产量低的问题,包括配料与压块、块体熔融、产品析出、熔块破碎、粉体分离和粉体纯化六个工艺步骤;采用常规的硅碳棒箱式炉替代现有高温高压的高压釜,实现常压下制备YAG单晶粉体,其制备的粉体中的粉粒是发育良好的无团聚的单晶体,整个过程是在空气中常压下进行;其整体工艺简单,制备条件易得,制备成本低,产品性能好,应用范围广,实现工业化生产的环境友好。



1. 一种YAG单晶粉体的制备方法,其特征在于具体工艺包括以下步骤:

(1)、配料与压块:依次称取质量分数为14.09%的 SiO_2 、55%的 PbO 、12.99%的 Al_2O_3 、15.19%的 Y_2O_3 和2.73%的 KOH 的原料混合,然后放入球磨罐中球磨4h混合均匀,取出在80MPa下压成块体,再用刀片刮去块体表面模具带入的杂质;

(2)、块体熔融:将块体放进高铝坩锅中,连同坩锅一起送进箱式电炉后;用4h的时间将炉温升到1250℃,使坩锅中的块体熔融后保持2h,使熔体中各成分通过扩散达到均匀化,并且熔体中气孔基本排出,使熔体澄清为透明状态;

(3)、产品析出:将箱式电炉温度降低到1150℃,使原溶化在熔体中的氧化铝和氧化钇因自由能大幅降低而优先析出,析出物为结晶的钇铝石榴石(YAG),再保持2h,使其析晶完全;

(4)、熔块破碎:关闭电源,待箱式电炉温度降低至室温,取出坩锅中的熔块,此熔块是大量YAG单晶颗粒和铅硅玻璃的混合物,将熔块破碎成粒径为1.0mm的粉体,再将粉体平摊在5mm厚的多孔氧化铝瓷板上,瓷板孔径5 μm ,气孔率为30%;

(5)、粉体分离:将摊有粉体的多孔氧化铝瓷板送进箱式电炉,快速升温至1100℃,保温1h,使粉体中玻璃熔化后渗入多孔氧化铝瓷板的气孔中,YAG颗粒留在多孔氧化铝瓷板表面;

(6)、粉体纯化:将箱式电炉降温后,取出多孔氧化铝瓷板,用刀片刮下YAG颗粒即产品单晶粉体;再将得到的YAG单晶粉体放入体积分数为60%的 HF 溶液中,溶掉残余的铅硅玻璃即得到纯YAG单晶粉体。

一种YAG单晶粉体的制备方法

技术领域：

[0001] 本发明属于无机材料制备技术领域，具体涉及一种YAG单晶粉体的制备方法，采用常规的硅碳棒箱式炉替代现有高温高压的高压釜，实现常压下制备YAG单晶粉体的技术方案。

背景技术：

[0002] 在现有技术中，钇铝石榴石（化学式为 $Y_3Al_5O_{12}$ ，简称为YAG）粉体主要是用来制作激光工作介质——YAG单晶和透明陶瓷的原料。近年来由于YAG透明陶瓷相对于单晶制备方便，激光发射效率高而备受关注；YAG透明陶瓷对粉体的要求很高，传统的固相合成方法由于晶粒大、晶粒团聚、粉碎中易混入杂质等原因不被采用。近年来，新的粉体制备方法不断被报道，如：化学共沉淀法、溶胶-凝胶法、均相沉淀法、水热法等，这些方法制备的粉体纯度高、粒径小、烧结温度低，为透明陶瓷的制备创造了有利条件。但是，上述的前三种方法因为制备工艺中都有煅烧工序，所以得到的实际是微晶团聚体的粉体，这些团聚体在烧结中优先致密长大，且极易将原处于晶界的气孔变为晶内气孔而无法排除，严重影响陶瓷的透明度。所以，人们需要一种制备无团聚的单晶粉体的方法，而水热法就是这样一种方法，该方法得到的粉体晶粒完整、无团聚，但是该方法制备条件非常苛刻，要求在4MPa压强（约40个大气压）、300℃以上的条件下才能进行，这样的条件几乎是达到了高压釜的工作极限，市场上买不到这样的高压釜，即使定制，高压釜内径也不超过10mm；因为容积小，装载的反应物少，产量极低，大大限制了其应用，几乎不可能开发成为工业规模的生产方法。

发明内容：

[0003] 本发明的目的在于克服现有技术的不足，寻求一种经济实用的制备YAG单晶粉体的方法，解决现有水热法制备过程中需要高温高压的苛刻条件，且产量低的问题。

[0004] 为了实现上述目的，本发明涉及的YAG单晶粉体的制备方法，具体工艺包括以下步骤：

[0005] （1）、配料与压块：依次称取质量分数为14.09%的 SiO_2 、55%的 PbO 、12.99%的 Al_2O_3 、15.19%的 Y_2O_3 和2.73%的 KOH 的原料混合，然后放入球磨罐中球磨4h混合均匀，取出在80MPa下压成块体，再用刀片刮去块体表面模具带入的杂质；

[0006] （2）、块体熔融：将块体放进高铝坩埚中，连同坩埚一起送进箱式电炉后；用4h的时间将炉温升到1250℃，使坩埚中的块体熔融后保持2h，使熔体中各成分通过扩散达到均匀化，并且熔体中气孔基本排出，使熔体澄清为透明状态；

[0007] （3）、产品析出：将箱式电炉温度降低到1150℃，使原溶化在熔体中的氧化铝和氧化钇因自由能大幅降低而优先析出，析出物为结晶的钇铝石榴石（YAG），再保持2h，使其析晶完全；

[0008] （4）、熔块破碎：关闭电源，待箱式电炉温度降低至室温，取出坩埚中的熔块，此熔块是大量YAG单晶颗粒和铅硅玻璃的混合物，将熔块破碎成粒径为1.0mm的粉体，再将粉体

平摊在5mm厚的多孔氧化铝瓷板上,瓷板孔径 $5\mu\text{m}$,气孔率为30%;

[0009] (5)、粉体分离:将摊有粉体的多孔氧化铝瓷板送进箱式电炉,快速升温至 1100°C ,保温1h,使粉体中玻璃熔化后渗入多孔氧化铝瓷板的气孔中,YAG颗粒留在多孔氧化铝瓷板表面;

[0010] (6)、粉体纯化:将箱式电炉降温后,取出多孔氧化铝瓷板,用刀片刮下YAG颗粒即产品单晶粉体;再将得到的YAG单晶粉体放入体积分数为60%的HF溶液中,溶掉残余的铅硅玻璃即得到纯YAG单晶粉体。

[0011] 本发明与现有技术相比,保持了水热法的优点,粉体中的粉粒是发育良好的无团聚的单晶体,克服了水热法中高压强的缺点,将铝和钇的氧化物先溶解在溶体中,再从中结晶出YAG,将氧化钇和氧化铝先溶化在高温熔体中,降温时,控制温度让YAG晶体析出之后,再将析出的YAG颗粒与熔融的玻璃分离就得到了YAG粉体;整个过程是在空气中、常压下进行的,没有苛刻的条件,不需要高压釜;其整体工艺简单,制备条件易得,制备成本地,产品性能好,应用范围广,实现工业化生产环境友好。

附图说明:

[0012] 图1是本发明制备的YAG粉体的XRD衍射图谱。

[0013] 图2是本发明制备的YAG粉体显微形貌图。

具体实施方式:

[0014] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步描述:

[0015] 实施例1:

[0016] 本实施例涉及的制备YAG单晶粉体的具体工艺步骤包括:

[0017] (1)、配料与压块:按照表1的质量百分比依次称取各原料;将各原料混合后放入球磨罐中球磨4h混合均匀,取出在80MPa下压成块体,再用刀片刮去块体表面模具带入的杂质;

[0018] 表1实验原料配比

[0019]	组分	SiO ₂	PbO	Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	KOH
	含量 (wt%)	14.09	55	12.99	15.19	2.73

[0020] (2)、块体熔融:将块体放进高铝坩埚中,连同坩埚一起送进箱式电炉后;用4h的时间将炉温升到 1250°C ,使坩埚中的块体熔融后保持2h,使熔体中各成分通过扩散达到均匀化,并且熔体中气孔基本排出,使熔体澄清为透明状态;

[0021] (3)、产品析出:将箱式电炉温度降低到 1150°C ,使原溶化在熔体中的氧化铝和氧化钇因自由能大幅降低而优先析出,析出物为结晶的钇铝石榴石(YAG),再保持2h,使其析晶完全;

[0022] (4)、熔块破碎:关闭电源,待箱式电炉温度降低至室温,取出坩埚中的熔块,此熔块是大量YAG单晶颗粒和铅硅玻璃的混合物,将熔块破碎成粒径为1.0mm的粉体,再将粉体平摊在5mm厚的多孔氧化铝瓷板上,瓷板孔径 $5\mu\text{m}$,气孔率为30%;

[0023] (5)、粉体分离:将摊有粉体的多孔氧化铝瓷板送进箱式电炉,快速升温至1100℃,保温1h,使粉体中玻璃熔化后渗入多孔氧化铝瓷板的气孔中,YAG颗粒留在多孔氧化铝瓷板表面;

[0024] (6)、粉体纯化:将箱式电炉降温后,取出多孔氧化铝瓷板,用刀片刮下YAG颗粒即产品单晶粉体;再将得到的YAG单晶粉体放入体积分数为60%的HF溶液中,溶掉残余的铅硅玻璃即得到纯YAG单晶粉体。

[0025] 图1是单晶粉体的XRD衍射图谱,证明该粉体确为YAG无疑;图2为单晶粉体显微形貌图,可以看出,粉体颗粒为单晶,无团聚,粒径在15μm左右。

[0026] 实施例2:

[0027] 本实施例用于制备非单晶粉体,在实施例1的步骤中将氧化铝和氧化钇的含量各增加50%,即氧化铝为19.48%,氧化钇为22.78%,其他各步骤保持不变,得到的粉体仍为YAG粉体,但大部分颗粒不是单晶,变为多晶聚集体;说明如果溶质浓度过大,析晶时成核与长大过程并存,破坏了单晶的形成条件,所以得到的粉体颗粒不再是单晶结构。

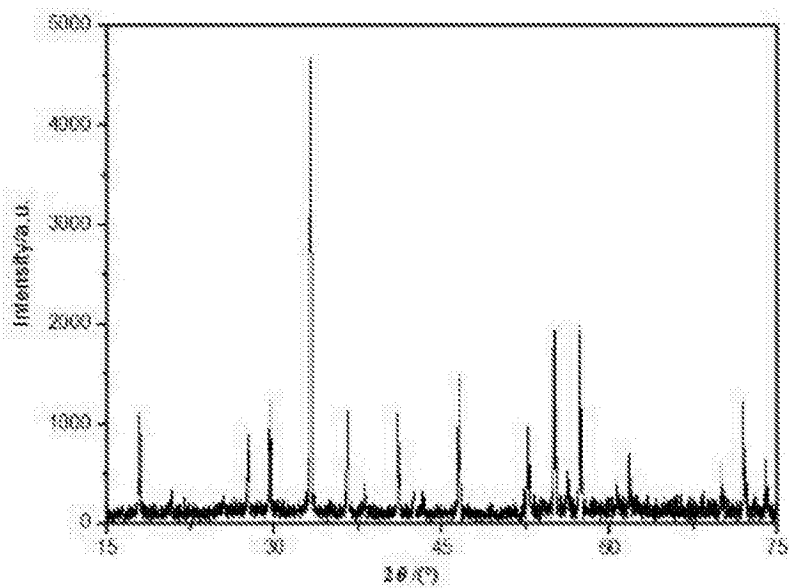


图1

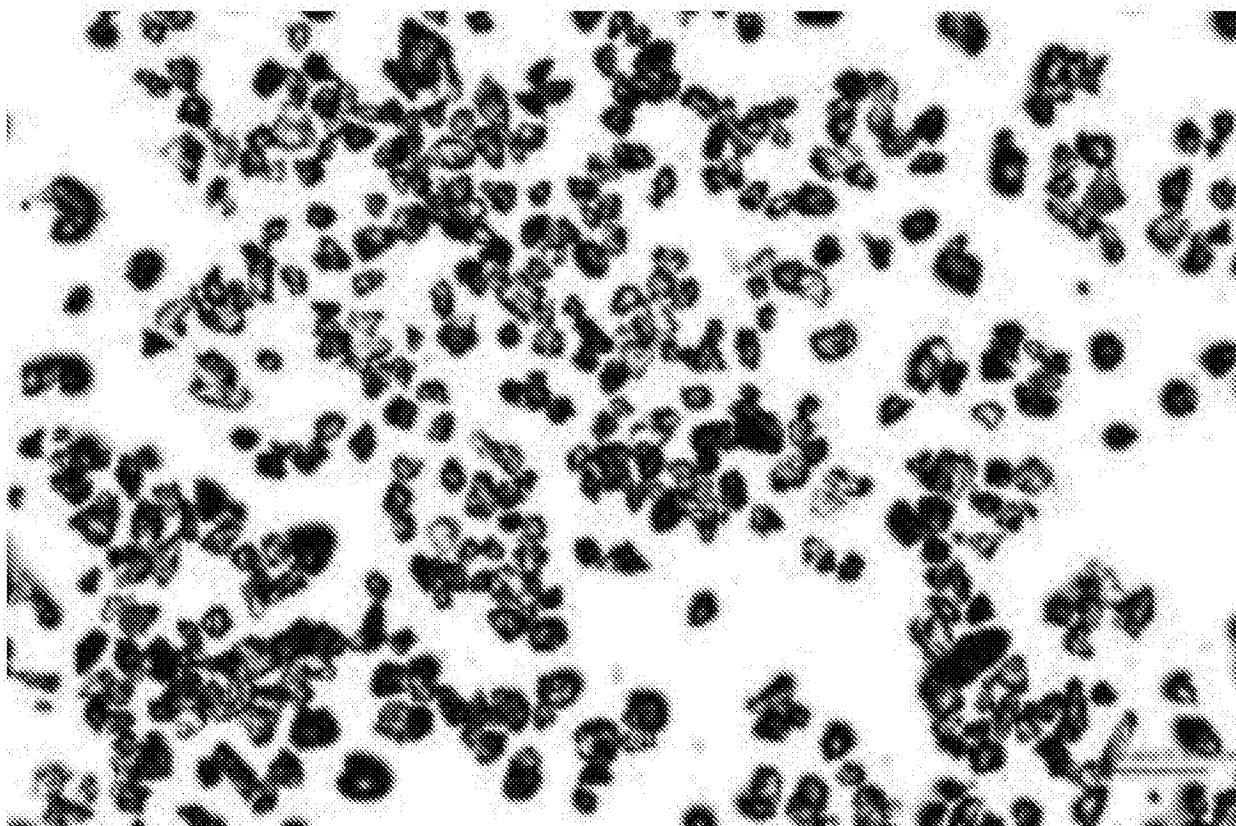


图2