

Kristallisation von Ce³⁺-dotierten YAG-Kristalliten aus einem Aluminosilikatglas

Andreas Herrmann, Xiaosi Xia, Edda Rädlein

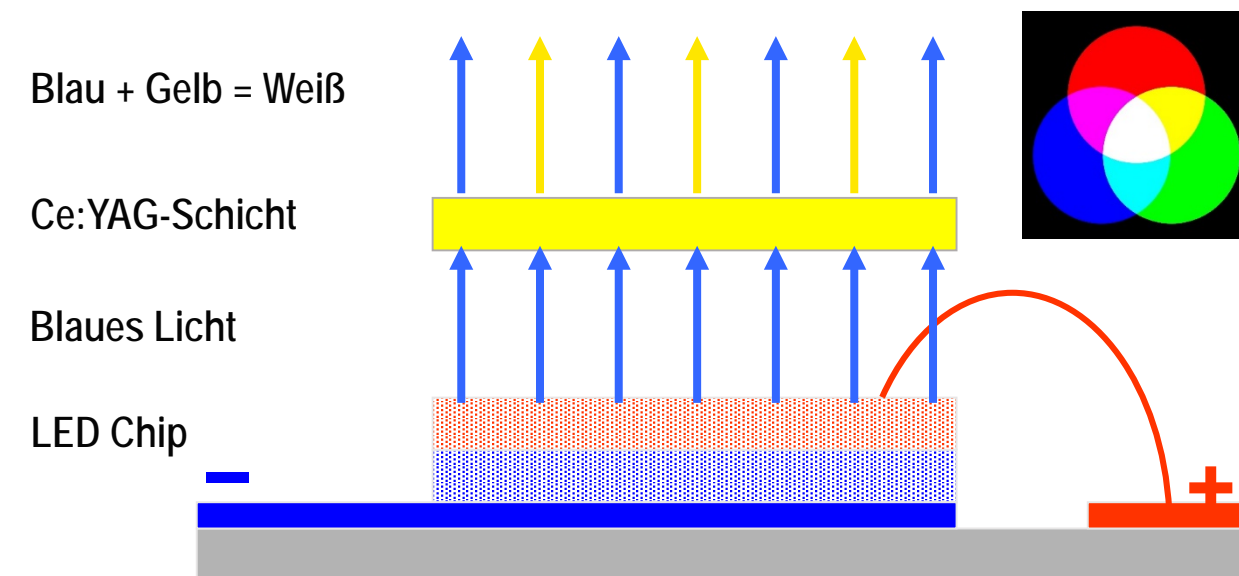
Kurzfassung

Aus Gläsern im System SiO₂/Al₂O₃/Y₂O₃ konnte Yttrium-Aluminium-Granat (YAG, Y₃Al₅O₁₂) als einzige Phase auskristallisiert werden. Der Einfluss von B₂O₃ auf das Kristallisationsverhalten wurde untersucht. In Gläsern mit B₂O₃ Zugabe konnte schon bei vergleichsweise sehr niedrigen Temperaturen um 1040 °C YAG als einzige Phase erhalten werden. Dies eröffnet in Zukunft eventuell eine neue Herstellungsmethode für Ce³⁺:YAG-Glaskeramiken für Anwendungen bspw. in der High-Power-Beleuchtungstechnik.

Motivation

- Herstellung von Ce³⁺:YAG-Glaskeramiken
- Potentielle Anwendung: High-Power weiß emittierende LED
- Silikon- oder Kunstharz-Einbettung von Ce³⁺:YAG nicht stabil gegen Erhitzung und/oder kurzwellige Bestrahlung
⇒ Ersatz durch Glaskeramik

Aufbau & Funktionsweise weiß emittierender LED



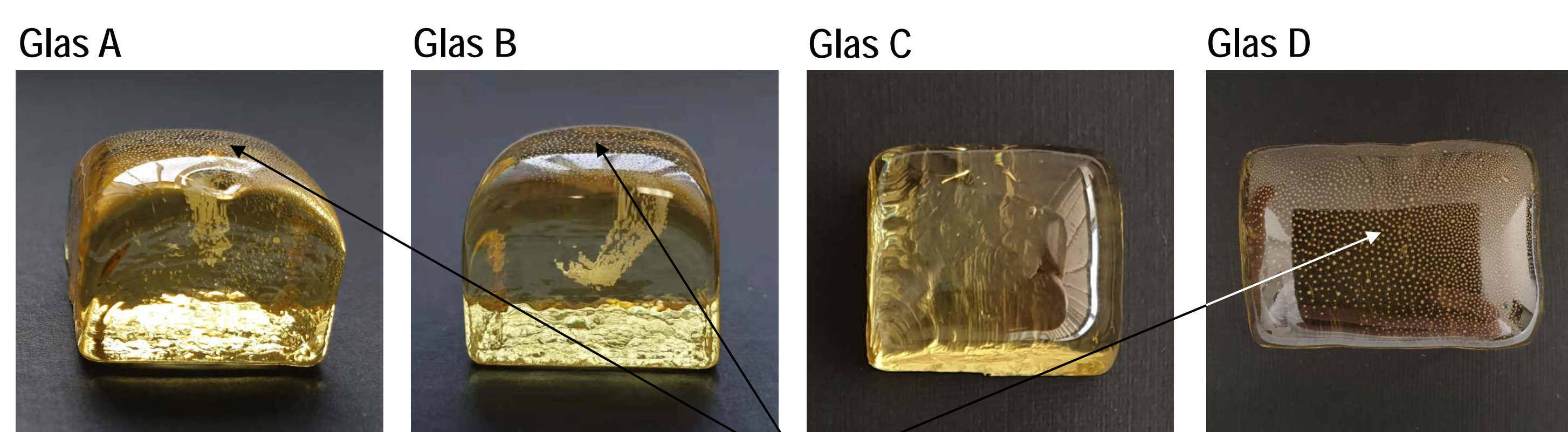
Experimentelles

Glaszusammensetzungen:

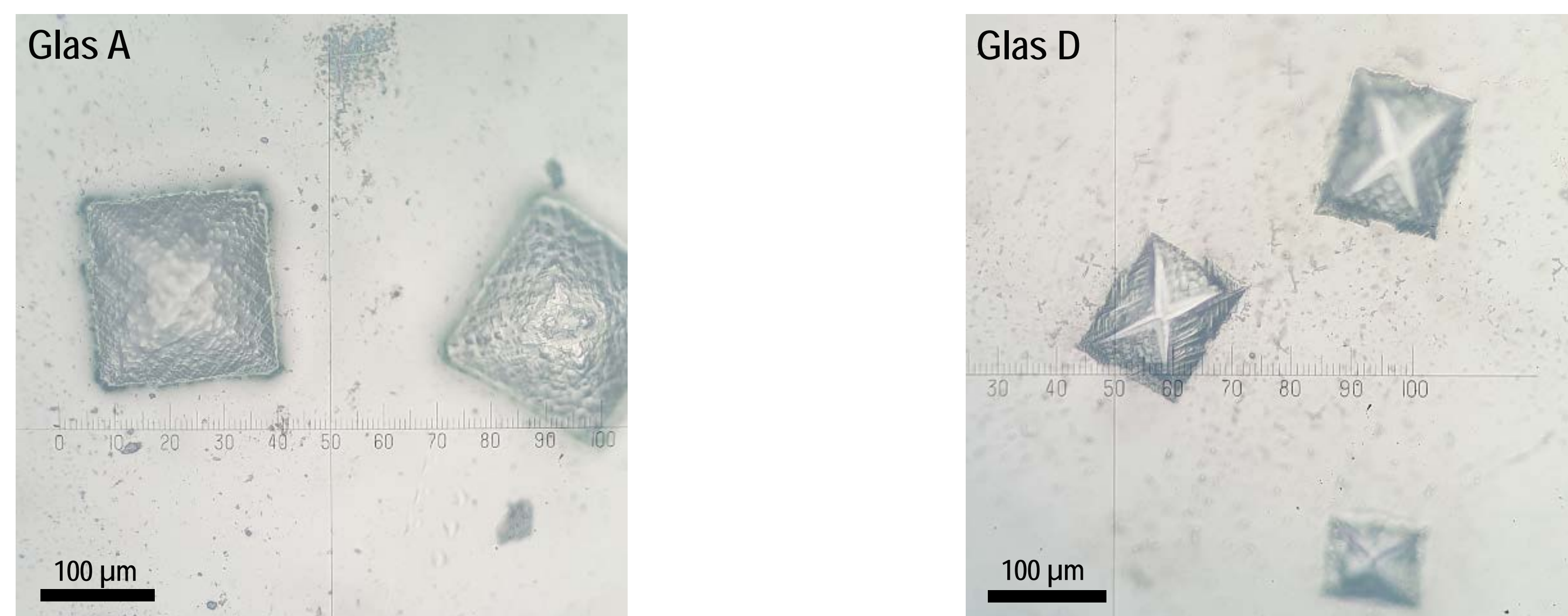
mol%	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	BO _{3/2}	AlF ₃	CeO ₂	T _g (°C)	ρ (g/cm ³)
Glas A	40,0	34,2	20,0	-	4,8	1,0	827	3,63
Glas B	35,0	34,2	20,0	5,0	4,8	1,0	823	3,64
Glas C (normiert)	35,0 (30,4)	34,2 (29,7)	20,0 (17,4)	20,0 (17,4)	4,8 (4,2)	1,0 (0,9)	788	3,55
Glas D (normiert)	35,0 (36,2)	30,9 (32,0)	20,0 (20,7)	5,0 (5,2)	4,8 (5,0)	1,0 (1,0)	803	3,65

Glaserstellung:

1550 °C, 2 h in Pt-Tiegel, sehr gute Schmelzbarkeit, geringe Viskosität



Ce³⁺:YAG
Oberflächenkristallisation

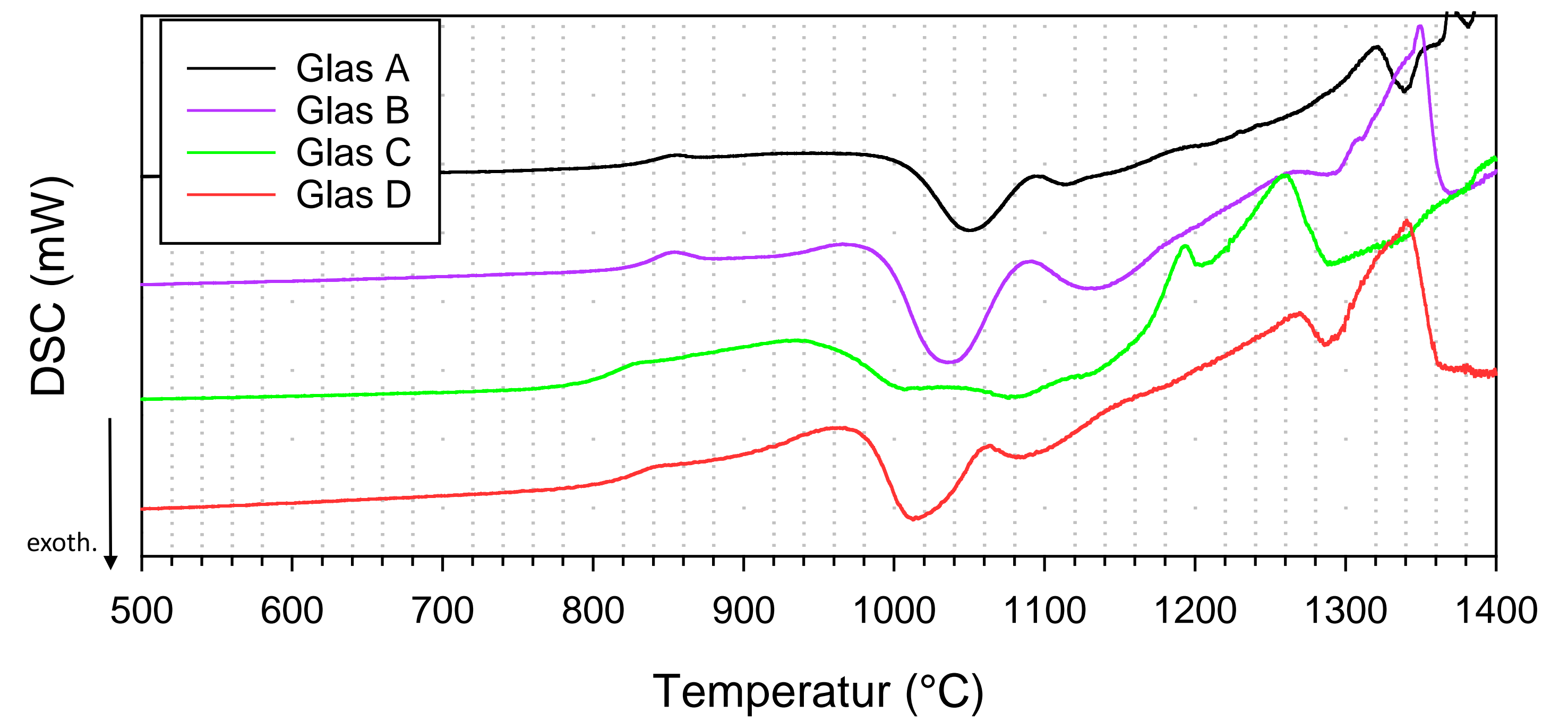


Zusammenfassung

- Glasschmelzen im System SiO₂ / Al₂O₃ / Y₂O₃ (+AlF₃)
- Zugabe von B₂O₃: Verbesserung der Schmelzbarkeit, Verringerung der Kristallisationsanfälligkeit und T_g
- Nach Tempern alle Proben durchkristallisiert (außer Glas C: opak)
- YAG-Kristallisation in allen Zusammensetzungen (i.d.R. bei 1375 °C)
- Kristallisation von ausschließlich YAG bei nur 1040 °C in Glas B

Ergebnisse: DSC

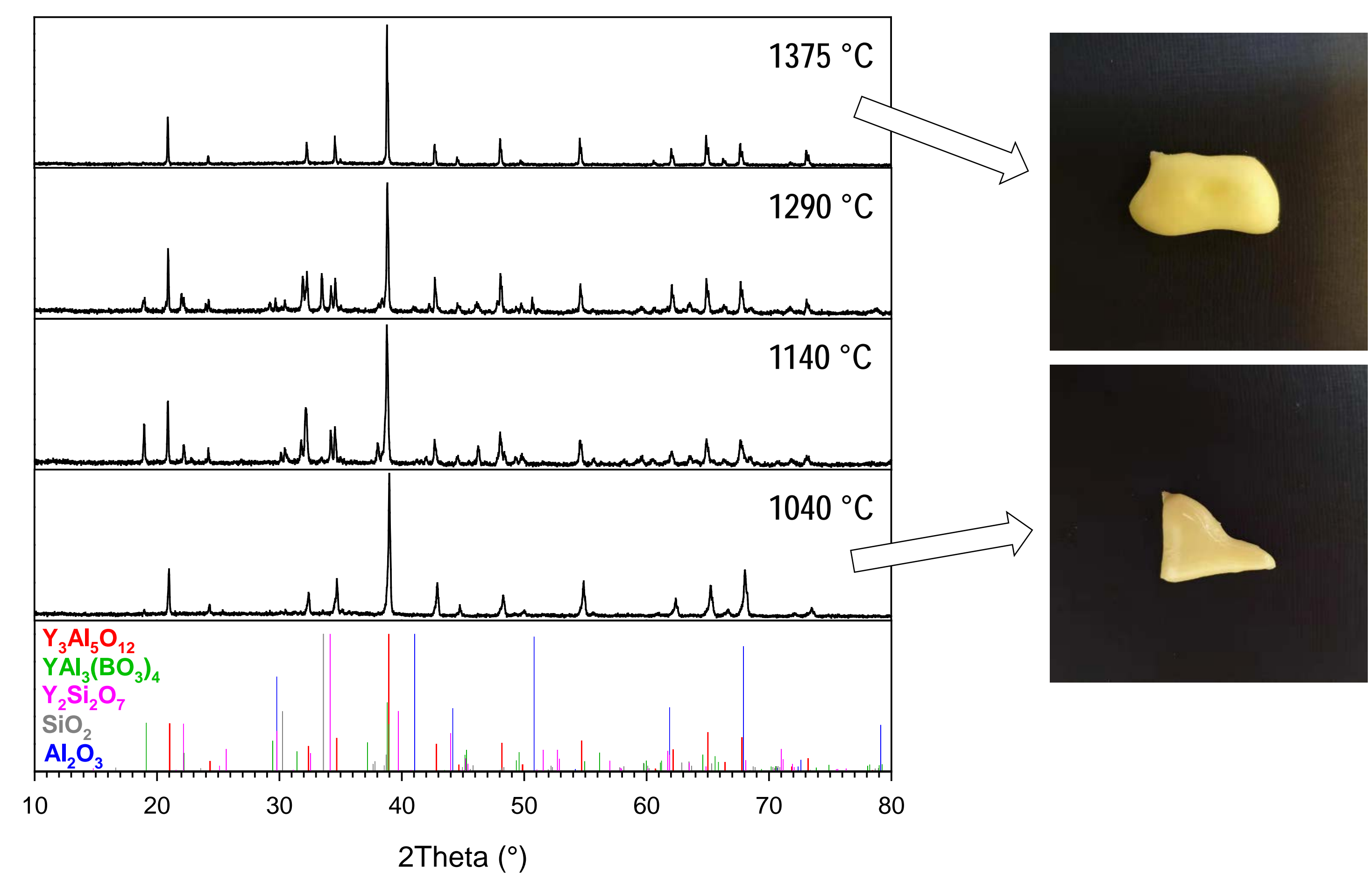
- Bestimmung von T_g und potentiellen Kristallisationstemperaturen (exotherme DSC Peaks)
- T_g sinkt mit B₂O₃-Zugabe (Glas B und C) und höherem Y₂O₃/Al₂O₃-Verhältnis (Glas D)



Ergebnisse: XRD

- Temperung aller Gläser bei allen Kristallisationstemperaturen (DSC)
- Bestimmung der auftretenden Kristallphasen
- YAG-Kristallisation i.d.R. bei 1375 °C, aber teils auch bei 1040 °C (Glas B & D)

Beispiel Temperreihe Glas B:



Hauptkristallphasen nach Temperatur:

Glas	1040 °C	1115 °C	1340 °C	1375 °C
Glas A	YAG Y ₂ Si ₂ O ₇ YAG, Y(OH) ₃	YAG Y ₂ Si ₂ O ₇ , Y(OH) ₃	YAG SiO ₂ , Y ₂ Si ₂ O ₇ , Y(OH) ₃	YAG
Glas B	YAG	YAG Y ₂ Si ₂ O ₇ , YAl ₃ (BO ₃) ₄	YAG Y ₂ Si ₂ O ₇ , YAl ₃ (BO ₃) ₄ , SiO ₂	YAG
Glas C	1080 °C YAG Y ₂ Si ₂ O ₇	1210 °C YAG Y ₂ Si ₂ O ₇ , Al ₄ B ₂ O ₉	1290 °C Al ₂ O ₃ YAG	1340 °C Al ₂ O ₃ YAG
Glas D	1040 °C YAG YAl ₃ (BO ₃) ₄ , Al ₂ Y ₄ O ₉	n.n.	n.n.	1375 °C YAG