

## ВПЛИВ ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ВІДПАЛУ НА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ЕВТЕКТИКИ $\text{Al}_2\text{O}_3$ –YAG, ЩО АКТИВОВАНА ЦЕРІЄМ

*Сірик Ю.В., Волошин О.В., Вовк О.М., Гринь Л.О., Романенко А.О.,  
Баранов В.В., Ніжанковський С.В.*

Інститут монокристалів НАН України, [lab15oxydal@gmail.com](mailto:lab15oxydal@gmail.com)

Евтектичні композити на основі тугоплавких оксидів  $\text{Al}_2\text{O}_3$  та  $\text{Re}_2\text{O}_3$  ( $\text{Re} = \text{Y}, \text{Er}, \text{Gd}$ ) викликають значний інтерес в якості конструкційного матеріалу завдяки своїм механічним характеристикам при підвищених температурах [1]. В останні роки також було показано, що евтектика на основі корунду та ітрій-алюмінієвого гранату  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , яка активована іонами церію  $\text{Ce}^{3+}$  ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce) перспективна для застосування в якості люмінесцентних конвертерів для потужних джерел білого світла [2]. Експлуатаційні характеристики таких джерел окрім оптико-люмінесцентних та світлотехнічних параметрів конвертерів суттєво залежать від теплофізичних та механічних властивостей евтектики  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce.

Метою роботи було визначення механічних характеристик евтектики  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce, що вирошена методом горизонтальної спрямованої кристалізації (ГСК) та дослідження впливу вмісту домішки церію і високотемпературного відпалу в середовищах з різним окислювально-відновним потенціалом.

Кристалізацію евтектичних композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce проводилось на установці «Горизонт-3» в молібденовому тиглі та захисному відновному середовищі ( $\text{Ar}, \text{CO}, \text{H}_2$ ) при загальному тиску в кристалізаційній камері  $1,3 \times 10^5$  Па, при температурі розплаву  $\sim 1925$  °C та швидкості витягування 30 мм/год. В якості сировини використовувалась шихта 81.5 мол.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (99.999%) та 18.5 мол.%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (99.999%) з додаванням  $\text{CeO}_2$  до концентрації Ce 0 ат.%, 0.25 ат.%, та 0.5 ат.%. Після кристалізації злитки охолоджувались до 1000 °C протягом 12 год., а потім до кімнатної температури протягом 24 год.

Було отримано злитки евтектичних композитів розміром  $30 \times 25 \times 70$  мм<sup>3</sup> (рис. 1).



**Рис. 1** Вигляд злитків  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce в тиглі, з яких виготовлялись зразки:  
а) – 1 (без Ce),  
б) – 2 (0.25 ат.% Ce),  
в) – 3 (0.5 ат.% Ce)

(кольорову версію рисунку див. в електронній версії збірника)

Мікротвердість та тріщиностійкість визначались за стандартними методиками на основі інденування поверхні зразків за методом Віккерса. Встановлено, що механічні властивості евтектичних композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce суттєво залежать від концентрації іонів церію. Підвищення концентрації іонів  $\text{Ce}^{3+}$  призводить до зменшення значень мікротвердості та коефіцієнта тріщиностійкості (таб. 1).

Частина зразків композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce була піддана послідовному відпалу в окисній атмосфері (на повітрі) при температурах 1200 °C, а потім 1500 °C (таб. 2), а інша частина відпалювалась у відновній атмосфері при температурі 1700 °C (таб. 3).

Порівняння результатів послідовного відпалу в окисному середовищі вказує, що найбільший вплив на механічні характеристики евтектичних композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG:Ce має перший відпал при 1200 °C, який привів до збільшення значень мікротвердості на 5%, 6%,

9% та коефіцієнта тріщиностійкості на 8%, 50%, 70%, для концентрацій Ce 0 ат.%, 0.25 ат.%, 0.5 ат.%, відповідно. Наступний відпал цих зразків при  $T=1500\text{ }^{\circ}\text{C}$  призвів до збільшення мікротвердості лише на 1-3%, а коефіцієнт тріщиностійкості збільшився на 3% для чистого композиту та зменшився на 7% і 3% для композитів з концентрацією Ce 0.25 ат.% та 0.5 ат.% в порівнянні з попереднім відпалом. Таке зменшення  $K_{IC}$  в присутності церію при підвищенні температури може бути пов'язано з окисненням іонів  $\text{Ce}^{3+}$  до стану  $\text{Ce}^{4+}$ .

При відпалі зразків композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$  з різною концентрацією Ce у відновлюваній атмосфері при температурі  $1700\text{ }^{\circ}\text{C}$  відбувається збільшення мікротвердості на 10, 30, 40% та коефіцієнта тріщиностійкості на 16%, 40%, 80% для концентрацій Ce 0 ат.%, 0.25 ат.%, 0.5 ат.%, відповідно, та досягає значення  $\sim 3.4\text{ MPa/m}^2$ , що порівняно до  $K_{IC}$  для неактивованої евтектики. В даних умовах відпалу навпаки відбуваються відновні процеси та перехід іонів до стану  $\text{Ce}^{3+}$ .

Встановлені залежності механічних властивостей  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$  від концентрації церію та умов відпалу свідчать, що окрім високотемпературної релаксації кристалічних ґраток корунду та гранату в присутності церію, трансформацій на межфазній межі, мікротріщин та ін., також можуть бути обумовлені перетвореннями зарядового стану іонів  $\text{Ce}^{3+} \leftrightarrow \text{Ce}^{4+}$ .

Таким чином в роботі показано, що високотемпературний відпал евтектичних композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$  в середовищах з різним окисно-відновним потенціалом є ефективним методом для покращення механічних характеристик цих композитів.

**Таблиця 1**

Механічні властивості композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ , що отримані методом ГСК

Склад	Мікротвердість, ( $H_v$ , GPa)	Коефіцієнт тріщиностійкості, ( $K_{IC}$ , $\text{MPa/m}^2$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$	15.9	3.1
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ (Ce 0.25 ат.%)	12.59	2.2
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ (Ce 0.5 ат.%)	11.6	1.8

**Таблиця 2**

Механічні властивості композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$  після послідовного відпалу в окисній атмосфері

Склад	Мікротвердість ( $H_v$ , GPa)		Коефіцієнт тріщиностійкості ( $K_{IC}$ , $\text{MPa/m}^2$ )	
	1200 $^{\circ}\text{C}$	1500 $^{\circ}\text{C}$	1200 $^{\circ}\text{C}$	1500 $^{\circ}\text{C}$
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$	16.7	16.9	3.35	3.46
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ (Ce 0.25 ат.%)	13.4	13.8	3.37	3.12
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ (Ce 0.5 ат.%)	12.7	12.95	3.05	2.96

**Таблиця 3**

Механічні властивості композитів  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$  після відпалу у відновній атмосфері

Склад	Мікротвердість ( $H_v$ , GPa)	Коефіцієнт тріщиностійкості ( $K_{IC}$ , $\text{MPa/m}^2$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$	18.05	3.6
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ (Ce 0.25 ат.%)	13.3	3.09
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ (Ce 0.5 ат.%)	12.9	3.37

1. Nie Y., Zhang M., Liu Y., Zhao Y. Microstructure and mechanical properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$  eutectic ceramic grown by horizontal directional solidification method // Journal of Alloys and Compounds – 2016. – 657. – P. 184-191

2. Liu Y., Zhang M., Nie Y., Zhang J., Wang J. Growth of  $\text{YAG:Ce}^{3+}\text{-Al}_2\text{O}_3$  eutectic ceramic by HDS method and its application for white LEDs // Journal of the European Ceramic Society – 2017. – 37, 15. – P. 4931-4937.