

**ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ФТОРИДА ЛИТИЯ НА КЕРАМИКУ  
ИЗ АЛЮМОМАГНИЕВОЙ ШПИНЕЛИ**

ХУАН ФУЛИ, Д.Е. ДЕУЛИНА, И. Н. ШЕВЧЕНКО, В.Д. ПАЙГИН

Томский политехнический университет

E-mail: [fuli1@tpu.ru](mailto:fuli1@tpu.ru)

Прозрачная керамика из алюмомагниевои шпинели (АМШ) - перспективный материал для применения в аэрокосмической и оборонной промышленности, источниках света и оптическом приборостроении. Она обладает уникальным комплексом свойств: высокими механическими и оптическими характеристиками, низким удельным весом, высокой термической и химической стойкостью [1].

Разработка оптически прозрачной керамики на основе алюмомагниевои шпинели началась в 1974 году с доклада американского ученого Рэймонда Браттона [2], в котором была продемонстрирована возможность получения полупрозрачной АМШ-керамики методом вакуумного спекания с применением спекающей добавки СаО в количестве 0,25 мас. %.

Однако, изготовление прозрачной АМШ-керамики методами прессования с последующим свободным спеканием является сложной технологической задачей [3]. Поэтому, для изготовления такой керамики наиболее распространены методы горячего и горячего изостатического прессования [4–8], электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) [9– 11].

Метод ЭИПС является весьма перспективным, поскольку он обеспечивает сохранение исходного фазового состава, структуры и чистоты материала в процессе технологических операций, а сам процесс высокотемпературного спекания занимает несколько часов [10–12].

Однако изготовление прозрачной алюмомагниевои шпинели с высоким значением светопропускания затруднительно и сопряжено с проблемой потемнения керамики в процессе ЭИПС.

Для повышения светопропускания прозрачной керамики, полученной методом ЭИПС, используют различные спекающие добавки, например: фторид лития (LiF), оксид бора ( $B_2O_3$ ) и фторид магния [12].

В настоящей работе исследовано влияние фторида лития на процесс электроимпульсного плазменного спекания прозрачной керамики из алюмомагниевои шпинели.

В качестве исходных порошков использовали порошки  $MgAl_2O_4$  S30CR (Baikowski Malakoff Inc. США) и LiF (СХК, Россия). Для изготовления керамики готовили порошковые смеси состава  $MgAl_2O_4 - LiF$ . Содержание LiF варьировалось от 0,1 до 1 мас. %. Электроимпульсное плазменное спекание проводили на установке SPS-515S (Syntex Inc., Япония) в вакууме при температуре 1300 °С в течение 15 минут под давлением 100 МПа. В результате спекания были получены образцы цилиндрической формы диаметром 14 мм и толщиной ~ 1,5 мм. Плотность образцов определяли геометрическим методом.

На рисунке 1 представлены типичные зависимости относительной плотности от температуры спекания образцов АМШ-керамики с различным содержанием LiF. Анализ полученных закономерностей позволил установить следующие особенности в протекании процессов уплотнения при ЭИПС до температуры 1300 °С. Кривые уплотнения образцов носят одностадийный характер. Основная доля уплотнения образцов приходится на неизотермическую стадию нагрева. Снижение интенсивности уплотнения части исследуемых образцов обусловлено режимом их спекания.

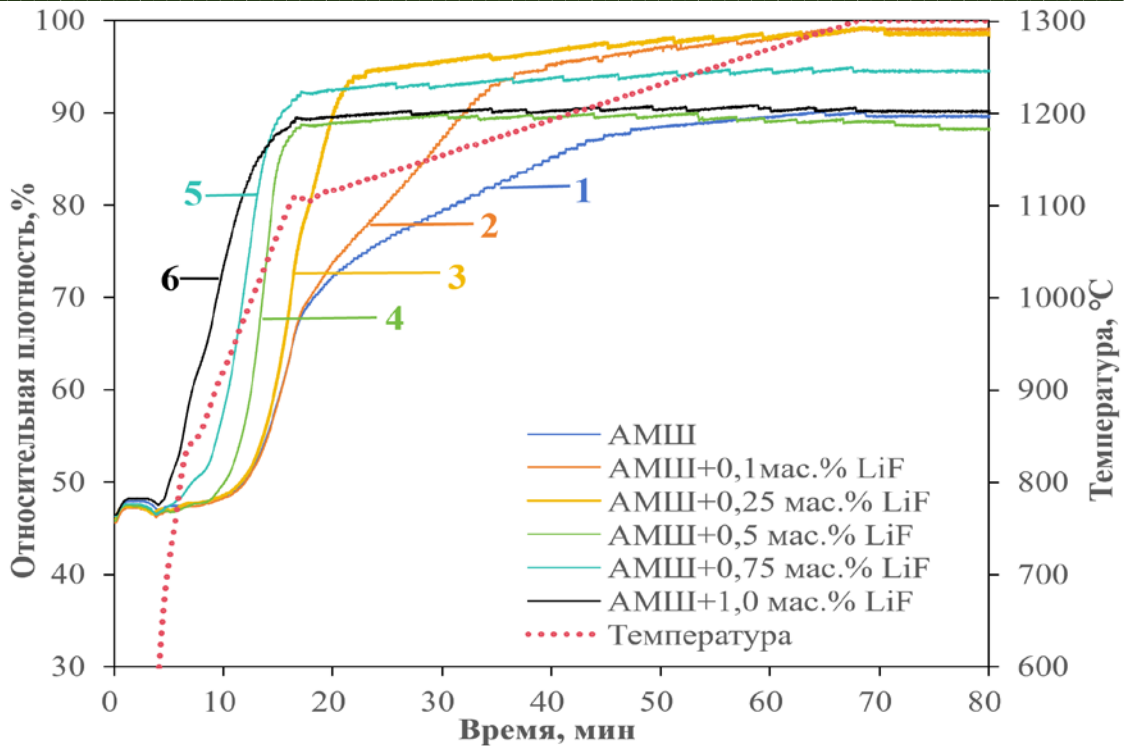


Рисунок 1 - Зависимость относительной плотности от температуры и длительности электроимпульсного плазменного спекания 1 – АМШ, 2 – АМШ+ 0,1 мас. % LiF, 3 – АМШ+ 0,25 мас. % LiF, 4 – АМШ+0,5 мас. % LiF, 5 – АМШ+ 0,75 мас. % LiF, 6 – АМШ+ 1 мас. % LiF

Температуры начала ( $T_{начальная}$ ) и окончания ( $T_{конечная}$ ) процесса интенсивной уплотнения, значения относительной плотности (до механической обработки) исследуемых образцов представлены в таблице 1.

Таблица 1 - Характерные температуры спекания и относительная плотности до механической обработки

Образец	$T_{начальная}, ^\circ\text{C}$	$T_{конечная}, ^\circ\text{C}$	$\rho_{отно.}, \%$
АМШ (1)	970	1220	$97.5 \pm 0.5$
АМШ+ 0,1 мас. % LiF (2)	970	1240	$96.2 \pm 0.5$
АМШ+ 0,25 мас. % LiF (3)	960	1130	$96.3 \pm 0.5$
АМШ+ 0,5 мас. % LiF (4)	900	1110	$96.7 \pm 0.5$
АМШ+ 0,75 мас. % LiF (5)	850	1110	$97.1 \pm 0.5$
АМШ+ 1,0 мас. % LiF (6)	700	1110	$97.0 \pm 0.5$

Добавление LiF в АМШ-керамику приводит изменению диапазона характерных спекания. Добавление 0,1 мас. % LiF приводит к повышению температуры окончания интенсивного уплотнения на 20 °C. Добавление LiF в количестве от 0,25 до 1 мас. % приводит к понижению температур начала интенсивной усадки с 970 до 700 °C и окончания интенсивной усадки с 1220 до 1110 °C. Относительная плотность образцов существенно не выходит за пределы доверительного интервала измерения этой величины.

Таким образом, в настоящей работе изучено влияние концентрации фторида лития на процесс электроимпульсного плазменного спекания алюмомагниевого шпинели. Поиск режимов получения АМШ-керамики с добавкой фторида лития с целью максимально плотной структурой и высоким значением светопропускания целесообразно проводить при температурах 1100-1400 °С, в диапазоне давлений статической подпрессовки не ниже 100 МПа и увеличенном времени изотермической выдержки (более 10 минут).

*Работа выполнена при поддержке проекта РНФ № 23-73-01241 на оборудовании ЦКП НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национального исследовательского Томского политехнического университета, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.*

### Список литературы

1. Сенина М., Лемешев Д., Вершинин Д., Бойко А., Педченко М. Влияние концентрации  $\text{V}_2\text{O}_5$  на свойства прозрачной керамики на основе алюмомагниевого шпинели // Неорганические материалы. – 2019. – №. 55(8). – С. 898–902.
2. R.J. Bratton. Translucent sintered  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  // Journal of the American Ceramic Society. – 1974. – Vol. 57(7). – P. 283–286.
3. Балабанов С., et al. Получение плотной прозрачной керамики  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , легированной LiF в качестве спекающей добавки // Неорганические материалы. – 2018. – № – 54(10). – С. 1105–1111.
4. Luo W., et al. Effects of LiF on the microstructure and optical properties of hot-pressed  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ceramics // Ceramics International. – 2017. – Vol. 43(9). – P. 6891–6897.
5. Liu Q., et al. Microstructure and properties of  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  transparent ceramics fabricated by hot isostatic pressing // Optical Materials. – 2020. – Vol.104. – P. 109938.
6. Zhu L., et al. Fabrication of transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  from commercial nanopowders by hot-pressing without sintering additive // Materials Letters. – 2018. – Vol. 219. – P. 8–11.
7. Jing Y., et al. Influence of CaO on microstructure and properties of  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  transparent ceramics // Optical Materials. – 2021. – Vol. 111. – P. 110604.
8. Wang C. et al. Transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ceramic produced by spark plasma sintering // Scripta Materialia. – 2009. – Vol. 61(2). – P. 193–196.
9. Morita K., et al. Fabrication of transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel polycrystal by spark plasma sintering processing // Scripta Materialia. – 2008. – Vol. 58(12). – P. 1114–1117.
10. Morita K., et al. Fabrication of high-strength transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel polycrystals by optimizing spark-plasma-sintering conditions // Journal of Materials Research. – 2009. – Vol. 24(9). – P.2863–2872.
11. Опарина И., et al. Методы получения прозрачной поликристаллической керамики из оксида алюминия (Обзорная статья) // Новые огнеупоры. 2021 – Vol. (4). – P. 20–26.
12. Сенина М.О. Исследование влияния уплотняющих добавок различного механизма действия на спекание керамики из алюмомагниевого шпинели // – РХТУ им. Д.И. Менделеева М. –2020.