

УДК 66-97

**ПРИМЕНЕНИЕ СПЕКАЮЩИХ ДОБАВОК ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ КЕРАМИКИ ИЗ ИТТРИЙ-
АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА**

В.Д. Пайгин, Д.Е. Деулина, Ж. Сюй

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

**SINTERING ADDITIVES IN THE MANUFACTURE OF CERAMICS FROM YTTRIUM-ALUMINUM
GARNET**

V.D. Paygin, D.E. Deulina, Z. Sui

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 translucent ceramics based on yttrium-aluminum garnet during the spark plasma sintering at a temperature of 1450 °C under the pressure of 100 MPa has been studied. The effect of sintering additives SiO₂ and LiF on the process of spark plasma sintering is discussed in the work. It is shown that the use of lithium fluoride leads to an increase in density and diffuse transmission.*

Введение. Иттрий-алюминиевый гранат (Y₃Al₅O₁₂, YAG) перспективный оптический материал, который используют в квантовой электронике, лазерной технике, люминесцентных детекторах и дозиметрах. Материалы на основе YAG обладают хорошими оптико-люминесцентными и механическими характеристиками, повышенной радиационной и термической стойкостью, высокой температурой плавления [1, 2].

Для изготовления керамики из иттрий-алюминиевого граната используют различные методы: прессование с последующим свободным спеканием, горячее прессование или электроимпульсное плазменное спекание (ЭИПС). Весьма перспективным является метод ЭИПС. Он позволяет получать керамику оптического качества за относительно короткий промежуток времени, обеспечивает высокую плотность, сохранение исходного фазового состава и структуры консолидируемых материалов [2].

Одной из проблем при ЭИПС прозрачной керамики, является загрязнение спекаемого материала углеродом, которое возникает в результате контакта образца с графитовой пресс-формой. Использование спекающих добавок, в частности фторида лития (LiF), позволяет устранить или существенно снизить степень загрязнения [3, 4].

В настоящей работе исследовано влияние фторида лития и диоксида кремния на спекание и оптические характеристики керамики из иттрий-алюминиевого граната.

Экспериментальная часть. Образцы изготавливали из коммерческого нанопорошка иттрий-алюминиевого граната YAG-1 (Baikowski Malakoff Inc., Франция). В качестве спекающих добавок использовали фторид лития (СХК, Россия) и оксид кремния (ЛенРеактив, Россия).

К порошку YAG-1 добавляли порошок LiF или SiO₂ в количестве 0,2 мас.%. Затем порошки смешивали в шаровой мельнице в течение 48 часов по мокрому методу. Полученные смеси сушили на воздухе до полного испарения влаги.

Электроимпульсное плазменное спекание проводили на установке SPS-515S (Syntex Inc., Япония). Процесс проводили в вакууме при температуре 1450 °C под давлением статической подпрессовки 100 МПа. Продолжительность выдержки на заданной температуре спекания составляла 60 мин. Температуру в ходе спекания контролировали инфракрасным пирометром на дне технологического отверстия, выполненного на боковой поверхности графитовой пресс формы. В результате спекания были получены образцы цилиндрический образцы диаметром ~14 мм и толщиной ~2 мм.

Перемещение пуансонов (мм), усилие прессования (кН), температуру (°C), силу тока (А), напряжение (В), остаточное давление в вакуумной камере (Па) в режиме реального времени контролировали встроенными средствами технологической установки. Полученные данные использовали для анализа процессов электроимпульсного плазменного спекания исследуемого материала.

Измерение диффузного пропускания образцов проводили на спектрофотометре СФ-56 (ОКБ Спектр, Россия) (рабочий диапазон 190-1100 нм) с применением приставки ПДО-6 (ОКБ Спектр, Россия).

Результаты. Динамика относительной усадки образцов керамики НФП в процессе ЭИПС до температуры 1450 °C под давлением статической подпрессовки 100 МПа представлена на рисунке 1. Видно, что усадочные кривые носят одностадийный характер. Процессы усадки протекают интенсивно, основная их доля приходится на неизотермическую стадию нагрева. Введение добавок LiF и SiO₂ приводит к смещению интервала интенсивной усадки в область меньших температур.

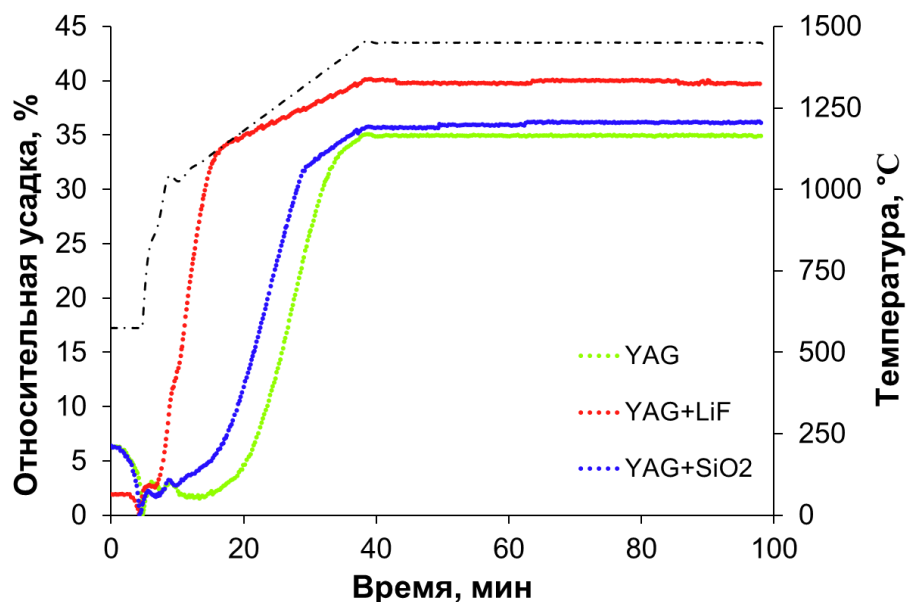


Рис. 1. Динамика относительной усадки образцов керамики YAG
при электроимпульсном плазменном спекании

В таблице 1 представлены основные характеристики образцов и интервалы температур интенсивной усадки.

Таблица 1

Интервал температур интенсивной усадки и основные характеристики образцов

Состав	Интервал температур интенсивной усадки °C	Относительная усадка, %	Относительная плотность %	Пропускание на $\lambda=600$ нм, %
$Y_3Al_5O_{12}$	1225-1400	44	97±1	32
$Y_3Al_5O_{12}+SiO_2$	1140-1320	47	95±1	12
$Y_3Al_5O_{12}+LiF$	935-1130	51	98±1	35

Относительная плотность образца YAG, изготовленного без использования спекающих добавок, после ЭИПС составила 97±1%, величина относительной усадки 44%, а диффузное пропускание – 32% на длине волны 600 нм. Введение спекающей добавки SiO₂ привело к понижению относительной плотности до 95±1% и уменьшению диффузного пропускания до 12% на длине волны 600 нм. Величина относительной усадки составила 47%. Введение спекающей добавки LiF привело к повышению относительной плотности до 98±1%, увеличению диффузного пропускания до 35% на длине волны 600 нм. Величина относительной усадки составила 51%.

Закключение. В результате работы, методом ЭИПС, была изготовлена светопропускающая керамика на основе иттрий-алюминиевого граната. Изучено влияние спекающих добавок (SiO₂, LiF) на процесс электроимпульсного плазменного спекания.

Установлено, что добавление SiO₂ и LiF в количестве 0,2 мас.% приводит к смещению интервала интенсивной усадки в область меньших температур.

Показано, что добавление LiF в количестве 0,2 мас.% приводит к повышению относительной плотности на 1% и увеличению диффузного пропускания керамики YAG на 3%.

Исследование выполнено на базе ЦКП НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национального исследовательского Томского политехнического университета, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710. Работа выполнена в рамках проекта РНФ 21-71-10100.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пайгин В.Д., Степанова С.А., Валиев Д.Т., Хасанов О.Л., Ваганов В.А., Алишин Т.Р., Калашников М.П., Илела А.Э. Люминесцентная керамика на основе иттрий-алюминиевого граната, полученная традиционным спеканием в воздушной атмосфере // Российские нанотехнологии. – 2019. – Т. 14. – №3-4. – С. 26-31.
2. Xiao Z., Yu S., Li Y., Ruan S., Kong L., Huang Q., Huang Z., Zhou K., Su H., Yao Z., Que W., Liu Y., Zhang T., Wang J., Liu P., Shein D., Allix M., Zhang J., Tang D. Materials development and potential applications of transparent ceramics: A // Materials Science & Engineering R. – 2020. – V. 139. – P. 100518.
3. Meir S., Kalabukhov S., Froumin N., Dariel M.P., Frage N. Synthesis and densification of transparent magnesium aluminate spinel by SPS processing // Journal of the American Ceramic Society. – 2009. – Vol. 92., No.2. – P. 358-364.
4. Frage N., Kalabukhov S., Sverdlov N., Ezersky V., Dariel M.P. Densification of transparent yttrium aluminum garnet (YAG) by SPS processing // Journal of the European Ceramic Society. – 2010. – Vol. 30., No.16. – P. 3331-3337