

УДК 539.89; 621.762:785.3

Маликина Т.Д.<sup>1</sup>, Ковалев В.Е.<sup>2</sup>,  
Урбанович В.С.<sup>1</sup>, Григорьев С.В.<sup>3</sup>

<sup>1</sup> ГО "НПЦ НАН Беларуси по материаловедению", Минск, Беларусь

<sup>2</sup> БГТУ, Минск, Беларусь

<sup>3</sup> НТП БНТУ «Политехник», Минск, Беларусь

## ПОЛУЧЕНИЕ КЕРАМИКИ $\text{Lu}_2\text{O}_3 - \text{Eu}_2\text{O}_3$ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ

Получение новых функциональных материалов на основе оксидов редкоземельных элементов с кубической структурой для оптической поликристаллической керамики является одной из актуальных задач современного материаловедения. Такие материалы являются перспективными для использования в лазерной и сцинтилляционной технике.

В последние годы растет интерес к керамике на основе оксида лютеция, которая обладает хорошими физико-химическими свойствами, такими как высокая температура плавления, высокая плотность и эффективность преобразования рентгеновского излучения в видимый свет, высокая химическая стабильность. Например, в работе [1] вакуумным спеканием нанопорошков при  $T = 1850^\circ \text{C}$  получена керамика  $\text{Lu}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  (5 ат. %) с относительной плотностью  $98 \pm 2\%$  и линейным пропусканием 41% в диапазоне длин волн 500-1100 нм, достигая 50 % от теоретического значения.

Для получения керамики нами использовался метод спекания при высоких давлениях (НРНТ), имеющий ряд преимуществ по сравнению с обычным спеканием без давления (высокая степень уплотнения материала, короткое время спекания, малый размер зерна).

Целью данной работы было исследование возможности получения плотных керамических образцов из порошка  $\text{Lu}_2\text{O}_3 - 1 \text{ ат. \% Eu}_2\text{O}_3$  (размер частиц порошка  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  от 124 до 263 нм) НРНТ спеканием. Изучено влияние мощности тока нагрева в интервале 1,0–1,4 кВт при давлениях 5,5-6,5 ГПа и последующего отжига спеченных образцов на их плотность и фазовый состав.

Спекание образцов проводили на прессовой установке ДО137А усилием 5 МН, оснащенной автоматизированной системой контроля режимов спекания КС-5 [2] в аппарате высокого давления «елочка» типа «наковальни с углублениями» в течение 30 с [3]. Отжиг полученных образцов проводили в муфельной печи SNOL 6.7/1300

при температурах 200 и 500 ° С в течение 4 часов. Результаты исследований представлены на рис. 1-2 и в табл. 1.

На рис. 1 представлены дифрактограммы исходного порошка и образцов, спечённых при различной мощности тока нагрева.

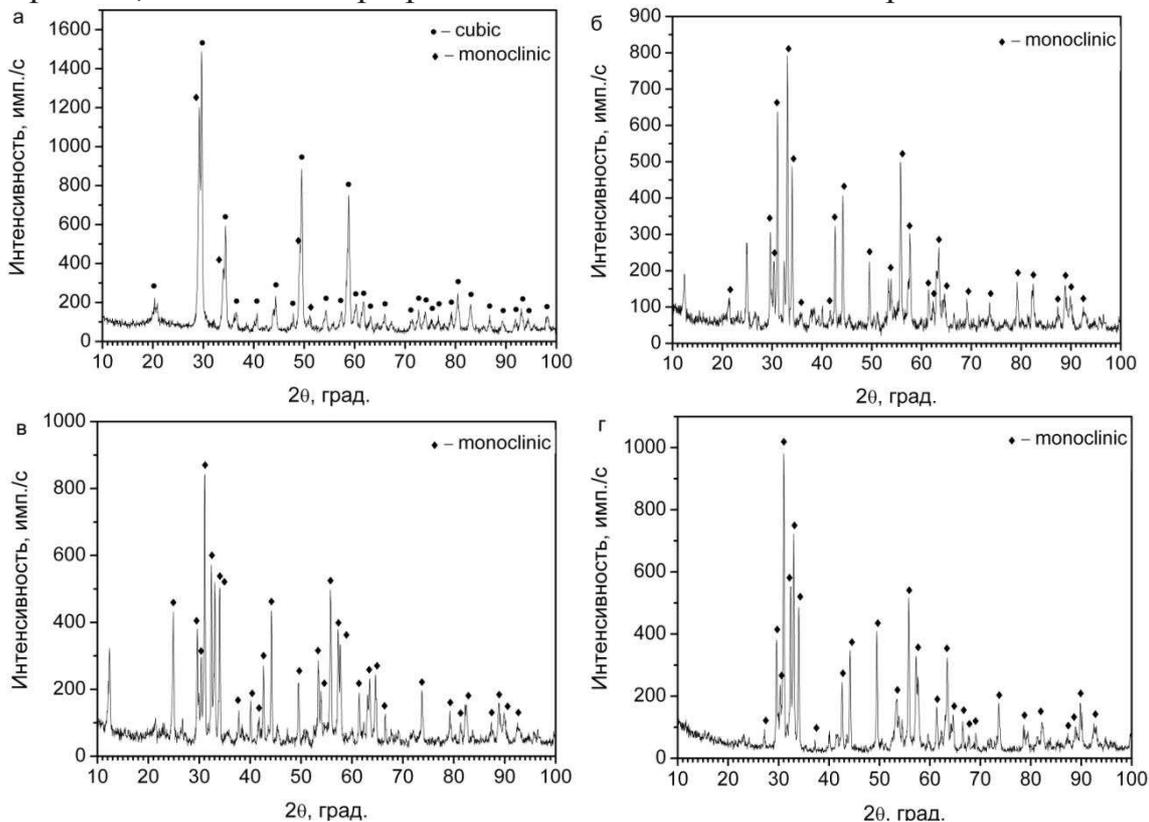


Рис 1. Дифрактограммы исходного порошка  $\text{Lu}_2\text{O}_3-1 \text{ ат. \% Eu}_2\text{O}_3$  (а) и образцов, спеченных при различной мощности тока нагрева: б – 1,0 кВт; в – 1,2 кВт; г – 1,4 кВт.

Рентгенофазовый анализ исходного порошка показал наличие двух модификаций оксида лутеция - кубической и моноклинной (рис. 1 а) с преобладанием кубической фазы. Все спеченные образцы содержат только моноклинную модификацию  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ , что свидетельствует о полиморфном превращении в оксиде лутеция при воздействии высокого давления (5,5-6,5 ГПа) и высокой температуры (рис. 1 б-г).

На рис. 2 представлены дифрактограммы керамических образцов после отжига при различной температуре. Результат рентгенофазового анализа образцов после отжига при 200 ° С свидетельствует о частичном превращении моноклинной фазы в кубическую (рис. 2). Отжиг при 500 ° С приводит к более высокому содержанию кубической фазы (рис. 2 в, табл. 1), однако образец не сохраняет свое состояние и рассыпается в порошок.

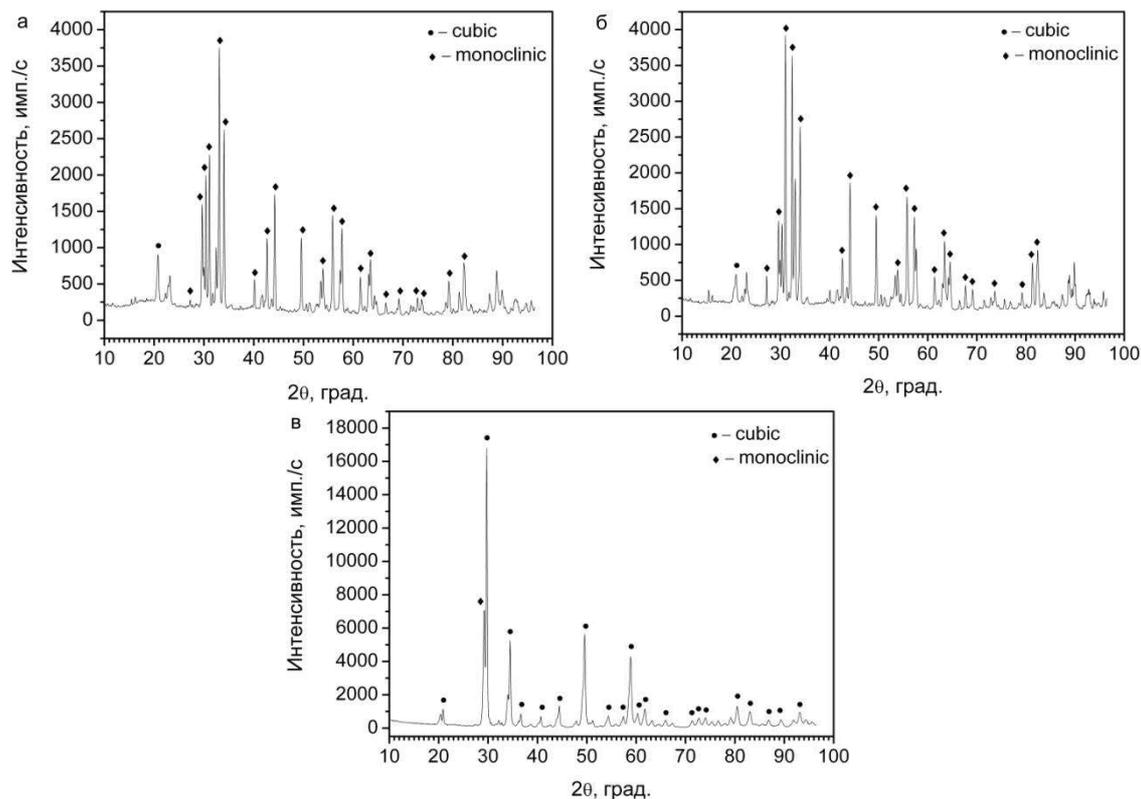


Рис 2. Дифрактограммы образцов  $\text{Lu}_2\text{O}_3-1$  ат. %  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ , спеченных при различной мощности тока нагрева, после отжига: а - 1,0 кВт,  $200^\circ\text{C}$ ; б - 1,2 кВт,  $200^\circ\text{C}$ ; в - 1,4 кВт,  $500^\circ\text{C}$ .

Установлена немонотонная зависимость плотности от мощности тока нагрева (табл. 1) с максимальным значением  $9,74$  г/см<sup>3</sup> (95,0 %) при мощности 1,2 кВт.

Таблица 1 – Плотность и фазовый состав образцов до и после отжига

№ п/п	Параметры получения образца	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Содержание кубической фазы, %		Вид образца после отжига, температура отжига
			После спекания	После отжига	
1.	Исходный порошок	9,78	55,3	-	-
2.	5,5 ГПа, 1,0 кВт	9,54	0	19,4	Без изменения, $200^\circ\text{C}$
3.	6,5 ГПа, 1,2 кВт	9,74	0	13,0	Без изменения, $200^\circ\text{C}$
4.	6,5 ГПа, 1,4 кВт	9,52	0	70,3	Порошок, $500^\circ\text{C}$

После отжига при 200 ° С для более плотных образцов содержание моноклинной фазы выше. Образцы сохраняют свою форму. При более высокой температуре отжига 500 ° С, содержание кубической фазы значительно повышается, но образец рассыпается в порошок.

Таким образом, в работе показана возможность получения керамических образцов  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ –1 ат. %  $\text{Eu}_2\text{O}_3$  методом спекания под высоким давлением 5,5-6,5 ГПа. Изучено влияние мощности тока нагрева и последующего отжига спеченных образцов на их плотность и фазовый состав. Зависимость плотности спеченных образцов немонотонная с максимумом 9,74 г/см<sup>3</sup> при 1,2 кВт.

Установлено, что независимо от режимов спекания образцов, происходит полное фазовое превращение кубической фазы в моноклинную. Увеличение мощности тока нагрева не влияет на содержание моноклинной фазы в полученных образцах. Последующий отжиг при более высокой температуре (500 ° С) способствует обратному превращению моноклинной фазы в кубическую в большей степени, чем отжиг при 200 ° С, однако образец изменяет свое состояние и рассыпается в порошок.

В результате этих исследований в дальнейшем планируется изучение микроструктуры и оптических свойств полученной керамики.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Kopylov Y.L., Kravchenko V.B., Dulina N.A., Lopin A.V., Parkhomenko S.V., Tolmachev A.V., Yavetskiy R.P., Zelenskaya O.V. Fabrication and characterization of  $\text{Eu}^{3+}$ -doped  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  scintillation ceramics. *Optical Materials*, 2013, 35(4), 812–816.
2. Urbanovich V.S., Shkatulo G.G. Computerized System for the Sintering of Nanoceramics at High Pressures // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 2003, Vol. 42, № 1/2, 19-23.
3. Мазуренко А.М. Устройство для физико-химических исследований при высоких давлениях и температурах // *Эксперимент и техника высоких газовых и твердофазовых давлений*. М.: Наука, 1978. – С. 144-147.