

# استخدام مركب DTPA في تحضير الطور النقي Nd<sup>3+</sup> المشاب في الايتيريوم-المنيوم بتقنية spark plasma sintering SPS

الدكتور: محمد درباس

قسم العلوم الأساسية - كلية الهندسة المدنية - جامعة دمشق

## الخلاصة

لقد تم في هذا البحث تحضير عقيق الايتيريوم-المنيوم (الوسط الفعال في ليزرات الحالة الصلبة Nd:YAG شائعة الاستخدام هو بلورات أحادية التبلور monocrystl) بتقنية جديدة باستخدام مركب DTPA بطريقة SOL GEL انطلاقا من المحاليل بطريقة الترسيب بالارتطام العكسي يتم الحصول على المسحوق الثانوي بإضافة المزيج -Y2O3 Al2O3 الى محلول بيكربونات الامونيوم يتم عملية التجمع agglomeration بين الجزيئات بعد غسل المنتج وتجميده عند درجة حرارة منخفضة 10°C تتم بعدها عملية التكليل عند درجة الحرارة 900°C وأخيرا عملية التلييد باستخدام تقنية SPS ثم تبدأ عملية التوصيف باستخدام XRD حيث تظهر عملية تطوير تقنية solgel للحصول على Nd:YAG واشابة ذات تركيز 4.8% بنجانس عالي عند درجة حرارة منخفضة في عملية التلييد.

الكلمات المفتاحية: Nd:YAG sol gel

# **Using complex DTPA to prepare the pure phase of Nd mixing with Yttrium Aluminum by spark plasma sintering SPS**

**PHD: Mohammad Hasan derbas**

## **Abstract**

In this study Nd:YAG (active medium in solid state laser) was made using monocrystal using solgel method of reverse reaction deposition method by adding the mixture  $Y_2O_3-Al_2O_3$  to ammonium bicarbonate solution. the process of agglomeration between the particles after washing and freezing the product at a low temperature of  $10^\circ C$ . after which the calcinations process is done at  $900^\circ C$  and finally the sintering process using SPS technology. the process of characterization begins with XRD. the development of solgel technology for Nd:YAG at a low temperature in the process of sintering.

## المقدمة:

يستخدم Nd:YAG (عقيق الالمنيوم والايثيريوم المشاب بالنيوديميوم) كأوساط ليزيرية فعالة (في ليزرات حاله الصلبه) نظراً لتمييزها بمواصفات هامة مثل الناقلية الحرارية العالية والاستقرار الكيميائي والجودة الضوئية العالية والربح العالي نسبياً (ارتفاع نسبة الاسكان المعكوس في السوية الليزرية العليا) وانخفاض عتبة التشغيل [2.1]. يتم تصنيع البلورة الأحادية Nd:YAG بطريقة تنمية سيزوكرالسكي Czochralski. وتتعلق مواصفات حزمة خرج الليزر بشكل كبير بالعيوب البلورية كتركيز  $Nd^{+3}$  في بنية YAG المضيف. ويحد من تصنيع البلورة أحادية التبلور Nd:YAG بضعة عوامل منها التكاليف العالية وصعوبة التنمية باحجام كبيرة والحد الأعلى لتركيز  $Nd^{+3}$  والذي هو أقل من 1.5% في بلورة YAG مما يحد من زيادة الاستطاعة لهذا النوع من الليزرات. ظهرت مؤخراً أوساط ليزيرية بديلة أكثر فعالية تم تصنيعها عالمياً كبديل عن البلورة الاحادية. تقود إحدى طرائق التصنيع هذه إلى سيراميك Nd:YAG متعدد التبلور كوسط ليزري فعال، والذي يتضمن مجالاً أوسع للإشابة يتراوح من 1.1% حتى 4.8% من Nd أو أكثر [5,3]. وقد أظهرت تقريبا نفس الخصائص الضوئية والميكانيكية الموجودة في البلورة الأحادية [1]. بالإضافة إلى أن هذه البلورات المتعددة Nd:YAG تمتلك بضعة خصائص أكثر فائدة مقارنة البلورات الأحادية مثل درجات حرارة تصنيع أخفض وزمن تصنيع اقل وإمكانية الإشابه بتراكيز أعلى (حيث الدخول لتقنية microchip) وحجوم أكبر للعناصر الضوئية (أوساط ليزيرية وبلورات ضوئية [4,5,7] تشير الدراسات إلى أنه يمكن تطوير بنية سيراميك Nd:YAG للوصول إلى أفضل تجانس ممكن في مزيجها ومن ثم الوصول إلى الكثافة العظمى. وهذا ما يجعل لعناصر ليزر السيراميك المتعدد التبلور أهمية خاصة لتطبيقات الليزرات ذات الاستطاعة العالية. ويعتمد هذا فقط على لزوجة الجل من أجل تجانس مكونات المسحوق [6,7]

يهدف هذه العمل إلى إيجاد طريقة جديدة لتحضير بلورات سيراميكية متعددة التبلور polycrystalline انتاج مسحوق سيراميكي بتقنيه sol gel من محاليل املاح النترات لايونات العناصر الثلاث واستخدام diethylentriaminepenta DTPA acetic لاول مرة في هذا المجال ذلك لضمان تجانس عالي بحيث نضمن توزيع الايونات المشابه Nd على كامل المسحوق (حيث ابتكر العديد من الباحثين طرق لانتاج مثل هذا المسحوق كاستخدام رباعي ايتيل اورتو سيلكات وغيره ) الا انه بهذه الطريقة يمكن التخلص من بقايا ايونات السيليسيوم اثناء التكليل رغم عدم تأثيره على الوسط الليزري ودراسة تأثير تجانس وتوزيع الأيونات ودرجة الحرارة على البنية الدقيقة للمسحوق الناتج والذي يتم تليده ليكون وسط بلوري متعدد التبلور. وذلك بعد تحضير البوليمر و تمخلبه مع أيونات العناصر الثلاث Al, Y, Nd ودراسة تأثير pH المحلول حيث تكمن أهمية التجانس للطليعة الناتجة والمنتج السيراميكي متعدد التبلور. جرى هذا البحث في كلية العلوم جامعة دمشق.

#### التقنيات والأجهزة المستخدمة في تصنيع وتوصيف المواد

التحليل الطوري بمطيافية XRD (Bruker D8 advance) بإشعاع Cuka عند  $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$  عند 40KV جهاز التحليل التفاضلي الحراري (DTA Diffraction tail thermal analysis), المجهر الالكتروني الماسح (SEM type S-4800,japan) نمط (S-48-), جهاز مطيافية سبكتروفوتومتر (Bruker MSI-400 System) في النظام المرئي وتحت الأحمر مطحنة الكرات الكواكبية (Retsch pm100). فرن تليد يعمل تحت الخلاء Raising Hearth Furnace. جهاز تكثيف مع وصلات خاصة لتصنيع البوليمر, ميزان حساس بدقة  $\pm 0.002$  مقياس Philip Harris pH بدقة  $\pm 0.01$  جهاز sps التليد بتقنية البلازما مصنوع محليا

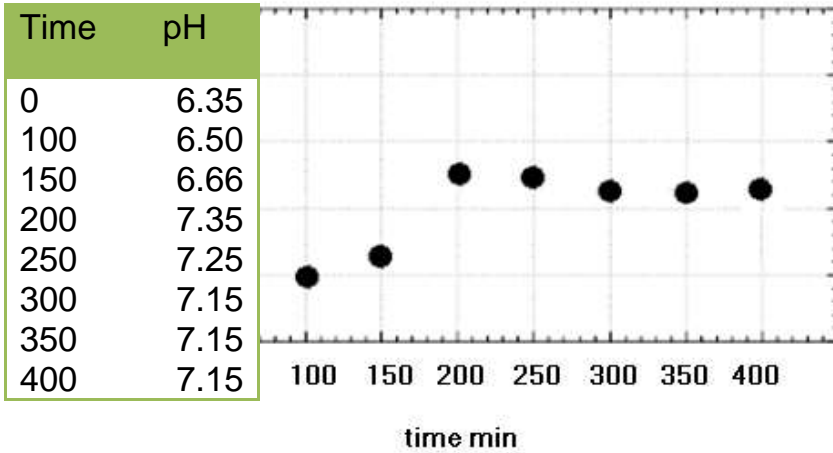
جرى الحصول على مسحوق Nd:YAG بأحجام نانوية وسطية من مرتبة 100nm, بطريقة الترسيب بالإرتظام العكسي بإستخدام مزيج من نترات

الالمنيوم  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  % انتاج شركة Merck ونترات الايتيريوم 99,99 Aldrich  $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  بنسب مولية 3:5 ونترات النيوديميوم من شركة Aldrich  $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  واتيلين غليكول كمواد متفاعلة أولية توضع في دورق ثلاثي العنق مجهز بمكثف حلزوني 0.15mol من نترات الالمنيوم مع 0.25mol من نترات الايتيريوم المنحلين في 0.0094mol DMSO من نترات النيوديميوم الى 0.4mol من بلا ماء DTPA (diethyltriaminepenta acetic) يتبلر بلا ماء DTPA مع Al, Y Nd في حوجلة مجهزة بمكثف توضع على سخان ذي محرك مغناطيسي, يحرك المزيج التفاعلي بقوة عند درجة الحرارة ضمن المجال 60-70 درجة مئوية لمدة 12 ساعة وذلك للحصول على بوليمر خطي ومنع حصول عملية التشابك في البوليمر. يرشح المنتج ويغسل ببلا ماء حمض الخل وبعد التجفيف تحت ضغط مخفف عند درجة حرارة ضمن المجال 40-50 درجة مئوية نحصل على مسحوق بلون أبيض-كريم

إن البوليمر المراد الحصول عليه هو من النوع الخطي ويلزم أن يحتوي على زمرة وظيفية في وسط السلسلة تكون قادرة على منع حدوث التشابك وقادرة على التخلب مع أحد الأيونات الثلاث. حيث تتوزع ايونات العناصر الثلاثة  $\text{Al}^{3+}, \text{Y}^{3+}, \text{Nd}^{3+}$  على طول البوليمر.

إن إزدياد عدد وظائف الكربوكسيل والعناصر الحاوية على أزواج إلكترونية حرة سيزيد من قدرة البوليمر على تشكيل روابط إضافية تقود إلى درجة عالية من التجانس لأيونات العناصر الثلاث. ويتشكل المعقد بوليمر/معدن باضافة أيونات العناصر الثلاثة إلى بوليمر بلا ماء DTPA. حيث النسب الإستكيومترية  $\text{Al}:(\text{M}:\text{Y},\text{Nd})$  هي  $\text{Al}/\text{Y}$  (5:3) والنسبة المئوية للنيوديميوم كانت 4.8%Nd.

يتم ترسيب كمية كبيرة من المنتج عند  $\text{pH} = 7$ . و يضاف الموقى ( $\text{pH} = 7.5$ ) إلى المحلول وكما يشير المخطط



الشكل (1,1) تغيرات pH مع الزمن.

( تتم زيادة قيمة pH في المرحلة الأولى من التفاعل وبعدئذ تستقر خلال الترسيب. يبدأ الترسيب عندما يصبح  $pH = 7.35$  وينتهي الترسيب بعد 300 min عندما تصل قيمة pH إلى 7.15.

إن التوضع الدقيق لأيونات Nd المشابهة غير معروف تماماً. وتشير الدراسات الحديثة إلى تشكل تكتلات باتجاه السطوح البينية، ومن المرجح ان يكون تشكلها نتيجة لإختلاف أبعاد الأيونات ما بين  $Nd (0.995A^{\circ})$  و  $Y(0.900A^{\circ})$  حيث يجري استبدال مواقع Y ب Nd في بنية YAG. تظهر البنية لمسحوق Nd:YAG كما سيتم مناقشة ذلك، حيث يحصل تبعثر جيد بدون تكتلات.

استخدمت تقنية الطحن كما أشرنا سابقاً لانقاص أبعاد الجسيمات المتشكلة إلى حوالي 100 nm. تميل الجزيئات إلى التكتل تحت تأثير قوى فاندرفالس، مما يجعل المعلق الغروي الناتج غير مستقر. والنتيجة المستخلصة لهذه الدراسة أن جزيئات الألومينا والإيتريا تجذب بعضها بعضاً علماً بأن جزيئات الأكسيد نفسه تتنافر مع بعضها. وهو ما

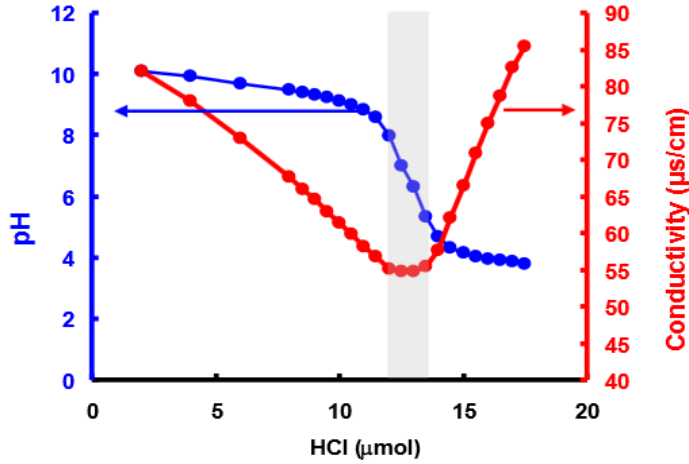
يسمى مفعول التلييد المغاير، والذي يؤخذ بعين الاعتبار لتحسين تجانس المسحوق المتشكل من مكونين.

### Titration of Acid Groups

### معايرة الزمر الحمضية

لمعايرة الزمر الحمضية السطحية يتم بدايةً غسل الجزيئات بثلاث دورات بالطرد

المركزي. يظهر (الشكل 2.1)



الشكل 2.1 معايرة تغيرات الناقلية مقدره بالمكرو سيمنس ومعايرة درجة الحموضة للبوليمر بـ HCl.

استخدام مركب DTPA في تحضير الطور النقي  
لـ Nd المشاب في الايتريوم-المنيوم بتقنية spark plasma sintering SPS

معايرة تغيرات الناقلية ودرجة الحموضة للبوليمر حيث يتم رصد المعايرة من خلال جهاز الناقلية Conductivity I Temp C65 EcoMet ومقياس درجة الحموضة مقياس pH Philip Harris, للحصول على البيانات بمعايرة حمض بأساس حيث يضاف 0.1ml من هيدروكسيد الصوديوم إلى 0.5 غرام من المادة الصلبة والمعايرة بحمض كلور الماء تهدف هذه المعايرة إلى إظهار وجود الزمر الحمضية في مادة البوليمر أي عدم حصول التشابك مع الزمر الوسطى. أي أن تركيز حمض كلور الماء في كل 1 ميكرومول يعادل تركيز الزمرة COOH الواقعة على السطح.

إن البوليمر الذي نسعى للحصول عليه في هذا البحث من المركب DTPA هو من النوع الخطي ولا يفضل حصول التشابك مع الزمرة الوظيفية الوسطى. لأن الغاية من عملية البلمرة تعقيد هذا البوليمر الخطي مع أيونات المعادن الترابية بشكل مخلي وقد تم اختيار هذا المركب DTPA لأنه قابل للبلمرة بشكل خطي ويمكنه التخلب مع أيونات العناصر الترابية

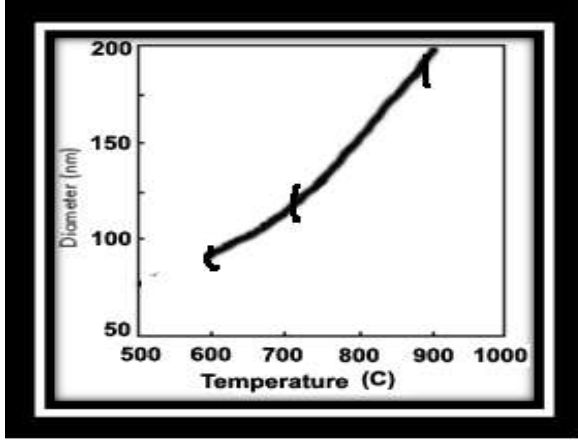
## Calcinations

## التكليس

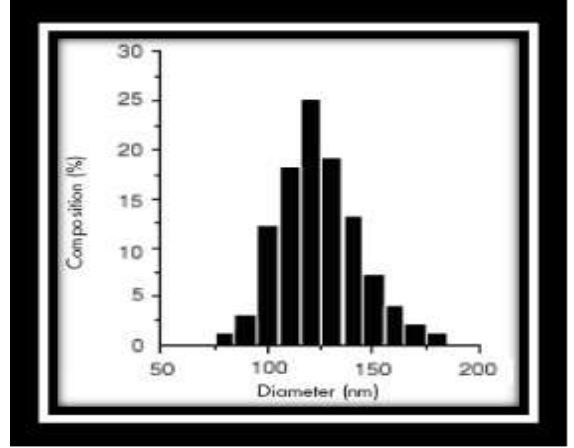
نختار في هذه المرحلة درجة حرارة التكليس  $850^{\circ}\text{C}$  وقد تم اختيار هذه الدرجة لضمان عدم وجود اثار المركبات العضوية والأزوت وهي عامل مهم في تحديد خصائص المسحوق فإذا كانت درجة الحرارة منخفضة جداً، فلا يتم الحصول على الطور البلوري YAG. أما عندما تكون درجة الحرارة مرتفعة، فإن أبعاد الحبيبات ستنمو بسرعة، وقد تم تقسيم العينة الى ثلاثة اقسام متساوية لمعرفة اثر التسخين على ابعاد الحبيبات المنماة اثناء عملية التلييد وقد تم تحديد متوسط أبعاد الحبيبات مقابل درجة حرارة تكليس الطليعة (الشكل 3.1b). كما تم تحليل توزيع الطليعة المكلسة عند الدرجة  $950^{\circ}\text{C}$  لمدة 3 ساعات



(الشكل 3,1a) الذي يظهر أبعاد الحبيبات في الطليعة المكلسة حتى  $850^{\circ}\text{C}$  ودرجة التجانس فيها تقريباً ( $> 90\%$ ) في (150-100 نانومتر) أي بقيمة وسطية  $125\text{nm}$  تقريباً.



a



b

الشكل (3,1) يظهر تابعة أبعاد الحبيبات لدرجة الحرارة (a) وتوزع الحبيبات للطليعة المكلسة (b).

بمعالجة الصورة المجهرية المبينة في الشكل (3,1) بإستخدام برنامج معالجة الصور فقد جرى تحديد توزع أبعاد الحبيبات في الطليعة المكلسة عند الدرجة  $850^{\circ}\text{C}$ .

### Sintering

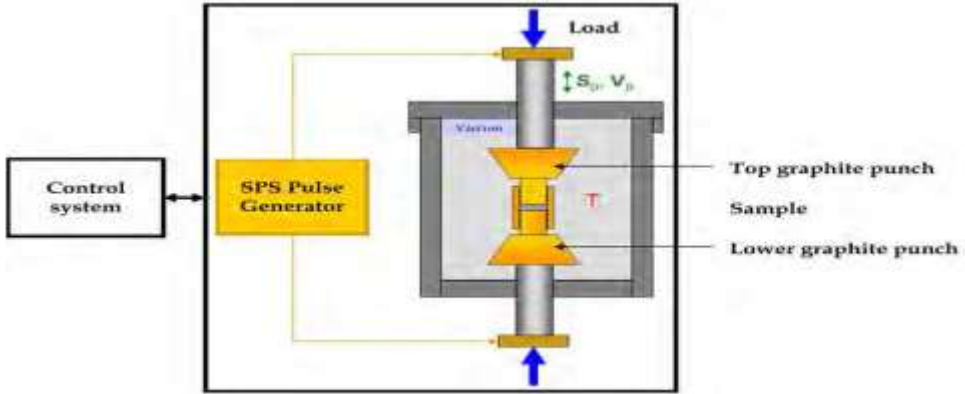
### التلبيد

التلبيد هو عملية يتم بموجبها إزالة المسامية من السيراميك عندما يكون الجسم

أخضر واعطاء قطعة السيراميك زيادة في الكثافة. إن القوة الدافعة للتلبيد هي الحد من مساحة السطح عن طريق زيادة درجة الحرارة والضغط كما هو مبين في الشكل (4,1).

مخطط صندوقي لجهاز SPS spark plasma sintering

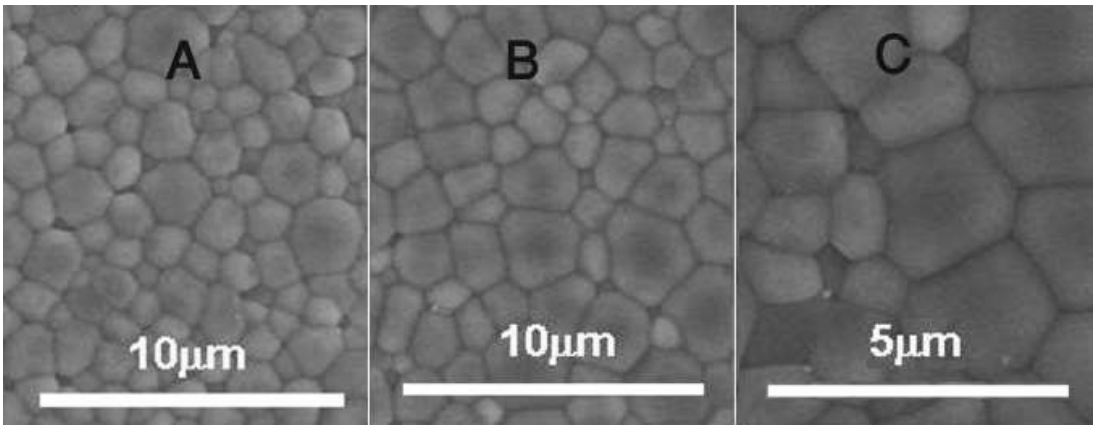
استخدام مركب DTPA في تحضير الطور النقي  
 لـ Nd المشاب في الايتيريوم-المنيوم بتقنية spark plasma sintering SPS



الشكل (4.1)

تظهر الصور الميكروية للسطوح المنكشحة غير المصقولة etched للعينات المضغوطة الشكل (5,1) فعل تسخين العينات A,B,C. حيث يزداد متوسط حجوم الحبيبات والمسامات والأطوار الثانوية بازدياد معدل التسخين, وذلك بسبب ارتفاع درجة حرارة التسخين لسيراميك Nd:YAG حيث تعيق المسامات انتشار العنصر (الأكسيد)

يمكن أن يقود التفاعل  $5/2 Al_2O_3(\alpha) + 3YAP \rightarrow Y_3Al_5O_{12}(YAG)$  إلى مساهمة في تغيرات أبعاد المسحوق المضغوط. ولتوضيح تأثير التفاعلات بالحالة الصلبة على التكاليف, فإنه يمكن توضيح عملية التليد للعينة المضغوطة.



الشكل (5,1) الصور البنوية الدقيقة للعينات A,B,C للعينات الثلاث عند  $1650^{\circ}\text{C}$

استخدام مركب DTPA في تحضير الطور النقي  
لـ Nd المشاب في الايتيريوم-المنيوم بتقنية spark plasma sintering SPS

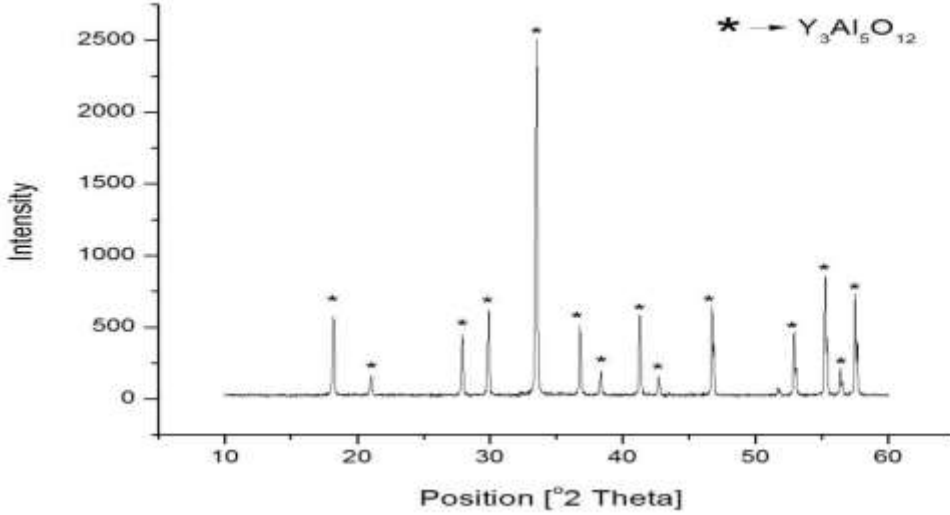
كما في الشكل (5,1) حيث يبدأ الإنكماش السريع عند الدرجة  $1050^{\circ}\text{C}$  وتظهر الأجسام المضغوطة انكماشاً كلياً حيث تمتلك العينة A بنية ميكروية ناعمة كما تظهر في الشكل (5,1A) أن متوسط بعد الحبيبات هو تقريباً  $1.3\mu\text{m}$ . ويظهر الشكل (5,10B) متوسط بعد الحبيبات في العينة (5,10B) وهو أكبر قليلاً مما هو في العينة (5,10A). يلاحظ القليل من المسامات عند حدود الحبيبات وداخل الحبيبات ولا توجد أطوار ثانوية كما هو الحال في الشكل (5,1 C) حيث الأطوار الثانوية والمسامات تتناقص في حدود الحبيبات وداخلها. تشير نتائج العمل الحالي إلى أن المسام والأطوار الثانوية والخصائص الضوئية Nd:YAG تتحسن بإختيار معدل تسخين مناسب, حيث ترتبط جودة السيراميك ارتباطاً وثيقاً بالمسامات والأطوار الثانوية.

**طيف تحليل YAG** يبين الشكل (6,1) طيف انعراج XRD لمسحوق الطور YAG بدون اشابه الملبد عند درجة الحرارة  $1650^{\circ}\text{C}$ . يظهر الجدول (3,1) التحليل الطوري لطيف XRD نموذج كقائمة تحدد مكونات العينة بعد التليد عند  $1650^{\circ}\text{C}$  يظهر الشكل الطور النقي دون تشكل الاطوار (YAM و YAP) وهذا ما يؤكد نقاوة الطور YAG.

الجدول [3.1] التحليل الطوري لطيف انعراج XRD لمسحوق YAG.

المسافات بين المستويات البلورية $d_{hkl}$ (°A)					
القيم التجريبية				القيم العيارية للطور $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG) البطاقة ICDD-73-1370	
2θ	زاوية الانعراج θ	sin θ	$d_{hkl}$ (°A)	$d_{hkl}$ (°A)	hkl
18.2	9.10	0.16	4.88	4.89898	211
21	10.50	0.18	4.23	4.24264	220
28	14.00	0.24	3.19	3.20713	321
29.7	14.85	0.26	3.01	3.00000	400
33.5	16.75	0.29	2.68	2.68328	420
37	18.5	0.32	2.43	2.44949	422
38.5	19.25	0.33	2.34	2.35339	431
41.3	20.65	0.35	2.19	2.19089	332
42.7	21.35	0.36	2.12	2.12132	440
46.5	23.25	0.39	1.95	1.94666	532
51.7	25.85	0.44	1.77	1.7693	631
53	26.50	0.45	1.73	1.73205	444
55	27.50	0.46	1.67	1.6641	640
56	28.00	0.47	1.64	1.63299	552
57.5	28.75	0.48	1.60	1.60357	642

استخدام مركب DTPA في تحضير الطور النقي  
Nd المشاب في الايتريوم-المنيوم بتقنية spark plasma sintering SPS



الشكل (6,1) مخطط XRD لعينة YAG المحضرة بطريقة الـ sol gel نقية وخالية من الشوائب تم تليبيدها عند  $1650^{\circ}\text{C}$  لمدة 3 ساعات.

تم تطوير طريقة الـ sol gel للحصول على Nd:YAG عند درجة حرارة منخفضة  $950^{\circ}\text{C}$  لا يوجد آثار لقمم تبعثر للأكسيد  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  في مخطط XRD. إن تشكل الطور YAG بتوزع متجانس للإشابة عند  $950^{\circ}\text{C}$  والذي يتم عند درجة حرارة التصنيع أكثر انخفاضاً لمثل هذا النوع من السيراميك. وتم تحديد البعد الوسطي للبلورات النانوية من عرض خط التبعثر في مخطط XRD وفقاً لمعادلة Scherrer.s. إن بعد حبيبات YAG الملبدة عند  $950^{\circ}\text{C}$  هو تقريباً  $150\text{ nm}$  ويزداد البعد الوسطي بإزدياد درجة حرارة التليبيد والتليبيد عند  $1050^{\circ}\text{C}$  فإن أبعاد الحبيبات تصبح موحدة بانتظام, ببعد وسطي يساوي  $200\text{ nm}$  تقريباً.

استخدام مركب DTPA في تحضير الطور النقي  
 لـ Nd المشاب في الايتيريوم-المنيوم بتقنية spark plasma sintering SPS

المسافات بين المستويات البلورية ( $d_{hkl}$ (°A))					
القيم التجريبية					
القيم الحارارية للطور $Y_2Al_2O_7$ (YAG)					
-ICDD 73-1370 بطاقة					
$2\theta$	$\theta$ زاوية الانعراج	$\sin \theta$	$d_{hkl}$ (°A)	$d_{hkl}$ (°A)	hkl
18.2	9.10	0.16	4.88	4.89898	211
21	10.50	0.18	4.23	4.24264	220
28	14.00	0.24	3.19	3.20713	321
29.7	14.85	0.26	3.01	3.00000	400
33.5	16.75	0.29	2.68	2.68328	420
37	18.5	0.32	2.43	2.44949	422
38.5	19.25	0.33	2.34	2.35339	431
41.3	20.65	0.35	2.19	2.19089	332
42.7	21.35	0.36	2.12	2.12132	440
46.5	23.25	0.39	1.95	1.94666	532
51.7	25.85	0.44	1.77	1.7693	631
53	26.50	0.45	1.73	1.73205	444
55	27.50	0.46	1.67	1.6641	640
56	28.00	0.47	1.64	1.63299	552
57.5	28.75	0.48	1.60	1.60357	642

يتضح من الجدول [3.1] تطابق القيم التجريبية dhkl من مخطط XRD لمسحوق YAG مع البطاقة العيارية ذات الرقم (ICDD-73-1370) والعائدة للطور YAG ذات البنية المكعبية وثابت الخلية الأولية ( $a=12.000(\text{Å})$ )

## Conclusions

## الإستنتاجات:

تم ترسيب أكاسيد العناصر (الالمنيوم والإيتريوم والنيوديميوم) بشكل متجانس بواسطة DTPA بطرائق بسيطة (الترسيب المشترك، والترسيب بالإرتطام العكسي) وهي تقنية واعدة. حيث أنها بسيطة نسبياً ومجدية اقتصادياً. وقد تم تنفيذ طريقة جديدة لتحضير مسحوق Nd:YAG بأبعاد النانو لأيونات العناصر الثلاث، التي تشكل معقدات مخلبية مع DTPA أي DTPA\Metal معطية سيراميك Nd:YAG. إن DTPA قادر على تشكيل معقدات منحلة مع جميع مكونات NdYAG ان تحضير هذه المعقدات ومزج محاليلها يقود إلى محلول متجانس لكل هذه المعقدات وعند التسخين بهدف التجفيف ثم التكليل للحصول على المسحوق فإن كل معقد لن ينفصل على حده بحسب انحلاليته بسبب التخلب ما بين الأيونات والمعقد وهذا ما يقود إلى تجانس أفضل. ثم الوصول إلى آلية التكاثر الفعالة للكثافة الأكبر بزيادة درجة حرارة HIP (Hot isosttic pressing)



## المراجع: References

- 1- Ikesue, A., Lin, Y., Takunor, A., Tairia, 1Tomosumi Kamimura, Kunio Yoshida, and Gary Messing, L, 2006 "*Progress in Ceramic Laser*" Annu. Rev Master Res 36.397-429
- 2- Pokherl, M., Ray, N ., Kumar G,A., and Sanrdr., D,K 2012 "*Comparative studies of spectroscopic properties of Nd:YAG nano-crystals transparent ceramic and single crystal*" DEPARTMANT of physics and astronomy the University of Texas at san Antonio. San Antonio. Texas 78249 . USA
- 3- Yamamoto R., Bhachubs M., Cutterk P., Fochs S.N., letts S.A., parks C.W., Rotter M.D., Souls T.F., 2008. ., *Lawrence Livermore national lab Livermore*, lawrence livermore national lap rept no .352959 CA,USA,
- 4- Suarez, M., Ferngndez, A., Torrecillas, R., and José, L,. 2012 "*Sintering to Transparency of Polycrystalline Ceramic Materials*" ISBN 978-51-0017-1
- 5- Lv, Y., Zhang, W., Liu, H., Sang, Y., QIN, H., Jio, T., Tong, L., 2012 "*Synthesis of nano-sized and highly sinterable Nd:YAG powders by the urea homogeneous precipitation method*" powder technology 217(140-147).
- 6- Kang-hyuk Choi, Young-Don Hong, Sun Pyun, And Sun-Ju Choi 2006 "*preparation of an Amino Acid Based DTPA As a BFCA for Radioimmunoyherapy*" Bull Korean Chem Soc, , Vol, 27, No 8
- 7- Sang.Y., Yu,D., Avdeev, M.,Qin.H., Wang, J., Liu, H., Lv,Y., 2012 "*Yttrium Aluminum garnet Nanoparticales with low antisite Defects studied with neutron and X-ray diffraction*" Journal of solid state chemistry NSW 2234 Australia.

