

УДК 546.05-06

**ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ НА ПЛОТНОСТЬ КЕРАМИКИ ИЗ ПОРОШКА
СИСТЕМЫ Y_2O_3 - Al_2O_3 , СИНТЕЗИРОВАННОГО МЕТОДОМ ОБРАТНОГО ОСАЖДЕНИЯ ИЗ
РАСТВОРОВ НИТРАТОВ**

Д.Е. Деулина, В.Д. Пайгин

Научный руководитель: профессор, д.т.н. О.Л. Хасанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: ded5@tpu.ru

**INFLUENCE OF SINTERING TEMPERATURE ON THE DENSITY OF CERAMICS FROM THE
POWDER OF THE Y_2O_3 - Al_2O_3 SYSTEM SYNTHESIZED BY REVERSE PRECIPITATION FROM
NITRATE SOLUTIONS**

D.E. Deulina, V.D. Paygin

Scientific Supervisor: Prof., Dr. O.L. Khasanov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: ded5@tpu.ru

Abstract. *The study of ceramic samples obtained by spark plasma sintering is carried out. The powder for the study was synthesized by the method of reverse precipitation. A study of the dependence of the density of ceramics on the temperature of spark plasma sintering was carried out. It was found that with increasing temperature, the density approaches the theoretical value, which is explained by the more intensive formation of the yttrium-aluminum garnet phase in the sample.*

Введение. В течение последних десятилетий интерес к поликристаллическим материалам оптического назначения возрастает [1]. Они обладают уникальным сочетанием физико-механических и химических свойств, прозрачны для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн. Среди широкого класса оптических материалов иттрий-алюминиевый гранат ($Y_3Al_5O_{12}$, YAG) является одним из наиболее перспективных. Он применяется в медицине, в вакуумных флуоресцентных лампах, для производства дисплеев с полевой эмиссией, в лазерной и светодиодной технике [2].

Керамику на основе YAG изготавливают различными методами: прессование с последующим спеканием, горячее прессование, электроимпульсное плазменное спекание и другие.

Наиболее перспективным методом изготовления керамики различного назначения на основе YAG является электроимпульсное плазменное спекание. Это позволяет избежать роста зёрен, сохранить фазовый состав и чистоту материала в ходе спекания, а сам процесс протекает относительно быстро [3].

Введение спекающих добавок, таких как V_2O_5 , CaO, LiF [4] позволяет снизить температуру спекания, способствует интенсификации уплотнения в процессе электроимпульсного плазменного спекания.

В данной работе изучено влияние температуры электроимпульсного плазменного спекания на плотность керамики из порошков системы оксид иттрия – оксид алюминия, полученных методом обратного осаждения из водных растворов нитратов иттрия и алюминия.

Экспериментальная часть. Порошки синтезировали методом обратного осаждения. Из порошков $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ готовили водные растворы с концентрацией 1 моль/л. Полученные растворы $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ смешивали в стехиометрических пропорциях 5:3 соответственно. Далее к 100 мл аммиака добавляли 80 мл полученного раствора, в результате чего была получена суспензия системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$. Суспензию промывали дистиллированной водой до получения нейтральной среды, после чего просушивали при температуре 120 °С в течение 8 часов до получения порошка.

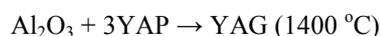
Полученные порошки прокаливали на воздухе при температурах 1000 °С в течение 3 часов.

В качестве спекающей добавки был использован фторид лития (LiF) в количестве 0,25 мас.%. Смешивание проводили в изопропиловом спирте особой чистоты с использованием шаровой мельницы (соотношение мельющих тел к порошку по массе составляло 5:1) в течение 48 часов. После перемешивания полученную суспензию сушили при температуре 70 °С в течение 12 часов.

Консолидацию керамики осуществляли методом электроимпульсного плазменного спекания на установке SPS-515S (SPS SyntexInc., Япония). Спекание проводили при температурах от 1400 °С до 1600 °С, под давлением 100 МПа в течении 20 минут.

Плотность определяли геометрическим методом [5].

Результаты. В системе $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ существуют три соединения: иттрий-алюминиевый гранат (YAG, кубический $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), перовскит иттрий-алюминия (YAP, орторомбический искаженный перовскит YAlO_3) и моноклинный иттрий-алюминий (YAM, $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$) [6]. Реакция между Al_2O_3 и Y_2O_3 протекает в несколько этапов [6]:



В таблице 1 представлены основные характеристики соединений системы оксидов $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Таблица 1

Характеристики соединений системы оксидов $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$

Соединение	Температура образования, °С	Теоретическая плотность, г/см ³ [7]
YAM	1000 – 1200	4,39
YAP	1200 – 1400	5,37
YAG	1400	4,55

В таблице 2 представлены результат измерения плотности керамических образцов, спеченных из порошков системы оксид иттрия – оксид алюминия.

Таблица 2

Режимы электроимпульсного плазменного спекания керамики на основе порошков системы оксид иттрия – оксид алюминия

Номер образца	Температура, °С	Плотность, г/см ³
1	1400	4,737
2	1500	4,656
3	1550	4,653
4	1600	4,638

Таким образом, можно предположить, что в процессе изготовления керамики на основе иттрий-алюминиевого граната реакции в системе $Y_2O_3-Al_2O_3$ протекают не в полном объеме и в составе образца помимо требуемой фазы YAG присутствуют и другие остаточные соединения, в том числе YAP, который обладает большей плотностью ($5,37 \text{ г/см}^3$), чем YAG ($4,55 \text{ г/см}^3$), что объясняет результаты измерения плотности исследуемых образцов (плотность превышает теоретическую и уменьшается с повышением температуры спекания).

Для получения керамики состоящей полностью из YAG необходимо изменить исходное соотношение $Y_2O_3 - Al_2O_3$ в смеси или увеличить температуру спекания. Однако для получения более точных результатов необходимо проведение дополнительных исследований по изготовлению керамических образцов на основе иттрий-алюминиевого граната и изучению их морфологии и фазового состава.

Заключение. В ходе проведения исследования методом обратного осаждения синтезирован порошок на основе иттрий-алюминиевого граната. Из полученного порошка электроимпульсным плазменным спеканием изготовлены керамические образцы. Проведено измерение их плотности. Исследование зависимости плотности образцов от температуры электроимпульсного плазменного спекания показало, что с увеличением температуры плотность образцов снижается и приближается к теоретическому значению, что свидетельствует о более интенсивном формировании фазы иттрий-алюминиевого граната в исследуемых образцах.

Авторы выражают благодарность ассистенту ОМ ИШНПТ ТПУ к.т.н. Илела А.Э.

Работа выполнена при поддержке проекта РНФ № 21-71-10100 на оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Tamuri A. R. et al. Structural and optical properties of dysprosium and europium co-doped with yttrium aluminium garnet nanokristalline powders prepared by combustion synthesis // Malaysian Journal of Analytical Sciences. – 2020. – V. 24. – P. 783-790.
2. Makeenko A. B. и др. Синтез сложных оксидов со структурой граната методом распылительной сушки водного раствора солей // Журнал технической физики. – 2017. – V. 87. – P. 293-598.
3. Ramanujam P. et al. Solvothermal nanoYAG synthesis: Mechanism and particle growth kinetics // The Journal of Supercritical Fluids. – 2016. – V. 107. – P. 433-440.
4. Kong L. B. et al. Transparent ceramics: Processing, materials and applications // Processes in Solid State Chemistry. – 2015. – V. 41. – P. 20-54.
5. Хасанов О. Л. Методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов и изделий: учебное пособие. – М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. – 269 с.
6. Zhang Z. et al. Study on Process Optimization of Sprayable Powders and Deposition Performance of Amorphous Al_2O_3 -YAG Coatings // Coatings. – 2020. – V. 10 (12). – P. 1-13.
7. Кнунянц И.Л. Химический энциклопедический словарь. – М. : Советская энциклопедия, 1983. – 792 с.