

## CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE NANOPÓS CERÂMICOS LUMINESCENTES DE YAG:RE (RE= Eu<sup>3+</sup>, Ce<sup>3+</sup>) SINTETIZADOS VIA PROCESSO SOL-GEL PROTEICO

D. F. D. dos Santos<sup>1</sup>, M. E. G. Valerio<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE – 49100-000, SÃO CRISTOVÃO-SE

<sup>2</sup>DEPARTAMENTO DE FÍSICA, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
felixp2cem@gmail.com

### RESUMO

*Nanopós cerâmicos de YAG:RE (RE=Eu<sup>3+</sup>,Ce<sup>3+</sup>, 1 e 2 mol%) são estudados para aplicações em materiais luminescentes. Neste trabalho reportamos caracterização de nanopós de YAG:RE (RE=Eu<sup>3+</sup>,Ce<sup>3+</sup>,1 e 2%) sintetizados via Processo Sol-Gel Proteico. Por TGA e DTA constatou-se que partir de 950°C é possível obter a fase única YAG. Por difração de raios X foi confirmada a formação da fase única YAG em temperaturas iguais a 950°C/3h e 1050°C/2h. Os resultados da espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) confirmaram a presença de íons contaminantes provenientes da água de coco nos nanopós. Por microscopia eletrônica de varredura verificou-se que as partículas possuem formato de bastões com diâmetro médio em torno de 70nm. Estudos qualitativos da absorção de raios X próximos à borda (XANES) do Eu<sup>3+</sup> e Ce<sup>3+</sup> foram realizados em todos os nanopós sintetizados, demonstrando que nestes há a presença de íons Eu<sup>3+</sup>(YAG:Eu<sup>3+</sup>) e Ce<sup>4+</sup>(nos nanopós dopados com Ce<sup>3+</sup>)*

Palavras chaves: YAG, Sol-Gel Proteico, nanopós.

### INTRODUÇÃO

O Garnet de ítrio e alumínio, - Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>, ou YAG, quando dopado com o íon Nd<sup>3+</sup>, é consolidadamente é um dos mais importantes laser do estado sólido (YAG:Nd<sup>3+</sup>)<sup>(1)</sup>. Devido as excelentes propriedades exibidas, tem sido realizado

muitos estudos sobre as propriedades ópticas do YAG sintetizado na forma de filmes finos, monocristais, policristais, cerâmicas transparentes, ou nanopós, puros ou dopados com outros íons terras raras, para aplicações tais como em displays de painéis de plasma (PDP)<sup>(2)</sup>, em displays de painéis emissores de campo (FED)<sup>(3)</sup>, em tubos de raios catódicos (CRTs)<sup>(4)</sup>, e em detectores de radiações, tal como, em olho de raios X para localizar o feixe em fontes de luz síncrotron de terceira geração<sup>(5)</sup>. A célula cúbica unitária do YAG possui oito fórmulas unitárias de  $Y_3Al_5O_{12}$ , formando uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (grupo espacial  $Ia3d$ ,  $a=b=c=12,002\text{Å}$ , e  $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ ), na qual são distribuídos 160 átomos (JCPDS ficha 33-040). Os íons Y ocupam 24 sítios “c” dodecaédricamente coordenados por oito átomos de O. Os íons Al ocupam diferentes sítios, sendo 16 sítios “a” (alumínio octaédricos) com ponto de simetria octaedral ( $C_3$ ), coordenados por seis átomos de O, e 24 sítios “d” (alumínio tetraédrico) com ponto de simetria tetraedral ( $S_4$ ), coordenados por quatro átomos de O. Os átomos de O ocupam 96 sítios “h”, os quais dependem dos parâmetros x, y e z para serem localizados, sendo que esses parâmetros variam para diferentes compostos do tipo garnet<sup>(6)</sup>. Além da vasta aplicação, também é reportada a síntese do YAG por várias metodologias, as quais incluem as tradicionais reações do estado sólido<sup>(7)</sup>, ou métodos úmidos como o processo sol-gel (PSG)<sup>(8)</sup>, o método Pechini (MP)<sup>(9)</sup>, assim como também, técnicas sofisticadas como o método Czochralski (Cz)<sup>(10)</sup> e a técnica de crescimento por gradiente de temperatura (TGT)<sup>(10)</sup>, dentre outras.

No entanto, a síntese do composto YAG (em escala *bulk* ou em escala nanométrica), nas mais diversas formas por estas metodologias, apresenta algumas desvantagens, tais como os longos períodos, elevadas temperaturas de síntese e altos custos de reagentes (no PSG os alcóxidos, no MP os precursores poliméricos)<sup>(8,9)</sup>, assim como também a etapa final de produção, que pode afetar a pureza do produto (moagem nas reações do estado sólido), ou o mais comum: a necessidade de equipamentos sofisticados e especiais para se alcançar acurácia nos resultados (TGT e Cz)<sup>(10)</sup>.

Neste trabalho, apresentamos os resultados da caracterização de pós de YAG dopados com os íons  $Eu^{3+}$  e  $Ce^{3+}$ , em concentrações iguais a 1 mol% (YAG: $Eu^{3+}$  1mol % e YAG: $Ce^{3+}$  1mol%) e 2 mol% (YAG: $Eu^{3+}$  2mol% YAG: $Ce^{3+}$  mol%), sintetizados via Processo Sol-Gel Proteico<sup>(11)</sup>, um método que utiliza a água de coco (*coco nuscifera*) como solvente dos reagentes de partida (sais de nitratos metálicos)

e que requer equipamentos simples, além de necessitar curtos tempos e baixas temperatura para sintetizar nanopós com elevada pureza e distribuição homogênea de partículas<sup>(12)</sup>.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Os reagentes de partida utilizados para a preparação dos pós foram o nitrato de ítrio,  $Y(NO_3)_3$  (99,99% Cathay Advanced Materials Ltd.), o nitrato de alumínio nonahidratado  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  (99,997% Sigma Aldrich), o nitrato de európio,  $Eu(NO_3)_3$  (99,99% Cathay Advanced Materials Ltd.) e nitrato de Cério (III) hexahidratado  $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$  (99,99% Sigma Aldrich), e água de coco (*coco nuscifera*) filtrada, sendo que o volume final da solução foi igual a 20ml.

A síntese dos nanopós de YAG dopados com os íons  $Eu^{3+}$  e  $Ce^{3+}$  foi realizada em quatro etapas. A primeira etapa (i) consistiu em dissolver os reagentes de partida em proporções de,  $Y^{3+}:2,99$ ,  $Eu^{3+}:0,01$ mol ou 0,02mol, Al:5mols (nanopós de YAG: $Eu^{3+}$  1mol%), e  $Y^{3+}:2,99$ ,  $Ce^{3+}:0,01$ mol, Al:5mols (nanopós de YAG: $Ce^{3+}$  1mol%) na água de coco filtrada (*coco nuscifera*), para obtenção dos sóis, sendo o volume final da solução igual a 20ml. Na segunda etapa (ii) os sóis formados em (i), foram aquecidos em 100 °C durante 24 horas para eliminar a água de coco e obter xerogéis. Na terceira etapa (iii) os xerogéis obtidos em (ii) foram calcinados em atmosfera aberta, em forno elétrico, aquecendo-os à taxa de 10°C/min, de 25°C até as temperaturas iguais a 950°C, permanecendo por 2 ou 3 horas, e 1050 °C durante 2 horas, para que ocorresse a eliminação de material orgânico, restando apenas a fase única cristalina YAG. Na última etapa (iv), os pós foram resfriados naturalmente até a temperatura ambiente. Procedimentos análogos aos descritos nas etapas de (i) à (iv) foram realizados para obtenção dos nanopós de YAG dopados com 2 mol% de  $Eu^{3+}$  (YAG: $Eu^{3+}$  2mol%) e 2 mol% de  $Ce^{3+}$  (YAG: $Ce^{3+}$  2mol%).

As caracterização dos nanopós sintetizados foi iniciada a partir da análise das curvas das análises térmicas diferencial (DTA) e termogravimétrica (TGA), adquiridas de em um equipamento da *TA Instrument, SDT 2960*, operando com fluxo de ar sintético, fluxo de 100ml/min., aquecendo à taxa de 10 °C/min., de 25°C até 1100°C, após, A difração de raios X (XRD) foi realizada em condições ambiente em um difratômetro da Rigaku®, RINT Ultima+ 2000/PC, radiação  $Cu K\alpha$ ,  $10^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ , 40kV/40mA, passo de 0,02°, velocidade de varredura de 2°/min. A composição

química dos nanopós sintetizados foi avaliada, quantitativamente, em um microscópio eletrônico de varredura (SEM, JEOL JSM 6510LV) equipado com um sistema analisador espectroscópico de raios X por energia dispersiva (EDX) operando em uma tensão de 10kV. A morfologia e o tamanho das partículas presentes nos nanopós sintetizados foram avaliados a partir das micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura em um microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo (FEG-SEM, JEOL JSM 6700F). A análise das valências dos íons dopantes presentes nos nanopós sintetizados foi feita com o auxílio da técnica de análise da estrutura fina de absorção de raios X na região da borda de absorção (XANES), após excitar as bordas  $L_{III}$  dos íons  $Eu^{3+}$  e  $Ce^{3+}$  com luz síncrotron (operando em modo *multibunch*) na linha de luz D08B-XAFS2 do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), SP, Brasil (configurada para obter os dados via fluorescência de raios X).

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

A partir dos resultados de TGA e DTA (Figura 1) obtidos da calcinação dos xerogéis, constatou-se que ocorre a perda de aproximadamente 70% da massa inicial, devido à eliminação da água retida na estrutura do xerogel, assim como também a eliminação de material orgânico, além de perda provocada por processos exotérmicos assemelhados à combustão, oriundos da queima substâncias comburentes que possivelmente foram formados na reação entre os nitratos e a água de coco<sup>(13)</sup>. Também foi constatado a partir de 900°C ocorre a estabilização da perda de massa, mas ainda ocorrem processos exotérmicos, sugerindo que acima dessa temperatura poderá ser formada a fase única YAG nos pós.

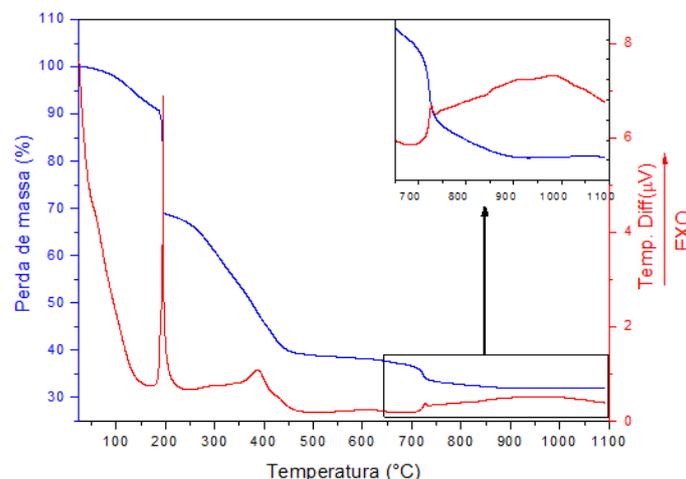


Figura 1- Curvas de TGA e DTA do xerogel

## Difração De Raios X (XRD)

A busca pelas melhores condições de síntese de nanopós de YAG dopados com os íons  $\text{Eu}^{3+}$  e  $\text{Ce}^{3+}$  iniciou-se com a busca das melhores condições para sintetizar nanopós sem a adição de dopantes, nos quais houvesse apenas a fase única  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG). Os resultados da difração de raios X (XRD) (Fig.2) constataram a obtenção de pós cristalinos com a fase única YAG somente após calcinar os xerogéis em temperaturas iguais a  $950^\circ\text{C}$  durante 3 horas(Fig.2c), e  $1050^\circ\text{C}$  durante 2 horas (Fig.2d), corroborando a previsão dos resultados das análises térmicas. Foi observado que não é possível obter pós com fase única YAG após calcinar xerogéis em  $950^\circ\text{C}$  por 2h (Fig.2b) ou em temperaturas menores (Fig.2a).

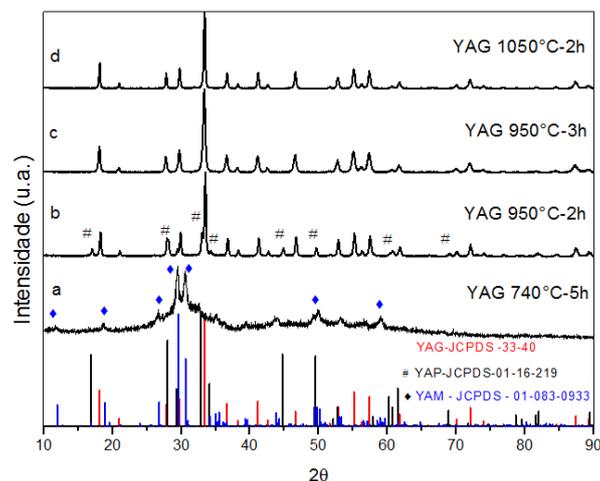


Fig. 2- DRX do pós de YAG sem dopantes.

Os resultados de DRX dos xerogéis dopados com os íons  $\text{Eu}^{3+}$  e  $\text{Ce}^{3+}$  em quantidades iguais a 1 e 2 mol% (Fig.3), calcinados em condições semelhantes às calcinações dos xerogéis sem a adição de dopantes, constatarem que não é possível obter pós com fase única após calciná-los em  $950^\circ\text{C}$  por 2 horas (Fig.3a, e 3d, Fig. 4a e 4d) e Entretanto nos xerogéis calcinados em  $950^\circ\text{C}$  durante 3 horas (Fig. 3b e 3e, Fig. 4b e 4e) e  $1050^\circ\text{C}$  durante 2 horas (Fig.3c e 3f, Fig. 4c e 4f) foi constatada a formação da fase única, sendo esse, assim como a síntese de pós cristalinos sem a adição de dopantes, um resultado novo, ou seja, até o momento não há relatos na literatura científica informando a obtenção de pós de YAG puros e dopados com íons  $\text{Ce}^{3+}$  e  $\text{Eu}^{3+}$  via Processo Sol-Gel Proteico.

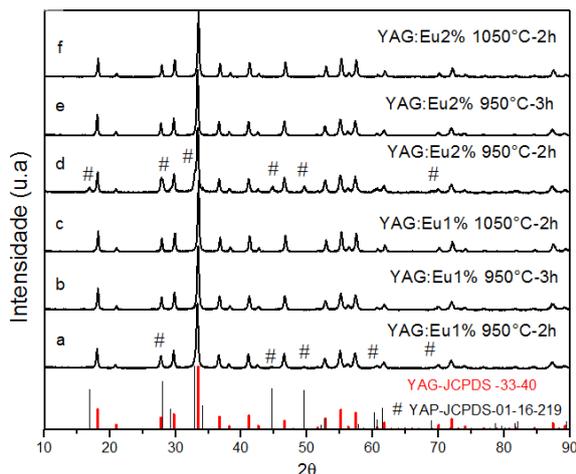


Fig.3-DRX dos nanopós de YAG dopados com Eu<sup>3+</sup> em 1 e 2 mol%.

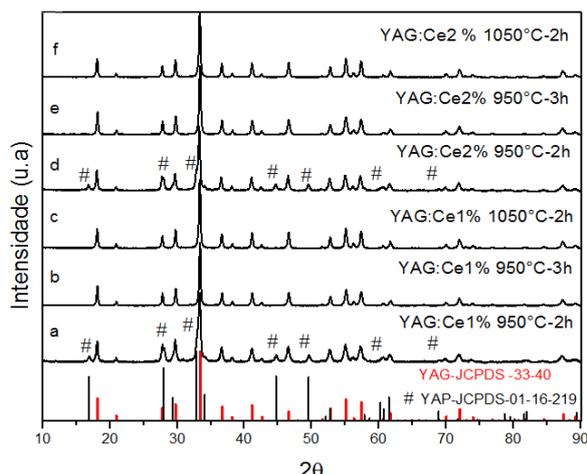


Fig.4-DRX dos nanopós de YAG dopados com Ce<sup>3+</sup> em 1 e 2 mol%.

Com vistas à utilização dos nanopós de YAG dopados em possíveis aplicações no campo da fotônica, torna-se necessário avaliar a sua composição química, assim como também o estado de oxidação dos íons dopantes, uma vez que tanto a presença de íons contaminantes, assim como também a existência de íons em estados de oxidação promovem a redução de propriedades ópticas dos nanopós sintetizados<sup>(14)</sup>. A avaliação da composição foi feita utilizando a técnica de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX), e o estado de oxidação foi avaliado, de modo qualitativo, utilizando a técnica de espectroscopia de absorção de raios X na região da borda (XANES) dos íons dopantes.

#### Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX)

Após a confirmação de que foi possível, via Processo Sol-Gel Proteico, obter pós nanocristalinos, com e sem a adição de dopantes nos quais foi formada somente a fase única Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> (YAG), tornou-se necessário obter informações sobre a composição química desses nanopós, uma vez que a água de coco apresenta variações em sua composição química devido às condições de plantio e colheita do coco<sup>(13)</sup>. O estudo da composição química de todos os nanopós sintetizados foi realizado utilizando a técnica de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) (Tabela 1), a qual demonstrou que em todos os nanopós há a presença de elementos contaminantes (K, Ca, Na, Mg, S) em quantidades acima daquelas correspondentes aos íons dopantes. Tais íons são oriundos da água de coco<sup>(13)</sup> e

não foram eliminados durante o processo de calcinação dos pós. Na matriz YAG os íons S e Mg, ocupam preferencialmente os sítios tetraédricos e octaédricos do Al<sup>(6)</sup>, sendo que os demais íons podem ocupar preferencialmente o sítio dodecaédrico do Y<sup>(6)</sup>. Estes elementos ao interagirem com o campo cristalino ao redor do íon Ce<sup>3+</sup> favorecem a formação do cério em valência 4+, atuando como meio de compensação de cargas<sup>(14)</sup>. O oxigênio foi retirado da análise da composição por não ser possível separar do resultado quantificado a quantidade correspondente ao oxigênio que ainda restou na coluna de detecção do microscópio eletrônico e a quantidade de oxigênio presente nos pós.

Tabela 1-Composição química dos nanopós sintetizados.

Amostras	Elementos (X ± e)%									Relações (%)		
	Y	Al	K	Ca	Na	Mg	S	Eu	Ce	(1) Y+K+Ca + (Na+Eu ou Ce)	(2) Al + (Mg ou S)	(1)/(2) ±e
YAG:Eu2%-1050°C-2h	32,26±0,15	61,63±0,26	1,52±0,09	1,23±0,09	1,62±0,09	0,92±0,08	0,29±0,05	0,41±0,05	-	37,04±0,11	62,84±0,13	0,59±0,01
YAG:Eu2%-950°C-3h	28,94±0,13	61,02±0,23	5,57±0,12	1,60±0,10	0,23±0,07	1,20±0,07	0,14±0,06	0,30±0,04	-	36,64±0,11	62,36±0,12	0,59±0,01
YAG:Eu1%-1050°C-2h	32,39±0,14	62,07±0,25	1,62±0,07	0,93±0,07	1,76±0,07	0,84±0,07	0,30±0,05	0,35±0,04	-	37,05±0,07	62,21±0,12	0,60±0,04
YAG:Eu1%-950°C-3h	31,73±0,15	61,47±0,26	3,10±0,07	1,16±0,08	1,16±0,08	0,72±0,07	0,27±0,06	0,39±0,05	-	37,50±0,10	62,46±0,13	0,60±0,02
YAG:Ce2%-1050°C-2h	32,01±0,15	61,64±0,26	3,87±0,07	1,28±0,09	-	0,65±0,06	-	-	0,36±0,04	37,52±0,10	62,29±0,16	0,60±0,04
YAG:Ce2%-950°C-3h	31,15±0,14	59,68±0,25	6,87±0,11	1,35±0,07	-	0,63±0,05	-	-	0,25±0,03	39,62±0,11	60,31±0,15	0,66±0,03
YAG:Ce1%-1050°C-2h	29,31±0,15	60,62±0,25	8,02±0,12	1,12±0,10	-	0,48±0,06	-	-	0,35±0,03	39,79±0,12	59,36±0,16	0,64±0,03
YAG:Ce1%-950°C-3h	30,22±0,12	60,59±0,23	7,45±0,09	1,19±0,06	-	0,21±0,04	-	-	0,24±0,04	39,10±0,09	60,80±0,14	0,64±0,04

### Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise feita a partir das micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura revelou que as partículas formadas nos pós calcinados em 950°C durante 3 (Fig. 5), e 1050°C durante 2 horas (Fig.6), possuem formato de bastões com diâmetros médios em torno de 70 nm.

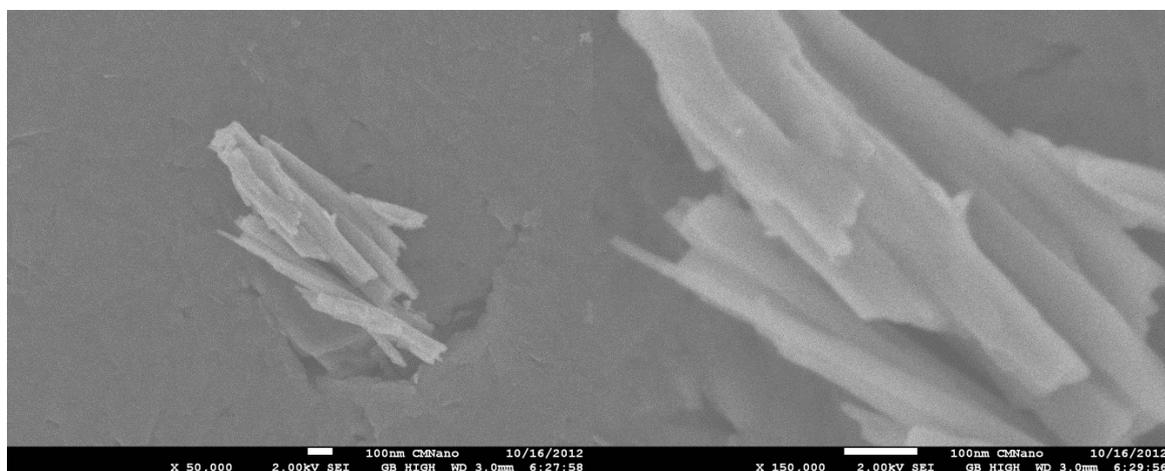


Fig. 5-Micrografias dos nanopós de YAG calcinado em 950°C/3h.

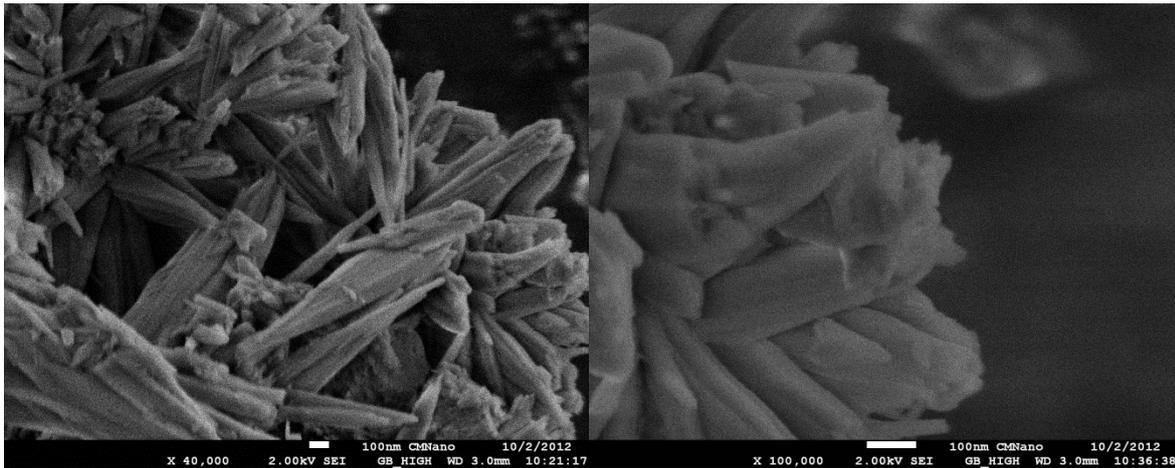


Fig. 6-Micrografias dos nanopós de YAG calcinado em 1050°C/2h.

### Absorção de raios X na região da borda (XANES)

Os resultados dos estudos do estado de oxidação dos íons dopantes demonstraram que nos nanopós dopados com o íon  $\text{Eu}^{3+}$  (Fig. 7), apesar de haver a presença de íons contaminantes, não correu a mudança no estado de oxidação desse íon, sendo esse um resultado novo e promissor, sendo passivo de ser analisado para que possa existir a possibilidade de utilização destes nanopós dopados com  $\text{Eu}^{3+}$  no campo da fotônica.

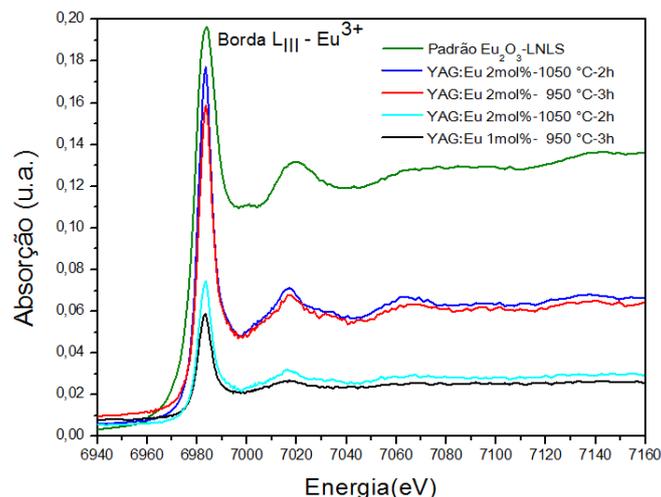


Fig. 7-Espectro de XANES dos pós de YAG dopados com o íon  $\text{Eu}^{3+}$ .

Entretanto, o cério não permaneceu com a valência do íon presente no reagente de partida ( $\text{Ce}^{3+}$ )(Fig.8), sendo essa mudança provocada pela presença dos íons contaminantes (conforme determinados por EDX), que atuam de forma a

favorecer a formação do cério com estado de oxidação 4+, devido à alteração do campo cristalino ao redor do íon  $Ce^{3+}$ , sendo que os átomos vizinhos, atuam como compensador de cargas<sup>(6)</sup>.

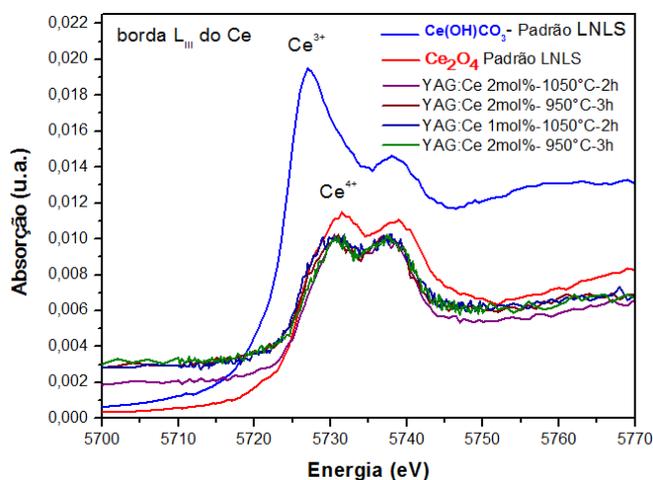


Fig. 8-Espectro de XANES dos pós de YAG dopados com o íon  $Ce^{3+}$ .

Uma análise qualitativa inicial do espectro de absorção feita a partir do desvio das posições das energias nas bordas de absorção dos nanopós sintetizados em relação às bordas de absorção dos padrões metálicos disponibilizados no LNLS (Fig. 9) demonstrou que nos nanopós dopados com o íon  $Ce^{3+}$ , apesar de conter majoritariamente íons  $Ce^{4+}$ , pode haver a presença de íons  $Ce^{3+}$ . Nesse aspecto, observou-se que aumento da concentração de dopantes e o aumento da temperatura de calcinação, favoreceu a obtenção de maiores quantidades de íons  $Ce^{3+}$  na matriz, isto é, nestes nanopós há a presença majoritária de íons  $Ce^{4+}$  assim como também íons  $Ce^{3+}$ .

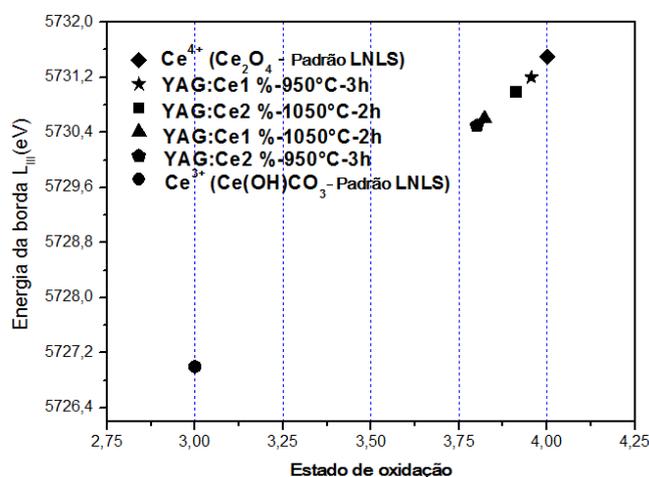


Fig. 7-Estado de oxidação do cério nos nanopós sintetizados.

## CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos conclui-se que o processo sol-gel proteico pode ser utilizado para sintetizar nanopós de YAG, dopados e não dopados com fase única. Concluímos que o processo pode ser utilizado para sintetizar nanopós dopados com o íon  $\text{Eu}^{3+}$  e embora haja a presença de íons contaminantes, provenientes da água de coco, poderão ser buscadas possíveis aplicações luminescentes desses pós. Nas condições de síntese avaliadas, concluímos que o processo não é adequado para sintetizar nanopós de YAG dopados com o íon  $\text{Ce}^{3+}$ , uma vez que, devido à composição química da água de coco, há o favorecimento da formação de íons  $\text{Ce}^{4+}$ .

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, pelo auxílio financeiro, à UFS e o LNLS tanto pelo apoio financeiro, tanto pela infraestrutura disponibilizada na estação experimental D08B-XAFS2, projeto XAFS #4871/11.

## REFERÊNCIAS

- (1) CARREUD, Julie., BOULESTEIX, Rémy., MAÎTRE, Alexandre., RABINOVITCH, Yoël., *et al.*, From elaboration to laser properties of transparent polycrystalline Nd-doped  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  and  $\text{Y}_3\text{ScAl}_4\text{O}_{12}$  ceramics: A comparative study, *Optical Materials*, v. 35, n. 4, p.704, 2013.
- (2) HU, Yucai., LÜ, Yimin., YU, Xuehua., ZHOU, Li., YU, Junsheng., Synthesis and characterization of  $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$  fluorescence powders by co-precipitation method, *J. of R. Earths*, v. 28, n. 1, p. 303, 2010.
- (3) RAVICHANDRAN, D., ROY, R., CHAKHOVSKOI, A.G., HUNT, C.E., WHITE W.B., Fabrication of  $\text{Y}_3\text{Al}_{15}\text{O}_{12}:\text{Eu}$  thin films and powders for field Emission display applications, *Journal of Luminescence* v.71, n.4 p. 291, 1997.
- (4) JYA, P.Y., LIN, J.HAN, X.M., YU, M., Pechini sol-gel deposition and luminescence properties of  $\text{Y}_3\text{Al}_{5-x}\text{Ga}_x\text{O}_{12}:\text{Ln}^{3+}$  ( $\text{Ln}^{3+}=\text{Eu}^{3+}$ ,  $\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{Tb}^{3+}$ ;  $0\leq x\leq 5$ ) thin films, *Thin Solid Films*, v. 483, n. 1–2, p.122, 2005.

- (5) RISCHAU W., Characterization of the X-ray eye, in: DESY Summer School 2009, Friedrich Schiller University Jena, Jena, Germany, 2009, p. 1-11, disponível em: [http://photonscience.desy.de/research/technical\\_groups/detectors/presentations/e190266/CharacterizationoftheX-rayeye-ReportofWillemRischau1.pdf](http://photonscience.desy.de/research/technical_groups/detectors/presentations/e190266/CharacterizationoftheX-rayeye-ReportofWillemRischau1.pdf)
- (6) XU, Yong-Nian., CHING, W. Y., Electronic structure of yttrium aluminum garnet ( $Y_3Al_5O_{12}$ ), Phys. Rev. B, n. 59, p. 10530, 1999.
- (7) WU, Y., LI, J., QUI, F., PAN, Y., LIU, Q., GUO, J., Fabrication of transparent Yb,Cr:YAG ceramics by a solid-state reaction method, Ceramics International, v. 32, n. 7, p. 785, 2006.
- (8) S.A. Hassanzadeh-Tabrizi, Low temperature synthesis and luminescence properties of YAG:Eu nanopowders prepared by modified sol-gel method, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, v. 21, n. 11, p. 2443, 2011.
- (9) S.A. Hassanzadeh-Tabrizi, Synthesis and luminescence properties of YAG:Ce nanopowder prepared by the Pechini method, Advanced Powder Technology, v. 23, n.3, p. 324, 2012.
- (10) XU, J., DONG, Y., ZHOU, G., ZHAO, G., SU, F., SU, L., LI, H., SI, J., Gamma-irradiation effects on Ce-doped YAG crystals grown by Cz and TGT method, Optical Materials, v. 30, n. 2, p. 234, 2007.
- (11) M. A. Macedo, J. M. Sasaki, Processo de Fabricação de pós Nanoparticulados, INPI 0203876-5.
- (12) MONTES, P.J.R., VALERIO, M.E.G., MACÊDO, M.A., CUNHA, F., SASALI, J.M., Yttria thin films doped with rare earth for applications in radiation detectors and thermoluminescent dosimeters, Microelectronics Journal, v. 34, n. 5-8, p. 557, 2003.
- (13) PRADES, A., DORNIER, M., DIOP, N., PAIN, Jean-Pierre, Coconut water uses, composition and properties: a review, Fruits, v. 67, v. 2, p. 87, 2012.
- (14) XU, S., SUN, L., ZHANG, Y., JU, H., ZHAO, S., DENG, D., WANG, H., WANG, B., Effect of fluxes on structure and luminescence properties of  $Y_3Al_5O_{12}:Ce^{3+}$  phosphors, Journal of Rare Earths, v. 27, n. 2, p. 327, 2009.

TITLE

**STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF CERAMICS NANOPOWDERS OF YAG:  
RE (RE=EU<sup>3+</sup>, CE<sup>3+</sup>) SYNTHESIZED BY PROTEIC SOL-GEL PROCESS**

## ABSTRACT

Ceramics nanopowders of YAG: RE (RE=Eu<sup>3+</sup>, Ce<sup>3+</sup>, 1 and 2 mol%) are studied for applications at luminescent materials. In this paper we report the characterization of nanopowders of YAG: RE (RE=Eu<sup>3+</sup>, Ce<sup>3+</sup>, 1 and 2mol %) synthesized by Proteic Sol-Gel Process. TGA and DTA analysis found after 950°C it is possible obtain the YAG single phase. By X-ray diffraction (XRD) confirmed the formation of single phase at temperatures equal to 950°C by 3 h and 1050°C by 2h. The results of studies by energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDX) confirmed the presence of contaminant ions from coconut water in nanopowders. Scanning electron microscopy (SEM) showed that the particles average diameter size equal to 70nm and rods shape. Qualitative studies of X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) of Eu<sup>3+</sup> and Ce<sup>3+</sup>, demonstrating an presence of ions Eu<sup>3+</sup> (YAG: Eu<sup>3+</sup>) and Ce<sup>4+</sup> (nanopowders doped with Ce<sup>3+</sup>) in all synthesizes nanopowders

Key-words: YAG, Proteic Sol-Gel Process, nanopowders.