物理学报 Acta Physica Sinica



LuTaO₄相变及结构

邢雪 王小飞 张庆礼 孙贵花 刘文鹏 孙敦陆 殷绍唐

Phase transition and structure of LuTaO₄

Xing Xue Wang Xiao-Fei Zhang Qing-Li Sun Gui-Hua Liu Wen-Peng Sun Dun-Lu Yin Shao-Tang

引用信息 Citation: Acta Physica Sinica, 63, 248107 (2014) DOI: 10.7498/aps.63.248107 在线阅读 View online: http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.248107 当期内容 View table of contents: http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2014/V63/I24

您可能感兴趣的其他文章 Articles you may be interested in

 $BaMgF_4$: Er^{3+} , Yb^{3+} 上转换纳米晶的合成及其发光性能研究

Synthesis and upconversion luminescent properties of BaMgF₄: Er³⁺, Yb³⁺ nanocrystals 物理学报.2014, 63(15): 154211 http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.154211

高浓度 Er³⁺ 掺杂 Y₃Sc₂Ga₃O₁₂ 晶体的吸收光谱与晶体场模型研究 Absorption spectra and crystal-field modeling of Er³⁺ doped in Y₃Sc₂Ga₃O₁₂ crystal 物理学报.2014, 63(14): 144205 http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.144205

切向流动作用下的胞晶定向生长机理研究

The mechanism of directional cellular growth with shear flow 物理学报.2011, 60(9): 098106 http://dx.doi.org/10.7498/aps.60.098106

多晶凝固及后续调幅分解过程的晶体相场法模拟

Simulation of multi-grain solidification and subsequent spinodal decomposition by using phase field crystal model

物理学报.2011, 60(8): 088104 http://dx.doi.org/10.7498/aps.60.088104

界面动力学对过冷熔体中球晶生长界面形态的影响

Effect of interface kinetics on the interface morphology of a spherical crystal in the undercooled melt 物理学报.2011, 60(6): 068103 http://dx.doi.org/10.7498/aps.60.068103

LuTaO₄相变及结构^{*}

邢雪¹⁾²⁾ 王小飞¹⁾²⁾ 张庆礼^{1)†} 孙贵花¹⁾ 刘文鹏¹⁾ 孙敦陆¹⁾ 殷绍唐¹⁾

1) (中国科学院安徽光学精密机械研究所, 安徽省光子器件与材料重点实验室, 合肥 230031)

2) (中国科学院大学, 北京 100049)

(2014年7月2日收到;2014年8月20日收到修改稿)

LuTaO₄ 是最高密度的闪烁体基质,研究它的结构及其相变对单晶制备具有指导意义.用固相法制备 了Lu₂O₃和Ta₂O₅摩尔比为1:1时在不同温度下形成的多晶粉末,用X射线衍射及Rietveld全谱拟合研 究了多晶粉末的物相和结构.结果表明,Lu₂O₃:Ta₂O₅摩尔比为1:1的样品在1740°C时合成的物相为 M'-LuTaO₄,在1800°C时为M'-LuTaO₄和M-LuTaO₄的混合物,在1840°C时全部转变为M-LuTaO₄.当 温度升高到2058°C时,样品呈熔融状态,对淬火得到的样品进行结构精修,给出了M-LuTaO₄,Lu₃TaO₇和 Ta₂O₅的晶胞和原子坐标参数,它们的重量比分别占78.1%,18.9%和3.0%.这些结果为制备以LuTaO₄为基 质的高密度闪烁体单晶具有参考价值.

关键词: LuTaO₄,相变,粉末衍射, Rietveld精修 PACS: 81.30.Dz, 81.10.Fq, 42.70.-a

DOI: 10.7498/aps.63.248107

1引言

随着高能物理和核医学成像的发展,具有高 密度和快衰减特性的新型无机闪烁晶体日益受到 重视^[1-5].闪烁体的高密度能够使其具有高的阻 止本领、短的辐照长度和高的X射线吸收系数,这 将能够减小闪烁体探测器的体积,节约成本;快 的衰减则有利于提高时间分辨率^[6,7].由于稀土 钽酸盐中含有稀土原子和重原子 Ta, 原子序数均 很大,是重要的高密度闪烁基质. Yb³⁺掺杂的 $RETaO_4(RE = Gd, Y, Sc)$ 具有很强且宽的吸收 和发射带,这有利于实现超短脉冲和可调谐激光输 出,此材料有望成为新型全固态超短脉冲激光工 作物质^[8,9]. LuTaO₄是密度最高的发光材料基质 之一,达到了9.8 g·cm⁻³,并且其本身具有良好的 发光性能, 钽酸根的衰减寿命也在微秒量级^[10-14], 因此LuTaO4可以作为重闪烁体的基质和重闪烁 体. Nd: LuTaO₄的荧光寿命在263.2 ns左右^[15], 因而Nd:LuTaO4有望成为新型重闪烁体.

稀土钽酸盐的相图已有报道. 20世纪90年代 Yokogawa 等^[16-18] 研究了Y₂O₃-Ta₂O₅, Gd₂O₃- Ta_2O_5 , Sc_2O_3 - Ta_2O_5 三种钽酸盐的高温物相结 构以及相应的相变,但是前一种化合物组分比在 50 mol%—100 mol%, 制备样品温度为1350, 1500, 1700°C,温度和组分区间间隔都很大,不够精细. Siqueira等^[19]研究了由固相反应合成镧系钽酸盐 晶体材料,其最佳条件是温度在1300°C左右,反 应14h左右. LuTaO4具有两种结构,即空间群为 I2/a的M型结构和空间群为P2/a的M'型结构, 均属于单斜晶系,这两种结构的生成取决于使用的 工艺条件^[20]. 一般认为,稀土钽酸盐 RETaO₄^[19] 在低温下制备获得的是M'相,在高温下制备获得 的是M相. 但实验发现, 在高温下很难获得纯的 M-LuTaO₄, 其有更复杂的相变, 此前未见报道. 另 外,由于LuTaO4熔点高,温度测量及其样品获得 较为困难,目前关于Lu₂O₃-Ta₂O₅的高温物相结

* 国家自然科学基金 (批准号: 51172236, 91122021, 51272254, 51102239, 61205173) 资助的课题.

© 2014 中国物理学会 Chinese Physical Society

[†]通讯作者. E-mail: zql@aiofm.ac.cn

构分析目前也未见报道.

本文通过中频感应加热,采用高温淬冷法^[21],制备了1500—2000°C以上的Lu₂O₃:Ta₂O₅摩尔比为1:1所形成的多晶.用X射线衍射法及Rietveld全谱拟合法研究清楚了多晶的物相和结构变 化情况,为以LuTaO₄为基质的单晶制备^[22,23]提 供参考,以探索新型高密度稀土钽酸盐闪烁体.

2 实 验

2.1 多晶粉末制备

以高纯度(99.99%)粉体Lu₂O₃和Ta₂O₅为初 始原料,按照Lu₂O₃: Ta₂O₅摩尔比为1:1组分 配料20g,用精度为0.0001g的高精度电子天平分 别称量,将混合物放置于玛瑙研钵中,经反复研磨 30min使其充分混合后,压成Φ15mm×4mm片 状(6片).然后将原料放置在特制铱坩埚中通过中 频加热炉在氮气气氛下分别加热到不同温度,保持 10h左右,使之充分反应.在恒温状态下,将样品迅 速从炉中的坩埚内取出放入室温下的去离子水中 淬火处理,接着将样品放置烘箱(恒温60°C左右) 中烘干,取样仔细研磨获得测试样品.

2.2 性能表征

采用由Raytek公司生产的3i(TM)便携式红 外测温仪(RAYR3I1MSCU)测试固相反应时的温 度,该测温仪可快速进行非接触、无损的温度测量.

采用荷兰菲利浦公司生产的X'pert PRO X 射线衍射仪, 对实验制备的多晶粉体进行X射 线衍射(XRD)测试. X射线衍射仪为Cu靶的 辐射, 波长 $\lambda(\kappa_{\alpha 1}) = 0.1540598$ nm, $\lambda(\kappa_{\alpha 2}) =$ 0.1544426 nm, 管电压 40 kV, 管电流 40 mA, 扫描 方式为连续扫描, 扫描速度为0.0334923° s⁻¹, 扫描 范围 10°—60°. 以上所有测试均在室温下进行.

3 结果与讨论

3.1 Lu₂O₃: Ta₂O₅为1:1时的相变化

当用提拉法试图生长 M-LuTaO₄ 单晶时, 从熔体提拉得到的透明晶块为 M-LuTaO₄ 和 Lu₃TaO₇. 据此分析, Lu₂O₃: Ta₂O₅ 摩尔比为1:1时的样品的熔体在淬火过程中, 从高温到室温需要一定时间(约为10 s), 在此时间内熔体结晶为 M-LuTaO₄ 和 Lu₃TaO₇的混合相,并含有少量的 Ta₂O₅(见下面精修分析).图 1给出了 M-LuTaO₄, M'-LuTaO₄, Lu₃TaO₇和 Ta₂O₅的 XRD 图谱,这些 XRD 图谱分 别来源于 ICSD (#153366), ICSD (#155662),粉末 衍射卡 No.24-697 以及 ICSD (#95462).根据 XRD 图谱中的衍射角 2 θ 所对应的一些峰位可以用来 区分 M-LuTaO₄, M'-LuTaO₄, Lu₃TaO₇和 Ta₂O₅. 从图 1 中可知, M-LuTaO₄结构的衍射角 2 θ 峰位 主要在 16.4°, 18.8°, 30.0°, 45.7°, M'-LuTaO₄结构 的衍射角 2 θ 峰位主要在 24.1°, 37.3°, 44.0°, 54.0°, 立方相 Lu₃TaO₇ (空间群为 Fm3m)结构的衍射角 2θ 峰位主要在 30.0°, 34.6°, 49.7°, 59.1°, 正交相 Ta₂O₅ (空间群为 Pccm)结构的衍射角 2 θ 峰位主 要在 22.9°, 28.2°, 36.6°, 55.3°.



图 1 M-LuTaO₄ (ICSD#153366), M⁻-LuTaO₄ (ICSD#155662), Lu₃TaO₇ (PDF No.24-697), Ta₂O₅ (ICSD#95462) 的 XRD 图谱

图 2 是 将 图 1 中 M-LuTaO₄ (ICSD#153366) 的衍射角2θ在45°—55°范围内放大的XRD图谱. 将Lu₂O₃: Ta₂O₅的摩尔比为1:1的样品加热到 不同温度后,再经过高温淬冷后进行XRD测试, 与图1中的XRD图谱对比可以得出,在图3中温 度为1740 和1800°C的样品的XRD图谱中的衍 射角20峰位在24.1°, 37.3°, 44.0°, 54.0°左右存在 衍射峰,表明温度为1740和1800°C的样品中含 有 M'-LuTaO4 相,并且温度为1740°C的样品与 图1中M'-LuTaO₄的XRD图谱一致, 无杂相, 即 温度为1740°C样品的物相是M'-LuTaO4相;而温 度为1800°C以上样品 XRD 图谱中的衍射角 2θ峰 位在16.4°, 18.8°, 30.0°, 45.7°存在衍射峰, 表明 温度为1800°C以上的样品都含有M-LuTaO4相, 并且温度为1800°C的样品与图1中M'-LuTaO4 和M-LuTaO₄的XRD图谱一致,无杂相,表明温 度为1800°C样品的物相是M'-LuTaO4相和M-

LuTaO₄相的混合相.如图2所示, M-LuTaO₄结构 的衍射角2θ峰位在稍微大于50°(在50.6°时峰值 最大)存在衍射峰,即温度为1840,1890,1930°C 的样品与图1中M-LuTaO4的XRD 衍射图谱一 致, 无杂相, 表明温度为1840, 1890, 1930°C的样 品物相是M-LuTaO4相. 而温度为2058°C样品 的 XRD 图 谱 中 的 衍 射 角 2θ 峰 位 在 22.9° , 30.0° , 34.6°, 49.7°和59.1°左右出现衍射峰, 且在30°左 右的衍射峰值明显很强,表明此样品除含有M-LuTaO4外还含有一定量的立方相Lu3TaO7和少 量的正交相Ta₂O₅. 经过观察加热样品的融化状 态可知, Lu₂O₃: Ta₂O₅摩尔比在1:1时样品的 熔点在2050°C左右. 通过与图1中的XRD图谱 对比可以得出,当样品达到2058°C时,其XRD 图谱与图1中M-LuTaO₄的XRD图谱比较一致, 并含有立方相Lu₃TaO₇和少量的正交相Ta₂O₅, 其他并无杂相,这就表明Lu₂O₃:Ta₂O₅摩尔比 为1:1 的样品在2058°C的物相是M-LuTaO₄ 和立方相Lu₃TaO₇的混合相,并含有少量的正交 相Ta₂O₅.



图 2 M-LuTaO₄ (ICSD#153366) 的衍射角 2θ 在 45°—55° 范围内的 XRD 图谱



图 3 Lu₂O₃: Ta₂O₅ 摩尔比为1:1在不同温度下烧结 后的室温下的 XRD 图谱

因此,图 3 表明 Lu₂O₃: Ta₂O₅ 摩尔比为1:1 的样品在1740°C 的物相是M'-LuTaO₄相,在 1800°C的物相是M'-LuTaO₄相和M-LuTaO₄相 的混合相,在1840°C到1940°C的物相是M-LuTaO₄相,在2058°C的物相是M-LuTaO₄和立 方相Lu₃TaO₇的混合相,并含有少量的正交相 Ta₂O₅,Lu₂O₃: Ta₂O₅的摩尔比为1:1时的多晶 相变情况如图 4 所示.



3.2 高温Lu₂O₃: Ta₂O₅为1:1时的多晶 结构和组成

为获取 Lu_2O_3 和 Ta_2O_5 的摩尔比为1:1的 样品在2058°C (可观察到处于熔融状态)下淬 火得到的多晶样品的结构,用Rietveld方法对它 的XRD数据进行了全谱拟合. 通过前面的分 析,其结构与空间群为B112/b的M-LuTaO₄、空 间群为Fm3m的立方相Lu3TaO7、空间群为Pccm 的正交相Ta₂O₅三相吻合.因此,在对它的结 构进行精修时,以M-LuTaO₄,Lu₃TaO₇和Ta₂O₅ 的结构数据作为初始参数进行XRD全谱拟合, 其中, M-LuTaO₄和Ta₂O₅的初始值分别来源于 ICSD(#153366)和ICSD(#95462). 由于Lu₃TaO₇ 与Y₃TaO₇的结构相似,所以从Lu₃TaO₇的粉末衍 射卡No.24-697获得它的晶胞初始参数(晶胞参数 a = 0.51810 nm, b = 0.51810 nm, c = 0.51810 nm和体积 $V = 0.13907 \text{ nm}^3$), 对从ICSD(#79396)导 出 Y_3 TaO₇的cif文件数据中的晶胞参数*a*, *b*, *c*和 体积V进行修改,得出Lu₃TaO₇的拟合初始数据. 精修使用的软件是GSAS^[24],峰形函数为Pseudo-Vogit.

拟合中,对它们的晶格参数、背底函数、各原子 坐标位置和各原子的各向同性温度因子进行了精 修,结果如表1和图5所示.

表1 Rietveld 全谱拟合的 M-LuTaO₄, Lu₃TaO₇和 Ta₂O₅ 晶体结构参数, 其空间群分别为 B112/b (No. 15), Fm3m (No. 225), Pccm (No. 49)

离子	Wyckoff	M-LuTaO ₄					$Lu_3 TaO_7$					Ta_2O_5					
	位置	x	y	z	温度因子	占位率	x	y	z	温度因子	占位率	x	y	z	温度因子	·占位率	
Lu^{3+}	4e/32f	0	0.25000	.6283	0.01959	1.0000	0.02500	0.0250	0.0250	0.11813 (0.0937						
Ta_1^{5+}	4e/4a/2a	0	0.25000	.1066	0.02698	1.0000	0	0	0	0.01000	0.2500	0	0	0	0.80000	1.0000	
Ta_2^{5+}	2b											0.5000	0.5000	0	0.33000	1.0000	
\mathbf{O}_1^{2-}	8f/8c/2c	0.1805	50.17520	0.1207	0.00071	1.0000	0.25000	0.2500	0.2500	0.03100 (0.4375	0	0.5000	0	0.43000	1.0000	
O_2^{2-}	8f/48g/4q	0.1921	0.26170	.3968	0.00882	1.0000	0.25000	0.2500	0.3530	0.02100	0.0729	0.3190	-0.0020) ()	0.39000	1.0000	
O_{3}^{2-}	4e											0	0	0.2500	0.48000	1.0000	
O_4^{2-}	2h											0.5000	0.5000	0.2500	0.49000	1.0000	
重量比		0.78098						0.18940					0.02962				
$a, b, c, \alpha,$		0	$0.692220~{\rm nm},~0.50245~{\rm nm},$				0.8	$0.51780~{\rm nm},0.51780~{\rm nm},$					0.61410 nm, 0.37787 nm,				
$eta, \ \gamma, V$			1.08047 nm, 90°, 90°				0.5	0.51780 nm, $90^\circ,90^\circ,90^\circ,$					0.78006 nm, 90°, 90°, 90°, 90°,				
		130.97°, 0.283746 $\rm nm^3$				$0.138829 \ \mathrm{nm^3}$					0.181061 nm^3						
R_{P}	, $R_{\rm wp}$		0.0907, 0.1181														



图 5 (网刊彩色) Lu₂O₃: Ta₂O₅ 摩尔比为1:1制备的 多晶样品 XRD 的 Rietveld 全谱拟合

表1给出了多晶粉体拟合的剩余方差因子、加 权剩余方差因子,最终修正因子达到 $R_p = 9.07\%$, $R_{wp} = 11.80\%$.从图5中也可以看出,全谱拟合图 谱与实验观测图谱的差值很小,表明拟合结果良好. 这充分说明,Lu₂O₃:Ta₂O₅摩尔比为1:1制备的 多晶样品是空间群为B112/b的M-LuTaO₄,空间 群为 $Fm\bar{3}m$ 的立方相Lu₃TaO₇,空间群为Pccm的正交相Ta₂O₅三相的混合物.由精修结果计 算出M-LuTaO₄,Lu₃TaO₇和Ta₂O₅重量比分别占 78.098%,18.940%和2.962%,说明样品的绝大部 分成分是M-LuTaO₄,其次是立方相Lu₃TaO₇,仅 有少量的正交相Ta₂O₅.

拟合给出的M-LuTaO₄晶胞参数为a =

0.69220 nm, b = 0.50245 nm, c = 1.08047 nm,初始值a = 0.6921 nm, b = 0.50235 nm, c =1.0807 nm; 空间群为 $Fm\bar{3}m$ 的Lu₃TaO₇晶胞参数 为a = 0.51780 nm, 初始值a = 0.518 nm; 空间 群为Pccm的Ta₂O₅晶胞参数为a = 0.61410 nm,b = 0.37787 nm, c = 0.78006 nm, 初始值a =0.6217 nm, b = 0.3677 nm, c = 0.7794 nm,可以 看出精修前后的晶胞参数是比较接近的.

精 修 给 出 的 M-LuTaO₄ 的 密 度 为 9.830 g·cm⁻³, Lu₃TaO₇ 的 密 度 为 9.779 g·cm⁻³, 是高密度发光材料基质.

4 结 论

本文用固相法制备了Lu₂O₃和Ta₂O₅摩尔比 为1:1在不同温度下的多晶粉末,并利用XRD 和Rietveld全谱拟合研究了其相应的结构和相变. 实验表明,Lu₂O₃:Ta₂O₅摩尔比为1:1的样品 在1740°C的物相是M'-LuTaO₄相,在1800°C的 物相是M'-LuTaO₄相和M-LuTaO₄相,在1800°C的 物相是M'-LuTaO₄相和M-LuTaO₄相的混合相, 在1840°C时全部转变为M-LuTaO₄,至2058°C 则样品出现熔融,此时的物相是M-LuTaO₄和 立方相Lu₃TaO₇的混合相,并含有少量的正交 相Ta₂O₅. M-LuTaO₄和Lu₃TaO₇的密度分别为 9.830, 9.779 g·cm⁻³,是高密度发光材料基质.研究 对探索以M-LuTaO₄为基质的新型高密度闪烁体的单晶制备具有指导作用.

感谢中国科学院合肥物质科学研究院固体物理研究所 刘玲老师对本工作的指导和支持.

参考文献

- Guerassimova N, Garnier N, Dujardin C, Petrosyan A G, Pedrini C 2001 *Chem. Phys. Lett.* **339** 197
- [2] Belogurov S, Bressi G, Carugno G, Moszynski M, Czarnacki W, Kapusta M, Szawlowski M 2003 Nucl. Insrum. Methods Phys. Res. A 496 385
- [3] Nikl M, Yoshikawa A, Vedda A, Fukuda T 2006 J. Cryst. Growth 292 416
- [4] Xia Y J, Guan Z S, He T 2014 Chin. Phys. B 23 087701
- [5] Chen X B, Li S, Ding X L, Yang X D, Liu Q L, Gao Y, Sun P, Yang G J 2014 *Chin. Phys. B* 23 087809
- [6]~Issler S L, Torardi C C 1995 J. Alloys Compd. **229** 54
- [7] Zhao J T, Wang H, Jin T T, Wang C Y, Hu G Q 2010 *Materials China* 10 40 (in Chinese) [赵景泰, 王红, 金腾 腾, 王晨阳, 胡关钦 2010 中国材料进展 10 40]
- [8] Gao J Y, Zhang Q L, Sun D L, Liu W P, Yang H J, Wang X F, Yin S T 2013 Acta Phys. Sin. 62 013102 (in Chinese) [高进云,张庆礼,孙敦陆,刘文鹏,杨华军,王小 飞,殷绍唐 2013 物理学报 62 013102]
- [9] Zhang Q L, Ning K J, Ding L H, Liu W P, Sun D L, Jiang H H, Yin S T 2013 Chin. Phys. B 22 067105
- [10] Brixner L H 1987 Mater. Chem Phys. 16 253
- [11] Blasse G, Bail A 1970 J. Lumin. 3 109
- [12] Brixner L H 1987 Inorg. Chim. Acta 140 97

- [13] Liu W P, Zhang Q L, Ding L H, Sun D L, Luo J Q, Yin S T 2009 J. Alloys Compd. 474 226
- [14] Chen S W, Liu X L, Gu M, Ni C, Liu B, Huang S M 2013 J. Lumin. 140 1
- [15] Zhao Y P, Zhang Q L, Guo C X, Shi C S, Peng F, Yang H J, Sun D L, Luo J Q, Liu W P 2014 J. Lumin. 155 165
- [16] Yokogawa Y, Yoshimura M 1991 J. Am. Ceram. Soc. 74 2077
- [17] Yokogawa Y, Ishizawa N, Smiya S, Yoshimura M 1991J. Am. Ceram. Soc. 74 2073
- [18] Yokogawa Y, Yoshimura M 1999 J. Am. Ceram. Soc. 82 1585
- [19] Siqueira K P F, Carvalho G B, Dias A 2011 Dalton Trans. 40 9454
- [20] Titov Y A, Sych A M, Sokolov A N, Kapshuk A A, Markiv V Y, Belyavina N M 2000 J. Alloys Compd. 311 252
- [21] Yokogawa Y, Yoshimura M, Smiya S 1988 Solid State Ionics 28–30 1250
- [22] Xiao J, Zhang Q L, Zhou W L, Tan X L, Liu W P, Yin S T, Jiang H H, Xia S D, Guo C X 2010 Acta Phys. Sin. 59 7306 (in Chinese) [肖进, 张庆礼, 周文龙, 谭晓靓, 刘文鹏, 殷绍唐, 江海河, 夏上达, 郭常新 2010 物理学报 59 7306]
- [23] Ning K J, Zhang Q L, Zhou P Y, Yang H J, Xu L, Sun D L, Yin S T 2012 Acta Phys. Sin. 61 128102 (in Chinese)
 [宁凯杰,张庆礼,周鹏宇,杨华军,许兰,孙敦陆,殷绍唐 2012 物理学报 61 128102]
- [24] Larson A C, Von D R B 1994 General Structure Analysis System (Los Alamos: Los Alamos National Laboratory) LAUR 86

Phase transition and structure of $LuTaO_4^*$

Xing Xue¹⁾²⁾ Wang Xiao-Fei¹⁾²⁾ Zhang Qing-Li^{1)†} Sun Gui-Hua¹⁾ Liu Wen-Peng¹⁾ Sun Dun-Lu¹⁾ Yin Shao-Tang¹⁾

 (Key Laboratory of Photonic Devices and Materials of Anhui Province, Anhui Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China)

2) (University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

(Received 2 July 2014; revised manuscript received 20 August 2014)

Abstract

Since LuTaO₄ is a scintillator host with the highest density, it is important to investigate the structure and phase transition for its single crystal preparation. The polycrystalline formed by the mixture of Lu₂O₃ : Ta₂O₅ with the molar ratio 1 : 1 is prepared by solid state reaction method at different temperatures. The phase transitions and structures of the polycrystalline powders are investigated by X-ray diffraction and Rietveld refinement. The results show that the polycrystalline has a single phase M'-LuTaO₄ when sample is prepared at 1740 °C, it presents a mixture phase of M'-LuTaO₄ and M-LuTaO₄ at 1800 °C, and it displays a single phase M-LuTaO₄ at 1840 °C. The sample is melted when the calcined temperature is 2058 °C, the melt is quenched and the polycrystalline is the mixture of M-LuTaO₄, Lu₃TaO₇ and Ta₂O₅ , whose structural parameters, including the lattice parameters, atomic fraction coordinates, etc. are obtained by Rietveld refinement to their X-ray diffraction pattern, and the results show their weight ratios are 78.1%, 18.9% and 3.0%, respectively. These results are valuable for the single crystal growth of the heavy scintillators with the host LuTaO₄.

Keywords: LuTaO₄, phase transition, powder X-ray diffraction, Rietveld refinement PACS: 81.30.Dz, 81.10.Fq, 42.70.-a DOI: 10.7498/aps.63.248107

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 51172236, 91122021, 51272254, 51102239, 61205173).

[†] Corresponding author. E-mail: zql@aiofm.ac.cn