

Anorganisches Praktikum
3. Semester



FH MÜNSTER
University of Applied Sciences



FB Chemieingenieurwesen
Department of Chemical Engineering

Fachbereich Chemieingenieurwesen
Labor für Anorganische Chemie
und Angewandte Materialwissenschaft

Versuch V10

(Version 02/2024)

Synthese und Charakterisierung

des LED-Leuchtstoffes YAG:Ce

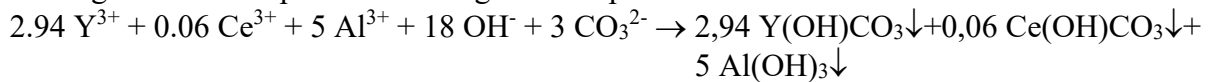
Synthese und Charakterisierung des LED-Leuchtstoffes YAG:Ce

Chemikalien:	Aktivkohle	
	deionisiertes Wasser	
	konzentrierte NH ₃ -Lösung	
	NH ₄ HCO ₃	M = 79.06 g/mol
	Al(NO ₃) ₃ ·9 H ₂ O (0.5 M Lösung)	M = 375.13 g/mol
	Ce(NO ₃) ₃ ·6 H ₂ O (0.5 M Lösung)	M = 434.23 g/mol
Y(NO ₃) ₃ ·6 H ₂ O (0.5 M Lösung)	M = 383.01 g/mol	

Geräte:	Erlenmeyerkolben
	Filtriervorrichtung
	Kammerofen
	Kristallisierschale
	2 Korundtiegel + 1 Tiegeldeckel
	Messzylinder
	Trockenschrank
	Tropftrichter

Reaktionsgleichungen

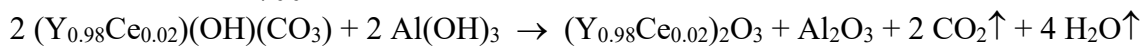
Fällungsreaktion bei pH 8-9 – homogene Precipitation



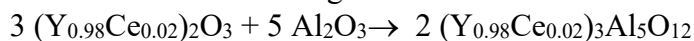
Da eine homogene Fällung vorliegt gilt folgende Schreibweise:



Vorkalziniieren bei 700 °C



Thermische Umwandlung ab 1300 °C



Der Kohlenstoff, der mit dem Luftsauerstoff zu reduzierendem CO-Gas reagiert, welches sich über das Boudouard-Gleichgewicht im Korundtiegel bildet, verhindert, dass der Aktivator Ce³⁺ zu Ce⁴⁺ oxidiert wird.

Arbeitsbeschreibung zur Synthese von $(Y_{0.98}Ce_{0.02})_3Al_5O_{12}$

Es werden 14.7 ml 0.5 mol/l $Y(NO_3)_3 \cdot 6 H_2O$ -Lösung, 0.3 ml 0.5 M $Ce(NO_3)_3 \cdot 6 H_2O$ -Lösung und 26.3 ml 0.5 mol/l $Al(NO_3)_3 \cdot 9 H_2O$ in einen Tropftrichter gefüllt. Die vereinigten Lösungen werden unter Rühren langsam zu 40 ml einer 2 mol/l Ammoniumhydrogencarbonat-Lösung, die vorher mit etwas NH_3 -Lösung auf pH 8 - 9 gebracht wurde, getropft.

Während des Zutropfens der sauren Nitrat-Lösung muss der pH-Wert durch Ammoniakzugabe bei 8 - 9 gehalten werden. Nach ca. 30 – 40 Minuten sollte die ganze Lösung zugetropft sein, wobei sich ein flockiger, weißer Niederschlag gebildet hat.

Man lässt den Niederschlag etwa 1 h altern und saugt ihn dann über einen Filter (5 - 13 μm) ab. Anschließend wird das Produkt mehrfach mit deionisiertem Wasser gewaschen. Nach dem Entfernen des Filters wird der Niederschlag in eine Kristallisierschale überführt und im Trockenschrank bei 120 °C getrocknet. Anschließend erfolgt Vorkalzieren 2 h bei 700 °C im Porzellantiegel. Das gemörserte Produkt wird in einen kleineren Korundtiegel gefüllt, dieser in den größeren Korundtiegel gestellt, der einige Gramm gepulverte Aktivkohle enthält, und anschließend mit dem Tiegeldeckel verschlossen. Der verschlossene Tiegel wird in den Kammerofen gestellt und dann 4 h bei 1650 °C kalziniert.

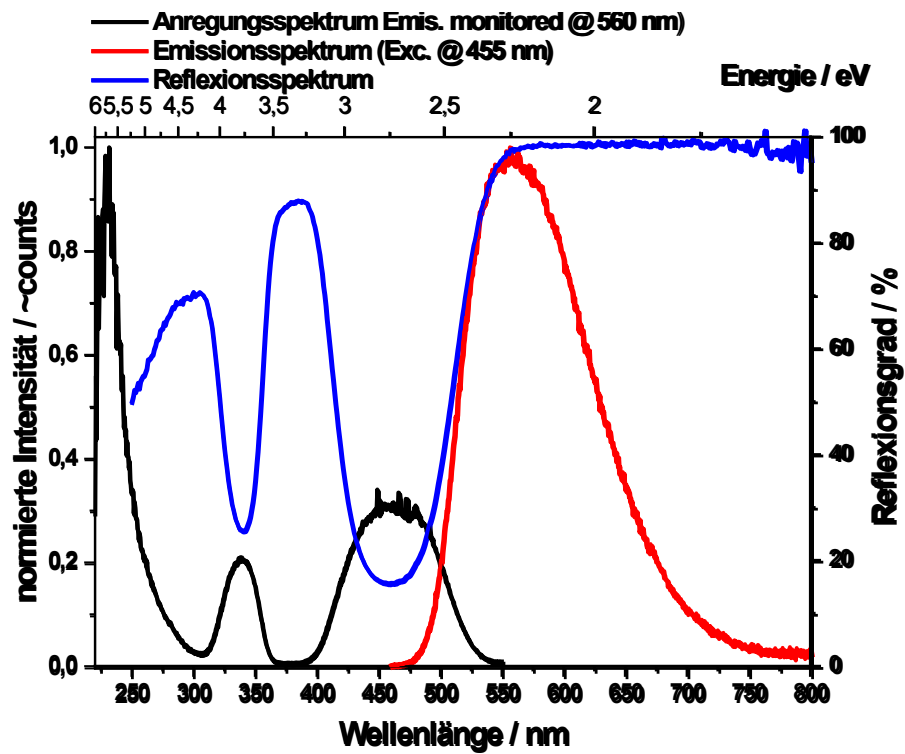
Zusätzlich zum Röntgenpulverdiffraktogramm werden ein Anregungs- und ein Emissionsspektrum erstellt.

$Y_3Al_5O_{12}$ (YAG) kristallisiert in der kubischen Granatstruktur. Mögliche Nebenphasen bei nicht vollständiger Umsetzung sind Al_2O_3 , $YAlO_3$ (YAP) und $Y_4Al_2O_9$ (YAM).

Weitere Informationen

YAG:Ce (2 %) ist ein Leuchtstoff, der eine breite Emissionsbande mit einem Maximum bei 560 nm zeigt. Diese Bande wird durch einen erlaubten Interkonfigurationsübergang $[Xe]5d^1 \rightarrow [Xe]4f^1$ verursacht. Das Anregungsspektrum zeigt, dass sich YAG:Ce gut bei 450 nm, 340 nm und 170 nm anregen lässt. In weißen LEDs befindet sich YAG:Ce bzw. (Y,Gd)AG:Ce als dünne Pulverschicht auf dem (In,Ga)N Halbleiterchip. Der Leuchtstoff wandelt dort einen Teil der von dem Chip emittierten blauen Photonen in gelbe (YAG:Ce) bis gelb-orange ((Y,Gd)AG:Ce) Photonen um, so dass man durch additive Farbmischung weißes Licht erhält. Der Weißton bzw. die Farbtemperatur der LED hängt von der Schichtdicke und von der genauen Zusammensetzung des YAG:Ce Leuchtstoffes bzw. vom Gd- und Ce-Gehalt) ab.

Anregungs-, Emissions- und Reflexionsspektrum von $Y_3Al_5O_{12}:Ce(2\%)$



Röntgenpulverdiffraktogramm von $Y_3Al_5O_{12}:Ce(2\%)$ (Cu K_α -Strahlung)

