

УДК 66-97

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ
ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ИТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА ПРИ
ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОМ ПЛАЗМЕННОМ СПЕКАНИИ**В.Д. Пайгин, Т.Р. Алишин, Д.Т. Валиев

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

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: vpaygin@mail.ru**INVESTIGATION OF THE SPARK PLASMA SINTERING PROCESSES OF LUMINESCENT
CERAMICS BASED ON YTTRIUM-ALUMINUM GARNET**V.D. Paygin, T.R. Alishin, D.T. Valiev

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

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

E-mail: vpaygin@mail.ru

Abstract. *The dynamics of linear shrinkage of luminescent ceramics based on yttrium-aluminum garnet during the spark plasma sintering at a temperature of 1650 °C under the pressure of 40 MPa has been studied. It has been established that the search for optimal modes of investigated material with the densest structure is expedient to be carried out in the temperature range from 1400 °C to 1600 °C at pressure of 40 MPa.*

Введение. Иттрий-алюминиевый гранат ($Y_3Al_5O_{12}$, YAG) обладает высокой температурой плавления, повышенной радиационной и термической стойкостью, высокими электрофизическими свойствами, он прозрачен для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн [1]. Изделия из YAG применяют в квантовой электронике, лазерной технике, в люминесцентных детекторах и дозиметрах [2].

В последние годы керамика на основе иттрий-алюминиевого граната, активированная ионами редкоземельных элементов (РЗЭ), вызывает все больший интерес [2]. Внимание исследователей направлено на изучение процессов синтеза и консолидации поликристаллических материалов на основе YAG, активированного ионами церия. Такая керамика может эффективно использоваться (в том числе в экстремальных условиях) в качестве преобразователей оптического излучения в твердотельных источниках света.

Технологический процесс изготовления люминесцентных керамик состоит из нескольких основных этапов: синтез порошкового материала, компактирование и спекание, различными методами: прессованием с последующим спеканием в вакууме или атмосфере (свободное спекание), горячим (ГП) и горячим изостатическим прессованием (ГИП) и электроимпульсное плазменное спекание (СПС).

Наиболее перспективным, в силу своих особенностей, и активно развивающимся методом производства люминесцентных керамик является электроимпульсное плазменное спекание, известное в зарубежной литературе под названиями Spark plasma sintering (SPS), Field Assisted Sintering Technology (FAST), Plasma Assisted Sintering, Electroconsolidation, High Energy High Rate Processing, Electric Discharge Compaction [2].

В настоящей работе проведено исследование закономерностей электроимпульсного плазменного спекания люминесцентной керамики на основе иттрий-алюминиевого граната, активированного ионами церия.

Материал и методики экспериментов. В качестве исходного материала использовали микродисперсный порошок Ce:YAG (ЧУИН, Китай), представляющий собой механическую смесь оксидов алюминия, иттрия и церия в необходимых пропорциях [3, 4].

Электроимпульсное плазменное спекание (SPS) проводили в вакууме при температурах от 1400 °C до 1650 °C на установке SPS-515S (Syntex Inc., Япония). Скорость нагрева составляла 50 °C/мин, давление подпрессовки в графитовой пресс-форме – 40 МПа и 100 МПа, длительность изотермической выдержки при заданной температуре спекания – 5 минут. В результате были получены высокоплотные керамические образцы цилиндрической формы, высотой 1,5 мм, диаметром 14 мм. Контроль температуры в процессе SPS осуществляли при помощи оптического пирометра. Измерение проводили на боковой поверхности матрицы пресс-формы дне специального технологического отверстия. Для минимизации тепловых потерь во время нагрева пресс-формы использовали графитовый войлок, которым закрывали все внешние поверхности за исключением технологического отверстия для пирометра.

В процессе спекания, в режиме реального времени, при помощи встроенного в SPS-установку оборудования, контролировали и записывали следующие параметры: перемещение пуансонов (мм); усилие прессования (кН); температура (°C); сила тока (А); напряжение (В); остаточное давление в вакуумной камере (Па). Полученные данные использовали для анализа процессов электроимпульсного плазменного спекания исследуемого материала и поиска оптимальных режимов консолидации.

Результаты исследования и их обсуждение. С целью минимизации остаточной пористости и определения оптимальных диапазонов режимов изготовления люминесцентной керамики на основе иттрий-алюминиевого граната проводили исследования динамики линейной усадки в процессе электроимпульсного плазменного спекания при температуре 1650 °C и давлении статической подпрессовки 40 МПа. Термограмма консолидации представлена на рисунке 1.

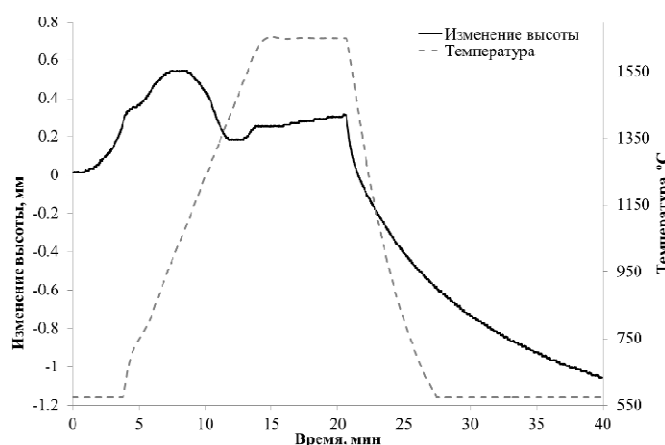


Рис. 1. Термограмма консолидации Ce:YAG-керамики при нагреве до 1650 °C

Анализ полученных данных, позволил установить следующие особенности в протекании процесса электроимпульсного плазменного спекания. Изменение линейных размеров в диапазоне температур от 580 °C до 920 °C обусловлено термическим расширением материала. Образование фазы YAG происходит при температурах 920-1090 °C. Это, согласуется с результатами, представленными в [3]. После температуры

1090 °С интенсивность процессов спекания увеличивается, они преобладают над процессами термического расширения материала, вплоть до температуры 1600 °С, и сопровождаются понижением пористости, ростом и консолидацией зёрен. В диапазоне температур 1600-1650 °С интенсивность усадки заметно снижается. По достижению температуры 1650 °С, наблюдается увеличение линейных размеров материала, что свидетельствует о завершении процесса термической консолидации.

Заключение. В результате работы получены образцы люминесцентной Ce:YAG – керамики, изучена динамика линейной усадки исследуемого материала при SPS. Установлено, что поиск оптимальных режимов SPS Ce:YAG-керамики целесообразно проводить при давлениях статической подпрессовки не менее 40 МПа в диапазоне температур от 1400 °С до 1600 °С. Спекание при температурах ниже указанных, видимо, не позволяет достигнуть максимально плотной структуры, а их превышение приведёт к увеличению размера зерна без дальнейшего уплотнения спекаемого материала.

Для изготовления Ce:YAG керамики с большей плотностью целесообразным представляется увеличение продолжительности SPS-консолидации до такого значения, при котором будет достигнуто беспористое состояние керамики.

Исследование выполнено на базе «Нано-Центра» Национально исследовательского Томского политехнического университета, при поддержке стипендии Президента РФ. Авторы выражают благодарность д.ф.-м.н. Двилису Э.С. и к.ф.-м.н. Степанову С.А. за обсуждение полученных результатов и ценные рекомендации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пайгин В. Д. и др. Исследование процессов консолидации люминесцентной керамики на основе иттрий-алюминиевого граната // Перспективные материалы конструкционного и медицинского назначения: сборник трудов Международной научно-технической молодежной конференции. – Томск, 2018. – С. 206-208.
2. Xiao Z. et al. Materials development and potential applications of transparent ceramics: A // Materials Science & Engineering R. – 2020. – V. 139. – P. 100518.
3. Пайгин В. Д. и др. Люминесцентная керамика на основе иттрий-алюминиевого граната, полученная традиционным спеканием в воздушной атмосфере // Российские нанотехнологии. – 2019. – Т. 14., №. 3-4. – С. 26-31.
4. Paygin V. D. et al. Density and microstructural investigation of Ce: YAG ceramic subjected to powerful ultrasonic treatment during the compaction process // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2020. – V. 754., №. 1. – P. 012011.