

**ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ И ДЕГРАДАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КЕРАМИКИ
НА ОСНОВЕ АЛЮМО-ИТТРИЕВОГО ГРАНАТА**

А.В. Ильчук, В.Д. Пайгин

Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. Д.Т. Валиев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: avi29@tpu.ru

**LUMINESCENT AND DEGRADATION CHARACTERISTICS OF CERAMICS
BASED ON ALUMINUM-YTTRIUM GARNET**

A.V. Ilchuk, V.D. Paigin

Scientific Supervisor: doцент, PhD. D.T. Valiev

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

E-mail: avi29@tpu.ru

***Abstract.** This work devoted to the synthesis and spectroscopic study of the YAG:Ce ceramics prepared by conventional sintering technique with ultrasonic pressing approach. Luminescent, luminous efficiency and degradation properties were investigated in detail.*

Введение. Большой интерес для современной элементной базы фотоники представляют керамические материалы [1]. По спектрально-люминесцентным характеристикам керамики могут быть близки, а в некоторых случаях и превосходить характеристики лазерных, сцинтилляционных кристаллов-аналогов. Направленный "дизайн" новых люминесцентных керамик, на основе гранатовых люминофоров, с использованием новых подходов для синтеза и способов прессования, может позволить варьировать их оптические свойства. Основные преимущества таких систем - это относительная низкая стоимость, возможность реализовать геометрию практически любого размера и формы, высокая термоустойчивость [2, 3].

Целью работы является синтез и комплексное спектроскопическое исследование характеристик люминесцентной керамики, на основе предварительно синтезированных гранатовых люминофоров, активированных редкоземельными ионами (РЗИ).

Исследование направлено на решение двух основных задач:

1. разработка технологии изготовления керамик методом УЗ-прессования с последующим атмосферным спеканием на основе синтезированных люминофоров;
2. комплексные фундаментальные спектроскопические исследования исходных порошков люминофоров и керамики на основе гранатовых люминофоров, активированных РЗИ.

Экспериментальная часть. В качестве исходного матричного порошка была использована гомогенная механическая смесь из химически чистых реагентов Al_2O_3 (99,99%), Y_2O_3 (99,99%), CeO_2 (99,99%) (ЧУИН, Китай). Более подробно процедура, используемая для синтеза описана в [3].

Смешивание порошковых компонентов осуществляли в два этапа. Сначала сухое смешивание проводили в агатовой ступке в течение 1 часа, затем мокрое ультразвуковое смешивание в этаноле с

использованием ультразвуковой ванны ГРАД 28-35 (ГРАД-Технолоджи, Россия), так же, в течение 1 часа. Полученные смеси состава YAG+0,006 wt. % CeO₂ сушили на воздухе при температуре 120 °С до полного испарения влаги.

Формование порошковых компактов осуществляли методом холодного статического одноосного прессования с использованием ультразвукового воздействия и без него в стальных пресс формах при давлении 400 МПа на автоматическом прессе ИП-500 АВТО (ЗИПО, Россия). Прессование с ультразвуковым воздействием проводили в специально разработанном устройстве. Мощность ультразвука составляла 2 кВт. Спекание проводили в высокотемпературной печи ЛНТ 02/18 (Nabertherm, Германия) в воздушной атмосфере при температурах 1650 °С с контролируемой скоростью нагрева и остывания – 200 °С/мин. Выдержка на заданной температуре спекания составляла 8 часов. В результате были получены люминесцентные керамические образцы цилиндрической формы, высотой около 1,9 мм, диаметром около 8,5 мм. Плотность оценивали путем измерения массы и линейных размеров образцов. Дальнейшие исследования керамики проводили после механической полировки её торцевых поверхностей на шлифовально-полировальной системе EcoMet 300 Pro (Buehler, Германия) с применением алмазных суспензий Kemix (Кемика, Россия).

Результаты. На рис. 1 представлены СЭМ-изображения поверхности разрушения Ce:YAG-керамики, изготовленной при температуре спекания 1650 °С. Из рис.1 видно, что при воздействии УЗ прессованием, у люминесцентной керамики более интеркристаллическая структура, чем при классическом синтезе. Преимущественный характер разрушения керамики с повышением температуры спекания изменяется от интеркристаллитного к транскристаллитному. Это свидетельствует об увеличении прочности межзёренных границ до величины, сопоставимой с прочностью зёрен. При 1650 °С УЗ-активация поверхности частиц порошка приводит к параллельной интенсификации процессов диффузии и перемещения, что приводит к увеличению размеров зёрен и уменьшению размеров пор по сравнению с неозвученным образцом. Однако на некоторое преобладание процессов зернограничного перемещения указывает повышение плотности озвученных образцов, спечённых при этой температуре.

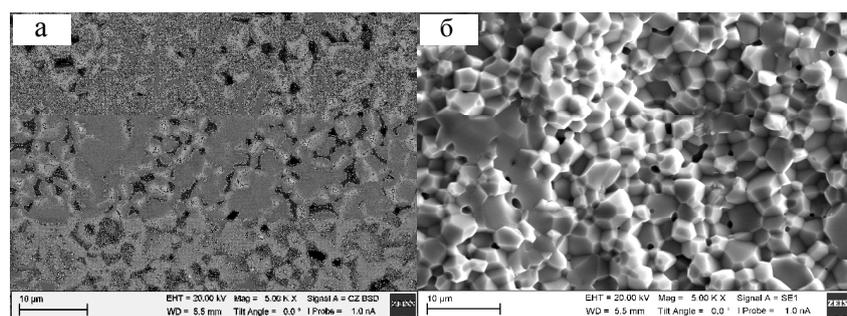


Рис. 1. СЭМ-изображения YAG:Ce керамики полученной при разных условиях спекания, при температуре синтеза 1650 °С: а- без УЗ-компактирования, б - с УЗ-компактированием

Для исследования характеристик фотолюминесценции и процессов деградации при повышенных температурах образцы керамик нагревались до температур полного температурного тушения фотолюминесценции при непосредственном измерении люминесценции в процессе нагрева. Для возбуждения, как и при измерении энергетической эффективности, использовался светодиод с длиной волны излучения 447 нм. Из результатов исследования показана возможность эксплуатации спеченных

керамик до температур порядка 500 °С. Также следует отметить положительное воздействие УЗ воздействия во время спекания керамики на температурную стабильность люминесценции. Так для озвученной керамики температурное тушение люминесценции начинается лишь после 150 °С в отличие от не озвученного образца для которого тушение люминесценции фиксируется уже при 50 °С. После остывания оба образца керамики вернулись к первоначальной интенсивности свечения – температурной деградации свойств в диапазоне рабочих температур не наблюдается.

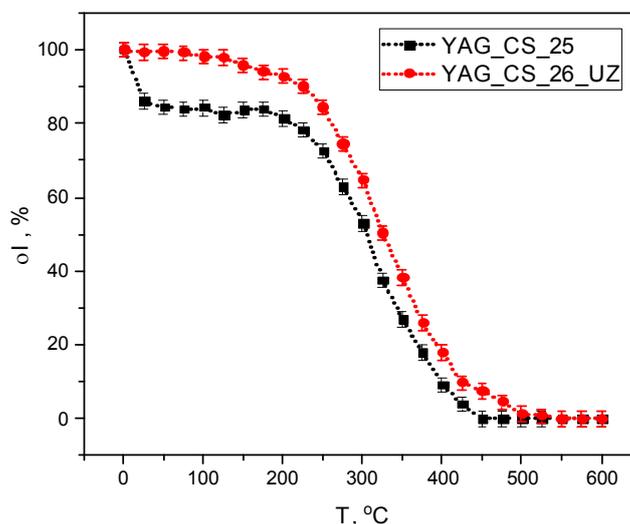


Рис. 2. Зависимость светосуммы фотолюминесценции от температуры нагрева для керамик YAG:Ce без и с УЗ воздействием во время консолидации

Заключение. В работе продемонстрирована возможность получения высокоплотной керамики на основе YAG:Ce методом ультразвукового прессования при комнатной температуре с последующим высокотемпературным спеканием в воздушной атмосфере. Проведено комплексное исследование влияния ультразвукового воздействия на процесс уплотнения, микроструктуру и механические свойства керамики. Результаты оценки деградационных характеристик показывают, что воздействие УЗ положительно влияет на температурную стабильность люминесценции. Для озвученной керамики температурное тушение люминесценции начинается лишь после 150 °С в сравнении с неозвученной керамикой. Полученные материалы в перспективе могут быть использованы в светотехнической инженерии, детектирующих системах.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Томской области в рамках научного проекта № 18-43-703014.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Осипов В.В., Шитов В.А., Максимов Р.Н., Соломонов В.И., Лукьяшин К.Е., Орлов А.Н. Высокопрозрачные керамики, приготовленные на основе нанопорошков, синтезированных в лазерном факеле. Часть II. Лазерные керамики. // Научно-технический журнал – 2018. - Выпуск №3.
2. Xia Z., Meijerink A. Ce³⁺-Doped garnet phosphors: Composition modification, luminescence properties and applications. // Chem. Soc. Rev. – 2017. – V.46 – P. 275-299.
3. Valiev D., Han T., Vaganov V., Stepanov S. The effect of Ce³⁺-concentration and heat treatment on the luminescence efficiency of YAG phosphor. // J. Phys. Chem. Solid. – 2018. – V.116. – P. 1-6.