

УДК 546.05-06

**Люминесцентные керамические материалы с заданным распределением компонентов**Д.Е. Деулина, В.Д. Пайгин, И.Н. Шевченко

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](mailto:ded5@tpu.ru)**Luminescent ceramic materials with a predetermined distribution of components**D.E. Deulina, V.D. Paygin, I.N. Shevchenko

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

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

E-mail: [ded5@tpu.ru](mailto:ded5@tpu.ru)

**Abstract.** *In this study, spark plasma sintering of segmented functional gradient ceramics of the compositions YAG:5Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG:2CeO<sub>2</sub> and MAS:10Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MAS:1CeO<sub>2</sub> was carried out. The dynamics of relative shrinkage in the sintering process has been studied. It is shown that the technology used makes it possible to obtain a functionally gradient material with characteristics close to those of ceramics based on yttrium aluminum garnet and magnesium-aluminum spinel without the addition of rare earth element ions.*

**Key words:** *nanoceramics, segmented functional gradient ceramics, yttrium-aluminum garnet, magnesium-aluminum spinel, spark plasma sintering.*

**Введение**

Разработка функционально-градиентных материалов (ФГМ) является одним из перспективных направлений развития композиционных материалов. ФГМ представляют собой композиционные или однофазные материалы, свойства которых равномерно или скачкообразно изменяются по определённому профилю [1]. С позиции практического применения актуальной представляется разработка функционально-градиентных керамических материалов (ФГК), которые весьма востребованы в лазерной и световой технике [1].

В настоящее время ФГК изготавливают методами холодного прессования с последующим свободным спеканием [2], горячего прессования [3], электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) [4] и при помощи аддитивных технологий с применением лазерного плавления [5].

Среди множества типов поликристаллических люминесцентных материалов, в перспективными являются наноструктурированные керамики на основе иттрий-алюминиевого граната (Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>, YAG) и алюмомагниевого шпинели (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, MAS). Выбор этих материалов в качестве компонентов ФГК, обусловлен комплексом их высоких физико-механических и оптико-люминесцентных свойств, а также возможностью направленной коррекции последних путём введения допантов – активаторов люминесценции (оксидов редкоземельных элементов или переходных металлов) в широком диапазоне концентраций и/или регулирования концентрации кислородных вакансий. Варьирование технологических параметров консолидации таких керамик позволяет целенаправленно создавать специфические центры люминесценции [6, 7].

Целью настоящей работы является изготовление люминесцентных функционально-градиентных керамических материалов с заданным распределением компонентов в объеме изделия (распределение компонентов по сегментам) на основе иттрий-алюминиевого граната и алюмомагниевого шпинели, активированных ионами редкоземельных элементов при помощи метода электроимпульсного плазменного спекания.

### Экспериментальная часть

Образцы керамики и ФГК были изготовлены методом ЭИПС на установке SPS-515S (SPS Syntex Inc., Япония) из коммерческих нанопорошков иттрий-алюминиевого граната, алюмомагниевого шпинели, оксида церия ( $\text{CeO}_2$ ) и оксида европия ( $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ). Процесс проводили в вакууме при температуре  $1450^\circ\text{C}$  под давлением – 100 МПа, продолжительное время выдержки составляла 30 минут. Для формирования заданной ФГК порошки в пресс-форму засыпали по сегментам. Схема распределения компонентов ФГК и фотографии полученных образцов представлены на рисунке 1а и 1б.

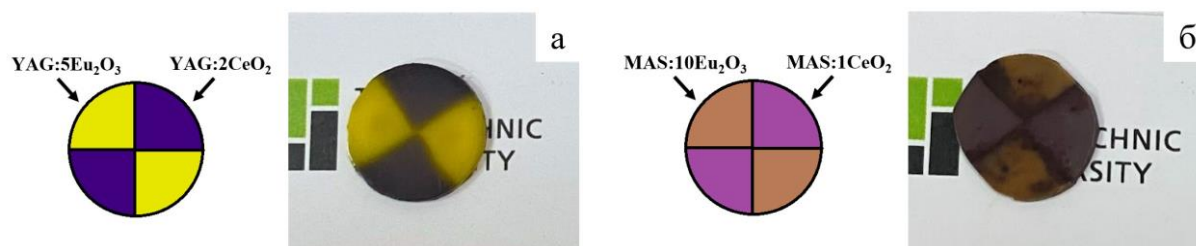


Рис. 1. Схема распределения компонентов ФГК и фотографии полученных образцов на основе: а) YAG; б) MAS

### Результаты

На рисунке 2 представлена динамика относительной усадки образцов иттрий-алюминиевого граната (рисунок 2а), алюмомагниевого шпинели (рисунок 2б) и ФГК на их основе (рисунок 2а, б).

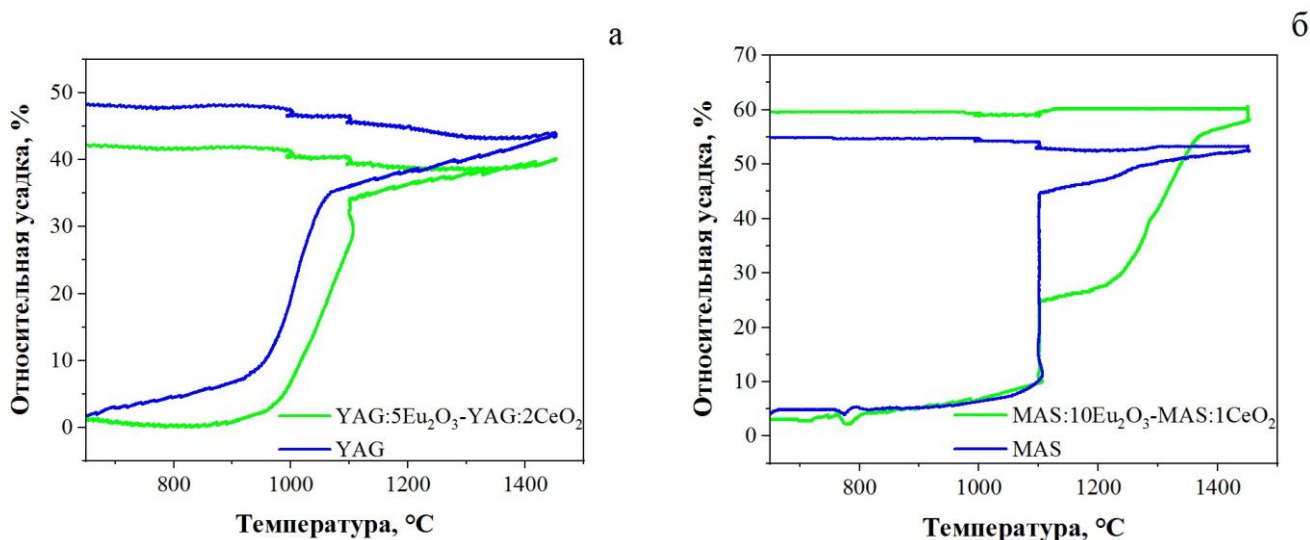


Рис. 2. Динамика относительной усадки образцов: а) YAG без добавления ионов редкоземельных элементов и ФГК состава YAG:5Eu-YAG:2Ce; б) MAS без добавления ионов редкоземельных элементов и ФГК состава MAS:10Eu-MAS:1Ce

Процесс спекания образцов проходит в две стадии, которые обусловлены наличием изотермической выдержки на температурах  $1100$  и  $1450^\circ\text{C}$ . Интенсивная усадка образца YAG:5Eu $_2$ O $_3$ -YAG:2CeO $_2$  наблюдается в диапазоне от  $950$  до  $1100^\circ\text{C}$ . Относительная усадка образца составляет  $40\%$ . Интенсивная усадка образца MAS:10Eu $_2$ O $_3$ -MAS:1CeO $_2$  наблюдается в двух диапазонах температур: от  $950$  до  $1100^\circ\text{C}$  и от  $1100$  до  $1300^\circ\text{C}$ . Относительная усадка образца составляет  $60\%$ . Замедление усадки в области температуры  $1100^\circ\text{C}$  обусловлено наличием изотермической выдержки.

Интервал температур интенсивной усадки спекания, относительная усадки и относительная плотность образцов представлены в таблице 1.

Таблица 1

*Характерные температуры спекания, относительная усадка и относительная плотность образцов*

Состав образца	Интервал температур интенсивной усадки, °С	Относительная усадка, %	$\rho_{\text{отн}}$ , %
YAG	900–1070	44	93,9 ± 0,5
YAG:5Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -YAG:2CeO <sub>2</sub>	950–1100	40	99,0 ± 0,5
MAS	1065–1100	53	99,5 ± 0,5
MAS:10Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MAS:1CeO <sub>2</sub>	950–1110	60	97,9 ± 0,5

Интенсивная усадка образцов ФГК протекает в диапазоне температур, характерном для «обычной» керамики из YAG и MAS.

### Заключение

В работе продемонстрирована возможность изготовления люминесцентных функционально-градиентных керамических материалов с заданным распределением компонентов в объеме изделия (распределение компонентов по сегментам) на основе иттрий-алюминиевого граната и алюмомагниевого шпинели, активированных ионами редкоземельных элементов при помощи создания методом электроимпульсного плазменного спекания. Относительная плотность изготовленных образцов достигает 99,0±0,5 %.

*Работа выполнена при поддержке проекта РНФ № 21-71-10100 на оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ. Авторы выражают благодарность профессору ОМ ИШНПТ, д.ф.-м.н. Двилису Э.С., доценту ОМ ИШНПТ, к.ф.-м.н. Валиеву Д.Т., доценту ОМ ИШНПТ, к.ф.-м.н. Степанову С.А.*

### Список литературы

1. Качаев А.А., Ваганова М.Л., Гращенков Д.В., Лебедева Ю.Е. Керамические функционально-градиентные материалы (обзор) // Перспективные материалы. – 2016. – Т. 9. – С. 51–58.
2. Ewais E.M.M., Besisa D.H.A., Zaki Z.I., Kandil A.E.H.T. Tailoring of functionally graded zirconia–mullite/alumina ceramics // Journal of the European Ceramic Society. – 2012. – Vol. 32. – P. 1561–1573.
3. Lv M., Chen W., Liu C. Fabrication and mechanical properties of TiB<sub>2</sub>/ZrO<sub>2</sub> functionally graded ceramics // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2014. – Vol. 46. – P. 1–5.
4. Zhang X., Li W., Hong C., Han W., Han J. A novel development of ZrB<sub>2</sub>/ZrO<sub>2</sub> functionally graded ceramics for ultrahigh-temperature application // Scripta Materialia. – 2008. – Vol. 59. – P. 1214–1217.
5. Фомин В.М., Голышев А.А., Маликов А.Г., Оришич А.М., Филиппов А.А. Создание функционально-градиентного материала методом аддитивного лазерного сплавления // Прикладная механика и техническая физика. – 2020. – Т. 61, № 5. – С. 224–234.
6. Kuznetsov S.V., Sedov V.S., Martyanov A.K., Vakalov D.S., Tarala L.V., Tiazhelov I.A., Boldyrev K.N. Synthesis of Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>:Ce Powders for X-ray Luminescent Diamond Composites // Inorganics. – 2022. – V. 10. – P. 240.
7. Nageswara B.R., Tirupathi P.R., Esub Basha Sk., Prasanna D.S.L., Samatha K., Ramachandra R.K. Optical response of Eu<sup>3+</sup>-activated MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanophosphors for Red emissive // Journal of Materials Science: Materials in Electronics. – 2023. – V. 34. – P. 955.