

## Záverečná karta projektu

Názov projektu Evidenčné číslo projektu **LPP-0133-09**  
**Sklené a sklokeramické materiály na báze aluminátov vzácnych zemín**

Zodpovedný riešiteľ **doc. Ing. Dušan Galusek, PhD.**  
Príjemca **Ústav anorganickej chémie Slovenskej akadémie vied**

### Názov pracoviska, na ktorom bol projekt riešený

1. Ústav anorganickej chémie SAV, Dúbravská cesta 9, 845 36 Bratislava
- 2.
- 3.
- 4.
- 5.

### Názov a štát zahraničného pracoviska, ktoré spolupracovalo pri riešení

- 1.
- 2.
- 3.

### Udelené patenty/podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory, ktoré sú výsledkami projektu

- 1.
- 2.
- 3.

### Najvýznamnejšie publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu – uveďte aj publikácie prijaté do tlače

1. Prnová, A. Domanická, R. Klement, J. Kraxner, M. Polovka, M. Pentrák, D. Galusek, P. Šimurka, J. Kozánková: Er- and Nd-doped yttrium aluminosilicate glasses: Preparation and characterization, *Optical Materials* 33 (2011) 1872–1878.
2. Prnová, D. Galusek, M. Hnatko, J. Kozánková, I. Vávra: Composites with eutectic microstructure by hot pressing of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> glass microspheres, *Ceramics – Silikáty* 55 (2011) 208-213.
3. A. Haliaková, A. Prnová, R. Klement, D. Galusek, W.-H. Tuan: Flame-spraying synthesis of aluminate glasses in the system Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Ceramics International* 38 5543–5549 (2012)
- 4.
- 5.

## Uplatnenie výsledkov projektu

### CHARAKTERISTIKA VÝSLEDKOV

#### Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v slovenskom jazyku (max. 20 riadkov)

V rámci riešenia projektu boli viacerými spôsobmi pripravené práškové prekursory, pričom ako najvhodnejší spôsob prípravy sa ukázala metóda sól-gél metóda (modifikovaná Pechiniho metóda) s použitím dusičnanov, kyseliny citrónovej a monoetylén glykolu ako východiskových látok. Plameňovou syntézou sa pripravili sklené mikroguličky s celkovo 50 rôznymi zloženiami v systémoch  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-RE}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-RE}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-RE}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ , pričom  $\text{RE}=\text{Y}$ ,  $\text{Yb}$ ,  $\text{La}$ . Taktiež sa pripravili sklá dopované 1, 3 a 5 mol%  $\text{Er}$ ,  $\text{Nd}$  a  $\text{Ce}$ . Pripravené mikroguličky boli skúmané pomocou OM, SEM, TEM, RTG a IC spektroskopie. U dopovaných vzoriek boli zmerané UV- VIS- NIR spektrá v reflexnom móde a u systémov  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  aj emisné a excitačné spektrá. Ako vyplynulo z výsledkov meraní, sklené mikroguličky sú vhodným materiálom pre dopovanie prvkami vzácnych zemín a ich štruktúra nemá výrazný negatívny vplyv na fotoluminiscenčné vlastnosti týchto prvkov a je možné uvažovať o ich využití ako anorganických fosforov pre energeticky úsporné osvetľovacie zdroje (HB-LED). Vybrané systémy sa ďalej žiarovo lisovali pri tlakoch 30 a 40 MPa, pri rôznych teplotách a rôznych dobách izotermickej výdrže. U takto pripravených hutných materiálov sa stanovila tvrdosť podľa Vickersa a indentačná lomová húževnatosť. Pomocou SEM sa skúmala mikroštruktúra zhutnených materiálov. Viaceré pripravené materiály mali uspokojivé mechanické vlastnosti a jemnú eutektickú mikroštruktúru. Pre potreby optimalizácie riadenej kryštalizácie boli uskutočnené DSC analýzy a merania na vysokoteplotnom RTG výsledky týchto meraní sú v štádiu vyhodnocovania. Taktiež sa vykonali NMR analýzy za účelom skúmania štruktúry pripravených skiel.

#### Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v anglickom jazyku (max. 20 riadkov)

Several methods were applied for preparation of powder precursors of aluminate glasses for flame spray synthesis. As the most suitable, the sol-gel method (modified Pechini synthesis) was identified, utilising respective nitrates, citric acid and monoethyleneglycol as starting materials. Flame synthesis was applied to prepare glass microspheres (in all more than 50 various compositions in the systems  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-RE}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-RE}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ , and  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-RE}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ , where  $\text{RE}=\text{Y}$ ,  $\text{Yb}$ ,  $\text{La}$ . The glasses were also doped with 1, 3, and 5 mol % of  $\text{Er}$ ,  $\text{Nd}$ , and  $\text{Ce}$ . The prepared microspheres were examined with the use of OM, SEM, TEM, RTG, and IR spectroscopy. For doped glasses also UV-VIS-NIR spectra in reflection mode, and in the systems  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ , and  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ , also excitation and emission spectra were measured. As indicated by the results, glass microspheres represent a suitable host matrix for doping with luminescence-active rare-earth metals, and their structure has no negative influence on photoluminescence properties of these elements. It is therefore possible to consider their utilisation as inorganic phosphors for energy-saving lighting applications (HB-LED). Selected systems were also hot pressed at 30 and 40 MPa at various temperatures and times of isothermal hold. For dense materials Vickers hardness and indentation fracture toughness were determined. The microstructure was examined by SEM. The prepared materials achieved satisfactory mechanical properties and fine eutectic microstructure. In order to optimise controlled crystallisation of prepared glasses, DSC analysis with complementary high-temperature X-ray diffraction analysis has been carried out. The results are under evaluation, together with the results of NMR analysis of structure of prepared glasses.

Svojím podpisom potvrdzujem, že údaje uvedené v záverečnej karte sú pravdivé a úplné a súhlasím s ich zverejnením.

**Zodpovedný riešiteľ**

doc. Ing. Dušan Galusek, PhD.

V Bratislave 28.09.2012

**Štatutárny zástupca príjemcu**

Prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc.

V Bratislave 28.09.2012

.....  
podpis zodpovedného riešiteľa

.....  
podpis štatutárneho zástupcu príjemcu