

	VIETTEL AI RACE QUY TRÌNH CHẾ TẠO VẬT LIỆU SILICATE ALUMINO KIỀM THỒ	TD590 Lần ban hành: 1
---	---	------------------------------

Chúng tôi khảo sát ảnh hưởng của thời gian thiêu kết đến quá trình tạo pha của vật liệu SAS. Ở đây, nhiệt độ thiêu kết là 1250 °C và hàm lượng B₂O₃ 4 %kl sản phẩm được chọn không đổi, khoảng thời gian thiêu kết khảo sát lần lượt: 15, 30, 60, 90 và 120 min. Giản đồ XRD của vật liệu SAS: Eu³⁺ (0,25 %mol) ở các khoảng thời gian thiêu kết khác nhau

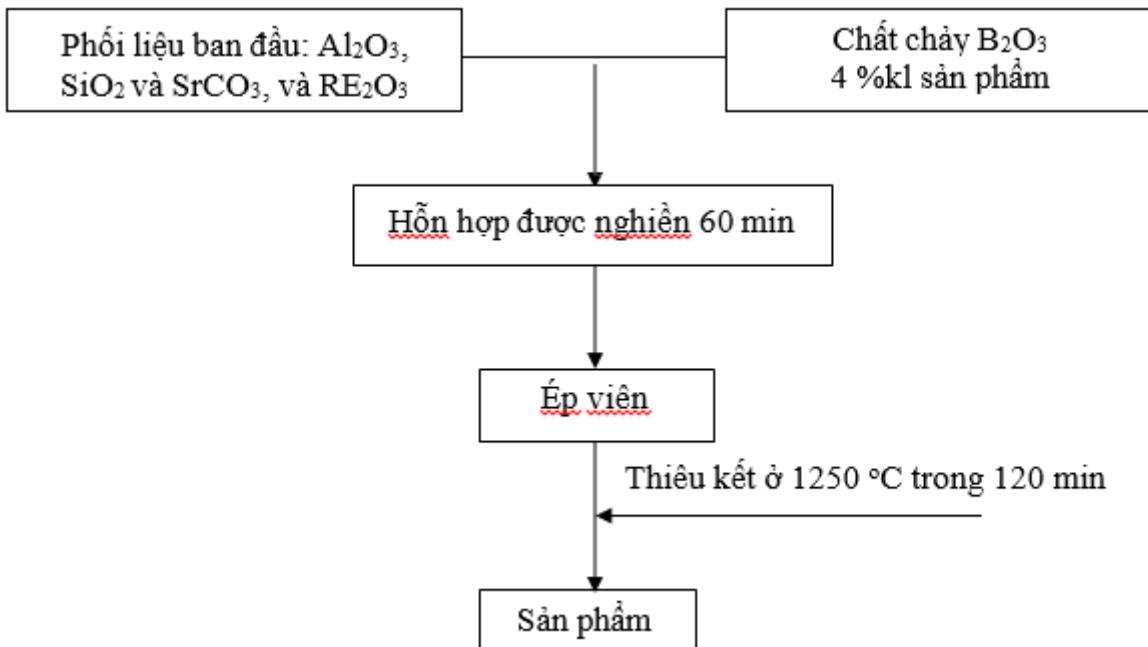
Vật liệu chế tạo thiêu kết ở 1250 °C với các khoảng thời gian khác nhau ảnh hưởng rất lớn đến việc hình thành pha của vật liệu. Vật liệu thiêu kết trong thời gian 15 min pha Sr₂Al₂SiO₇ xuất hiện với tỉ phần rất nhỏ, khi tăng thời gian thiêu kết từ 30 đến 90 min pha Sr₂Al₂SiO₇ xuất hiện với tỉ phần lớn. Tuy nhiên, vẫn còn tồn tại 2 pha không mong muốn SrAl₂O₄ và pha SrSiO₃. Khi mẫu thiêu kết với thời gian 120 min, vật liệu chỉ tồn tại một pha Sr₂Al₂SiO₇, cấu trúc pha tứ giác, phù hợp với thẻ chuẩn JCPDS: 75-1234 [69].

1. Ảnh hưởng của hàm lượng chất chảy B₂O₃ đến cấu trúc của vật liệu Sr₂Al₂SiO₇: Eu³⁺

Từ hai kết quả khảo sát trên, chúng tôi lựa chọn nhiệt độ thiêu kết 1250 °C và thời gian thiêu kết 120 min được giữ không đổi. Tiến hành khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng chất chảy B₂O₃ đến cấu trúc của vật liệu, với hàm lượng B₂O₃ thay đổi từ 2 đến 5 %kl sản phẩm. Kết quả khảo sát XRD được thể hiện trên hình 2.9, các mẫu đều có cấu trúc pha Sr₂Al₂SiO₇. Tuy nhiên, với hàm lượng B₂O₃ nhỏ hơn 3

%kl sản phẩm, trong mẫu tồn tại một lượng rất nhỏ pha của SrAl₂O₄ và SrSiO₃. Vật liệu chỉ tồn tại một pha Sr₂Al₂SiO₇ ứng với hàm lượng B₂O₃ từ 4 đến 5 %kl sản phẩm.

	VIETTEL AI RACE QUY TRÌNH CHÉ TẠO VẬT LIỆU SILICATE ALUMINO KIỀM THỒ	TD590
		Lần ban hành: 1



Hình 2.10. Sơ đồ chế tạo vật liệu SAS pha tạp các nguyên tố RE bằng phương pháp phản ứng pha rắn

Qua quá trình khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện công nghệ như: Nhiệt độ thiêu kết, thời gian thiêu kết, hàm lượng chất chảy B₂O₃, sơ đồ chế tạo vật liệu SAS pha tạp các nguyên tố RE bằng phương pháp phản ứng pha rắn được đưa ra trên hình 2.10. So sánh với công trình công bố của nhóm tác giả Jadhaw năm 2017 chế tạo vật liệu SAS pha tạp các nguyên tố RE bằng phương pháp phản ứng pha rắn có sử dụng chất chảy H₃BO₃ [34]. Cho thấy, quy trình chế tạo của chúng tôi đã giảm được nhiệt độ thiêu kết 150 °C, điều này rất có ý nghĩa trong quá trình chế tạo vật liệu.

2. Cấu trúc tinh thể của hệ vật liệu Ca₂Al₂SiO₇ đơn và đồng pha tạp nguyên tố đất hiếm

Giản đồ XRD của hệ mẫu CAS đơn pha tạp và đồng pha tạp ion RE³⁺ được biểu diễn trên hình 2.11, hình 2.12. Kết quả phân tích cho thấy, vật liệu có cấu trúc pha mong muốn là Ca₂Al₂SiO₇, với nhóm không gian P42₁m, thuộc pha tứ giác (Tetragonal) phù hợp với thẻ chuẩn của pha Ca₂Al₂SiO₇ (JCPDS: 35-0755) [40], [92], [103]. Cấu trúc pha Ca₂Al₂SiO₇ có độ lặp lại rất cao khi thay đổi tạp và nồng độ ion RE³⁺. Chúng tôi quy trình chế tạo bằng phương

	VIETTEL AI RACE QUY TRÌNH CHẾ TẠO VẬT LIỆU SILICATE ALUMINO KIỀM THỔ	TD590
		Lần ban hành: 1

pháp phản ứng pha rắn đối với hệ vật liệu silicate alumino kiềm thổ có độ ổn định và lặp lại cao. Việc pha tạp nồng độ từ 0,5 đến 3,5 %mol không ảnh hưởng gì đến cấu trúc pha của vật liệu.

3. Các hệ vật liệu đã chế tạo sử dụng nghiên cứu trong luận án

Bảng 2.1. Các hệ vật liệu sử dụng nghiên cứu trong luận án

TT	Hệ vật liệu chế tạo
Đơn pha tạp	
01	CAS: RE ³⁺ (0,5 %mol), (RE: Eu, Ce, Tb, Dy, Sm)
02	CAS: Eu ³⁺ (x %mol), với x = 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0
03	CAS: Ce ³⁺ (x %mol), với x = 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0
04	CAS: Dy ³⁺ (x %mol), với x = 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 3,5
05	CAS: Tb ³⁺ (x %mol), với x = 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,5
06	CAS: Sm ³⁺ (x %mol), với x = 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,5
Đồng pha tạp	
07	CAS: Ce ³⁺ (x %mol), Dy ³⁺ (1 %mol), với x = 0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0
08	CAS: Dy ³⁺ (x %mol), Eu ³⁺ (1 %mol), với x = 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 3,5
09	SAS: Ce ³⁺ (0,5 %mol); SAS: Eu ³⁺ (0,5 %mol); SAS: Ce ³⁺ (x %mol); Eu ³⁺ (1 %mol); với x = 0; 0,5; 1,0; 1,5
10	CAS: Ce ³⁺ (0,5 %mol), Dy ³⁺ (1 %mol), Eu ³⁺ (0,5 %mol)

Từ việc tổng quan tình hình nghiên cứu trên thế giới về hệ vật liệu phát quang silicate alumino kiềm thổ pha tạp các nguyên tố RE. Chúng tôi nhận thấy hệ vật liệu CAS: RE³⁺ vẫn chưa được công bố nhiều. Chính vì vậy, trong luận án này chúng tôi tập trung chế tạo các hệ vật liệu CAS: RE³⁺ (với RE: Sm, Dy, Ce, Tb, Eu) thay đổi theo nồng độ tạp, nghiên cứu đặc trưng quang phổ và tìm hiểu cơ chế phát quang của các ion RE³⁺. Bên cạnh đó, chúng tôi chế tạo các hệ vật liệu đồng pha tạp một hoặc hai ion RE³⁺ nghiên cứu hiện tượng ET. Các hệ vật liệu sử dụng nghiên cứu trong luận án được liệt kê ở bảng 2.1.

	VIETTEL AI RACE	TD590
	QUY TRÌNH CHẾ TẠO VẬT LIỆU SILICATE ALUMINO KIỀM THỔ	Lần ban hành: 1

4. Kết luận chương 2

Trong chương này, chúng tôi đã đi sâu nghiên cứu các điều kiện công nghệ ảnh hưởng đến quy trình chế tạo vật liệu silicate alumino kiềm thổ pha tạp các nguyên tố RE bằng phương pháp phản ứng pha rắn. Xác định được các điều kiện công nghệ và thông số tối ưu để chế tạo vật liệu như sau:

+ Đối với hệ vật liệu CAS

- Nhiệt độ thiêu kết 1280 °C;
- Thời gian thiêu kết 60 min;
- Hàm lượng chất chảy B_2O_3 là 4 %kl sản phẩm.