



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 108610038 B

(45) 授权公告日 2020.10.27

(21) 申请号 201810492985.2

C04B 35/48 (2006.01)

(22) 申请日 2018.05.22

C04B 35/64 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 108610038 A

(56) 对比文件

CN 102311258 A, 2012.01.11

CN 102910899 A, 2013.02.06

(43) 申请公布日 2018.10.02

CN 101551194 A, 2009.10.07

(73) 专利权人 江苏师范大学
地址 221000 江苏省徐州市铜山区上海路
101号

US 6703780 B2, 2004.03.09

CN 1278064 A, 2000.12.27

CN 101905481 A, 2010.12.08

(72) 发明人 张乐 蒋志刚 顾灵诚 姚庆
周天元 高光珍 王骋 陈浩

审查员 白姝琼

(74) 专利代理机构 南京经纬专利商标代理有限公司 32200

代理人 楼高潮

(51) Int. Cl.

C04B 35/44 (2006.01)

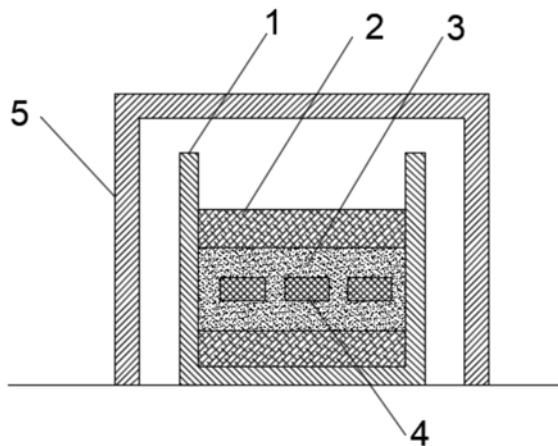
权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,该方法包括向钇离子和铝离子的混合溶液中泵入碳酸氢铵溶液,经过陈化、洗涤、干燥、过筛得到前驱体,再经煅烧、球磨、过筛、干压成型、冷等静压得到YAG素坯后,将YAG素坯按照氧化锆粉体—YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体—氧化锆粉体的排列方式进行包埋,然后依次经过真空烧结与研磨抛光处理,最终获得YAG透明陶瓷。本发明在真空烧结时氧化锆粉体可向YAG粉体与YAG素坯提供氧离子,可有效抑制在烧结阶段中YAG陶瓷内部氧空位的产生,以防止YAG透明陶瓷透过率的下降,且省略了退火步骤,更加节能环保。



1. 一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,它包括以下步骤:

1) 制备前驱体:配制浓度为0.1~0.3 mol/L的硝酸钇溶液,向硝酸钇溶液中加入十二水合硫酸铝铵晶体,搅拌均匀,形成混合溶液,其中钇离子与铝离子的摩尔比为3:5;在搅拌状态下用蠕动泵将浓度为1.5~2 mol/L的碳酸氢铵溶液泵送至混合溶液中;监测反应体系的pH值,当pH值达到8.0~8.2时,停止泵送和搅拌,将反应体系静置陈化12~24 h,对陈化后的前驱体依次进行洗涤、抽滤、干燥处理,得到前驱体粉末;

2) 煅烧:将步骤1)得到的前驱体粉末进行过筛处理,过筛后放入马弗炉中于1100~1300 °C 煅烧2~4 h,得到纳米YAG粉体;

3) 球磨:向步骤2)得到的纳米YAG粉体中加入0.4~0.6 wt.%的正硅酸乙酯,再加入无水乙醇与氧化铝磨球,进行球磨混合得到浆料,将浆料干燥后进行过筛处理;

4) 成型:将步骤3)过筛后的粉体放入模具中,采用干压法成型出圆形YAG素坯,随后进行冷等静压处理;

5) 烧结:将步骤4)得到的YAG素坯置于马弗炉中进行素烧,去除残留有机物;再将素烧后的YAG素坯置于钨坩埚A(1)中,按照氧化锆粉体—YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体—氧化锆粉体的排列方式进行包埋;包埋结束后,在钨坩埚A(1)上方倒扣口径略大的钨坩埚B(5),然后放入真空烧结炉中进行真空烧结;

6) 研磨抛光:将真空烧结后的陶瓷片进行双面研磨抛光至1~3 mm,得到YAG透明陶瓷。

2. 根据权利要求1所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,步骤(1)中泵送碳酸氢铵溶液时,泵送速率为1~6 mL/min,搅拌速度为300~500 rpm。

3. 根据权利要求1或2所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,步骤(1)中所述洗涤是先用去离子水洗2~4次,再用无水乙醇洗2~4次;所述干燥温度为40~60 °C,干燥时间为12~36 h。

4. 根据权利要求1或2所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,步骤(2)中过筛使用筛网规格为100~200目,过筛次数为3~5次。

5. 根据权利要求1或2所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,步骤(3)中所述球磨转速为160~200 rpm,球磨时间为12~24 h,所述干燥温度为40~60 °C,干燥时间为12~36 h,筛网规格为100~200目,过筛次数为3~5次。

6. 根据权利要求1或2所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,步骤(4)中所述干压压力为25~35 MPa,保压时间为1~3 min,圆形YAG素坯的直径为16~30 mm;所述冷等静压的压力为200~240 Mpa,保压时间为4~8 min。

7. 根据权利要求1或2所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,步骤(5)中所述素烧温度为800~900 °C,素烧时间为5~8 h;真空烧结炉内的真空度为 1.0×10^{-5} ~ 1.0×10^{-3} Pa,真空烧结温度为1760~1800 °C,烧结时间为8~20 h。

8. 根据权利要求1或2所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,步骤(5)中包埋时氧化锆粉体层(2)与YAG素坯(4)的厚度比为1.0~3.0, YAG粉体层(3)与YAG素坯(4)的厚度比为3.0~4.0。

9. 根据权利要求1或2所述的一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,其特征在于,所述钨坩埚B(5)的内径是钨坩埚A(1)的外径的1.2~2.0倍。

一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法

技术领域

[0001] 本发明属于透明陶瓷制备技术领域,具体涉及一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法。

背景技术

[0002] YAG透明陶瓷具有强度大、耐热性好、耐腐蚀性强的特点,且对可见光和红外光均有良好的透过性,这些性质使得YAG透明陶瓷可应用于高压气体灯管、高温窗口材料、激光陶瓷、闪烁陶瓷等领域。因此,制备YAG透明陶瓷具有广阔的应用前景,是材料科学研究的热点之一。

[0003] 在传统的透明陶瓷制备过程中,最常用的烧结方式为真空烧结。真空烧结相对于其他烧结方式(如热等静压、放电等离子烧结)具有效率高、节能等特点。但是,在真空烧结过程中也存在许多问题,比如YAG透明陶瓷真空烧结后会颜色发灰。原因主要是因为真空烧结过程中,由于真空炉内为缺氧条件,因此,YAG陶瓷中的氧离子将会逸出,从而产生氧空位。针对这个问题,以往研究者往往在真空烧结后对YAG陶瓷进行长时间(10h以上)空气或者氧气气氛退火,以此消除氧空位。但是,在退火后,由于残留在陶瓷内部的碳、硫等杂质会在退火阶段被排除,从而留下了一些纳米孔隙,这些孔隙会严重降低透明陶瓷的透过率。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,真空烧结后YAG陶瓷没有颜色发灰现象,陶瓷的透过率显著提高,且不需要进行后续退火。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0006] 一种氧化锆与YAG粉体双层包埋烧结制备YAG透明陶瓷的方法,它包括以下步骤:

[0007] 1) 制备前驱体:配制浓度为0.1~0.3mol/L的硝酸钇溶液,向硝酸钇溶液中加入十二水合硫酸铝铵晶体,搅拌均匀,形成混合溶液,其中钇离子与铝离子的摩尔比为3:5;在搅拌状态下用蠕动泵将浓度为1.5~2mol/L的碳酸氢铵溶液泵送至混合溶液中;监测反应体系的pH值,当pH值达到8.0~8.2时,停止泵送和搅拌,将反应体系静置陈化12~24h,对陈化后的前驱体依次进行洗涤、抽滤、干燥处理,得到前驱体粉末;

[0008] 2) 煅烧:将步骤1)得到的前驱体粉末进行过筛处理,过筛后放入马弗炉中于1100~1300℃煅烧2~4h,得到纳米YAG粉体;

[0009] 3) 球磨:向步骤2)得到的纳米YAG粉体中加入0.4~0.6wt.%的正硅酸乙酯,再加入无水乙醇与高纯氧化铝磨球,进行球磨混合得到浆料,将浆料干燥后进行过筛处理;

[0010] 4) 成型:将步骤3)过筛后的粉体放入模具中,采用干压法成型出圆形YAG素坯,随后进行冷等静压处理;

[0011] 5) 烧结:将步骤4)得到的YAG素坯置于马弗炉中进行素烧,去除残留有机物;再将素烧后的YAG素坯置于钨坩埚A中,按照氧化锆粉体—YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体—氧化

锆粉体的排列方式进行包埋;包埋结束后,在钨坩埚A上方倒扣口径略大的钨坩埚B,以防止粉体被机械泵或者分子泵抽走,然后放入真空烧结炉中进行真空烧结;

[0012] 6) 研磨抛光:将真空烧结后的陶瓷片进行双面研磨抛光至1~3mm,得到YAG透明陶瓷。

[0013] 优选的,步骤(1)中泵送碳酸氢铵溶液时,泵送速率为1~6mL/min,搅拌速度为300~500rpm。

[0014] 优选的,步骤(1)中所述洗涤是先用去离子水洗2~4次,再用无水乙醇洗2~4次;所述干燥温度为40~60℃,干燥时间为12~36h。

[0015] 优选的,步骤(2)中过筛使用筛网规格为100~200目,过筛次数为3~5次。

[0016] 优选的,步骤(3)中所述球磨转速为160~200rpm,球磨时间为12~24h,所述干燥温度为40~60℃,干燥时间为12~36h,所述筛网规格为100~200目,过筛次数为3~5次。

[0017] 优选的,步骤(4)中所述干压压力为25~35MPa,保压时间为1~3min,圆形YAG素坯的直径为16~30mm;所述冷等静压的压力为200~240Mpa,保压时间为4~8min。

[0018] 优选的,步骤(5)中所述素烧温度为800~900℃,素烧时间为5~8h;真空烧结炉内的真空度为 $1.0 \times 10^{-5} \sim 1.0 \times 10^{-3}$ Pa,真空烧结温度为1760~1800℃,烧结时间为8~20h。

[0019] 优选的,步骤(5)中包埋时氧化锆粉体层与YAG素坯的厚度比为1.0~3.0,YAG粉体层与YAG素坯的厚度比为3.0~4.0。

[0020] 优选的,所述钨坩埚B的内径是钨坩埚A的外径的1.2~2.0倍。

[0021] 本发明采用共沉淀法制备YAG透明陶瓷,在真空烧结阶段,采用氧化锆与YAG双层粉体包埋陶瓷素坯,从而抑制氧空位的产生,提高YAG陶瓷的光学质量。

[0022] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0023] (1) 在真空烧结阶段,采用一定比例的氧化锆与YAG粉体,将素坯按照氧化锆粉体—YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体—氧化锆粉体方式进行包埋,然后在真空烧结炉中进行真空烧结。由于在真空烧结时氧化锆粉体可向YAG粉体与YAG素坯提供氧离子,故可有效抑制在烧结阶段中氧空位的产生,以防止YAG陶瓷透过率下降。

[0024] (2) 由于在真空烧结阶段抑制了氧空位的产生,因此不需要传统的退火工艺,减少了由于留在陶瓷中的碳、硫等杂质在退火过程中被排除而留下的纳米孔隙的产生。且由于省略了退火这一步骤,更加节能环保,对YAG陶瓷的批量化生产具有极大的推动作用。

附图说明

[0025] 图1为本发明的装置图;

[0026] 图2为本发明对比例的装置图。

[0027] 图中,1-钨坩埚A,2-氧化锆粉体层,3-YAG粉体层,4-YAG素坯,5-钨坩埚B。

[0028] 图3为本发明实施例1得到的透明陶瓷样品图。

[0029] 图中,(a)为真空烧结后的透明陶瓷样品,(b)为直接研磨抛光后的透明陶瓷样品。

[0030] 图4为本发明对比例得到的透明陶瓷样品图。

[0031] 图中,(a)为真空烧结后的透明陶瓷样品,(b)为退火、研磨抛光后的透明陶瓷样品。

具体实施方式

[0032] 下面结合附图和具体实例对本发明作进一步说明,但不应以此限制本发明的保护范围。

[0033] 实施例1:d(ZrO₂):d(YAG素坯)=1.0制备YAG透明陶瓷

[0034] 向容器中倒入Y(NO₃)₃·6H₂O晶体,加去离子水稀释成Y(NO₃)₃溶液,Y³⁺溶液浓度为0.1mol/L,向硝酸钪溶液中加入NH₄Al(SO₄)₂·12H₂O晶体,保证Y³⁺与Al³⁺摩尔比为3:5,用搅拌器搅拌均匀,搅拌速度为300rpm,形成混合溶液;在搅拌状态下用蠕动泵将浓度为1.5mol/L的NH₄HCO₃泵送至混合溶液中,沉淀剂泵送到混合溶液的方式为喷入,泵送速率为1mL/min;用pH计测量反应体系的pH值,当pH值达到8.0时,停止泵送和搅拌,将反应体系静置陈化12h。对陈化后的前驱体先用去离子水洗2遍,再用无水乙醇洗2遍,抽滤结束后将得到的前驱体放入烘箱中干燥,干燥温度为40℃,干燥时间为12h。

[0035] 将干燥后的前驱体粉末进行过筛处理,筛网规格为100目,过筛5次。过筛后放入马弗炉中于1100℃煅烧2h,得到纳米YAG粉体。

[0036] 将煅烧好的粉体中加入0.4wt.%的TEOS,再加入无水乙醇与高纯氧化铝磨球,进行球磨混合,球磨转速为160rpm,球磨时间为12h。随后将浆料放入烘箱中干燥,干燥温度为40℃,干燥时间为12h,然后进行过筛处理,筛网规格为100目,过筛5次。

[0037] 将所得粉体进行干压成型,干压压力为25MPa,保压时间为1min,压为直径为16mm的圆生素坯。随后进行冷等静压处理,冷等静压的压力为200Mpa,保压时间为4min。

[0038] 将素坯置于马弗炉中于800℃素烧5h,去除残留有机物;如图1所示,将素烧后的素坯放置在钨坩埚A1中,按照氧化锆粉体—YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体—氧化锆粉体方式进行包埋,其中包层采用的氧化锆粉体层2与YAG素坯4的厚度比为1.0,YAG粉体层3与YAG素坯4的厚度比为3.0。钨坩埚A1上方倒扣一个口径略大的钨坩埚B5,以防止粉体被机械泵或者分子泵抽走,其中,钨坩埚B5内径是钨坩埚A1外径的1.2倍。然后将其放置在真空烧结炉中进行真空烧结,真空烧结炉内的真空度为 1.0×10^{-5} Pa,真空烧结温度为1760℃,烧结时间为20h。由于在真空烧结过程中,氧化锆粉体可向YAG粉体及YAG素坯提供氧离子,可有效抑制陶瓷中氧空位的产生。因此,真空烧结后的YAG透明陶瓷不会产生颜色发灰的现象,不需要采取进一步退火,透明陶瓷的高光学质量可得到保证。图3(a)为真空烧结后的YAG透明陶瓷样品,由图可见真空烧结后样品无发灰现象,说明在真空烧结阶段陶瓷内部几乎无氧空位产生,不需要采取进一步退火。

[0039] 将真空烧结后的陶瓷片直接进行双面研磨抛光至1mm,得到YAG透明陶瓷。图3(b)为抛光后的YAG透明陶瓷样品,可见透明陶瓷内部几乎没有散射点,光学质量高。

[0040] 实施例2:d(ZrO₂):d(YAG素坯)=2.0制备YAG透明陶瓷

[0041] 向容器中倒入Y(NO₃)₃·6H₂O晶体,加去离子水稀释成Y(NO₃)₃溶液,Y³⁺溶液浓度为0.2mol/L,向硝酸钪溶液中加入NH₄Al(SO₄)₂·12H₂O晶体,保证Y³⁺与Al³⁺摩尔比为3:5,用搅拌器搅拌均匀,搅拌速度为400rpm,形成混合溶液;在搅拌状态下用蠕动泵将浓度为1.8mol/L的NH₄HCO₃泵送至混合溶液中,沉淀剂泵送到硝酸钪溶液的方式为喷入,泵送速率为2mL/min;用pH计测量反应体系的pH值,当pH值达到8.1时,停止泵送和搅拌,将反应体系静置陈化16h。对陈化后的前驱体先用去离子水洗3遍,再用无水乙醇洗3遍,抽滤结束后将得到的前驱体放入烘箱中干燥,干燥温度为50℃,干燥时间为24h。

[0042] 将干燥后的前驱体粉末进行过筛处理,筛网规格为150目,过筛4次。过筛后放入马弗炉中于1200℃煅烧3h,得到纳米YAG粉体。

[0043] 将煅烧好的粉体中加入0.5wt.%的TEOS,再加入无水乙醇与高纯氧化铝磨球,进行球磨混合,球磨转速为180rpm,球磨时间为20h。随后将浆料放入烘箱中干燥,干燥温度为50℃,干燥时间为20h,然后进行过筛处理,筛网规格为150目,过筛4次。

[0044] 将所得粉体进行干压成型,干压压力为30MPa,保压时间为2min,压为直径为20mm的圆形素坯。随后进行冷等静压处理,冷等静压的压力为220Mpa,保压时间为5min。

[0045] 将素坯置于马弗炉中于850℃素烧6h,去除残留有机物;如图1所示,将素烧后的素坯放置在钨坩埚A1中,按照氧化锆粉体—YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体—氧化锆粉体方式进行包埋,其中包层采用的氧化锆粉体层2与YAG素坯4的厚度比为2.0,YAG粉体层3与YAG素坯4的厚度比为3.5。钨坩埚A1上方倒扣一个口径略大的钨坩埚B5,以防止粉体被机械泵或者分子泵抽走,其中,钨坩埚B5内径是钨坩埚A1外径的1.5倍。然后将其放置在真空烧结炉中进行真空烧结,真空烧结炉内的真空度为 1.0×10^{-4} Pa,真空烧结温度为1780℃,烧结时间为16h。由于在真空烧结过程中,氧化锆粉体可向YAG粉体及YAG素坯提供氧离子,可有效抑制陶瓷中氧空位的产生。因此,真空烧结后的YAG透明陶瓷无颜色发灰现象,不需要采取进一步退火,透明陶瓷的高光学质量得以保证。

[0046] 将真空烧结后的陶瓷片进行双面研磨抛光至1.2mm,得到YAG透明陶瓷。

[0047] 实施例3:d(ZrO₂):d(YAG素坯)=3.0制备YAG透明陶瓷

[0048] 向容器中倒入Y(NO₃)₃·6H₂O晶体,加去离子水稀释成Y(NO₃)₃溶液,Y³⁺溶液浓度为0.3mol/L,向硝酸钇溶液中加入NH₄Al(SO₄)₂·12H₂O晶体,保证Y³⁺与Al³⁺摩尔比为3:5,用搅拌机搅拌均匀,搅拌速度为500rpm,形成混合溶液;在搅拌状态下用蠕动泵将浓度为2mol/L的NH₄HCO₃泵送至混合溶液中,沉淀剂泵送到硝酸钇溶液的方式为喷入,泵送速率为6mL/min;用pH计测量反应体系的pH值,当pH值达到8.2时,停止泵送和搅拌,将反应体系静置陈化20h。对陈化后的前驱体先用去离子水洗4遍,再用无水乙醇洗4遍,抽滤结束后将得到的前驱体放入烘箱中干燥,干燥温度为60℃,干燥时间为36h。

[0049] 将干燥后的前驱体粉末进行过筛处理,筛网规格为200目,过筛3次。过筛后放入马弗炉中进行1300℃煅烧4h,得到纳米YAG粉体。

[0050] 将煅烧好的粉体中加入0.6wt.%的TEOS,再加入无水乙醇与高纯氧化铝磨球,进行球磨混合,球磨转速为200rpm,球磨时间为24h。随后将浆料放入烘箱中干燥,干燥温度为60℃,干燥时间为36h,后进行过筛处理,筛网规格为200目,过筛3次。

[0051] 将所得粉体进行干压成型,干压压力为35MPa,保压时间为3min,压为直径为30mm的圆形素坯。随后进行冷等静压处理,冷等静压的压力为240Mpa,保压时间为8min。

[0052] 将素坯置于马弗炉中于900℃素烧8h,去除残留有机物;如图1所示,将素烧后的素坯放置在钨坩埚A1中,按照氧化锆粉体—YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体—氧化锆粉体方式进行包埋,其中包层采用的氧化锆粉体层2与YAG素坯4的厚度比为3.0,YAG粉体层3与YAG素坯4的厚度比为4.0。钨坩埚A1上方倒扣一个口径略大的钨坩埚B5,以防止粉体被机械泵或者分子泵抽走,其中,钨坩埚B5内径是钨坩埚A1外径的2.0倍。然后将其放置在真空烧结炉中进行真空烧结,真空烧结炉内的真空度为 1.0×10^{-3} Pa,真空烧结温度为1800℃,烧结时间为20h。由于在真空烧结过程中,氧化锆粉体可向YAG粉体及YAG素坯提供氧离子,可有效抑

制陶瓷中氧空位的产生。因此,真空烧结后的YAG透明陶瓷无颜色发灰现象,不需要采取进一步退火,透明陶瓷的高光学质量得以保证。

[0053] 将真空烧结后的陶瓷片进行双面研磨抛光至3mm,得到YAG透明陶瓷。

[0054] 对比例:单层YAG粉体包埋制备YAG透明陶瓷

[0055] 向容器中倒入 $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 晶体,加去离子水稀释成 $Y(NO_3)_3$ 溶液, Y^{3+} 溶液浓度为0.1mol/L,向硝酸钪溶液中加入 $NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 晶体,保证 Y^{3+} 与 Al^{3+} 摩尔比为3:5,用搅拌器搅拌均匀,搅拌速度为300rpm,形成混合溶液;在搅拌状态下用蠕动泵将浓度为1.5mol/L的 NH_4HCO_3 泵送至混合溶液中,沉淀剂泵送到混合溶液的方式为喷入,泵送速率为1mL/min;用pH计测量反应体系的pH值,当pH值达到8.0时,停止泵送和搅拌,将反应体系静置陈化12h。对陈化后的前驱体先用去离子水洗2遍,再用无水乙醇洗2遍,抽滤结束后将得到的前驱体放入烘箱中干燥,干燥温度为40℃,干燥时间为12h。

[0056] 将干燥后的前驱体粉末进行过筛处理,筛网规格为100目,过筛5次。过筛后放入马弗炉中于1100℃煅烧2h,得到纳米YAG粉体。

[0057] 将煅烧好的粉体中加入0.4wt.%的TEOS,再加入无水乙醇与高纯氧化铝磨球,进行球磨混合,球磨转速为160rpm,球磨时间为12h。随后将浆料放入烘箱中干燥,干燥温度为40℃,干燥时间为12h,然后进行过筛处理,筛网规格为100目,过筛5次。

[0058] 将所得粉体进行干压成型,干压压力为25MPa,保压时间为1min,压为直径为16mm的圆形素坯。随后进行冷等静压处理,冷等静压的压力为200Mpa,保压时间为4min。

[0059] 将素坯置于马弗炉中于800℃素烧5h,去除残留有机物;如图2所示,将素烧后的素坯放置在钨坩埚A1中,按照YAG粉体—YAG素坯—YAG粉体方式进行包埋,其中包层YAG粉体层3与YAG素坯4的厚度比为3.0。钨坩埚A1上方倒扣一个口径略大的钨坩埚B5,以防止粉体被机械泵或者分子泵抽走,其中,钨坩埚B5内径是钨坩埚A1外径的1.2倍。然后将其放置在真空烧结炉中进行真空烧结。真空烧结炉内的真空度为 1.0×10^{-5} Pa,真空烧结温度为1760℃,烧结时间为20h。由于未采用氧化锆粉体进行包埋,在烧结过程中缺少了向YAG素坯提供氧离子的富氧环境,因此,真空烧结后的陶瓷表面会产生颜色发灰的现象,需要采取进一步退火操作。图4(a)为真空烧结后的YAG透明陶瓷样品,可见真空烧结后样品发灰现象很严重,说明陶瓷经过真空烧结后产生了严重的氧空位现象,需要进一步退火。

[0060] 将真空烧结后的陶瓷进行退火处理,退火温度为1450℃,退火时间为10h。退火后将陶瓷片进行双面研磨抛光至1mm,得到YAG透明陶瓷。图4(b)为抛光后的透明陶瓷样品,可见透明陶瓷内部有大量“雾”存在,光学质量不高。这是由于真空烧结后陶瓷中残留的碳、硫等杂质在退火过程中将会被排除,从而产生孔隙,导致光学质量不高。

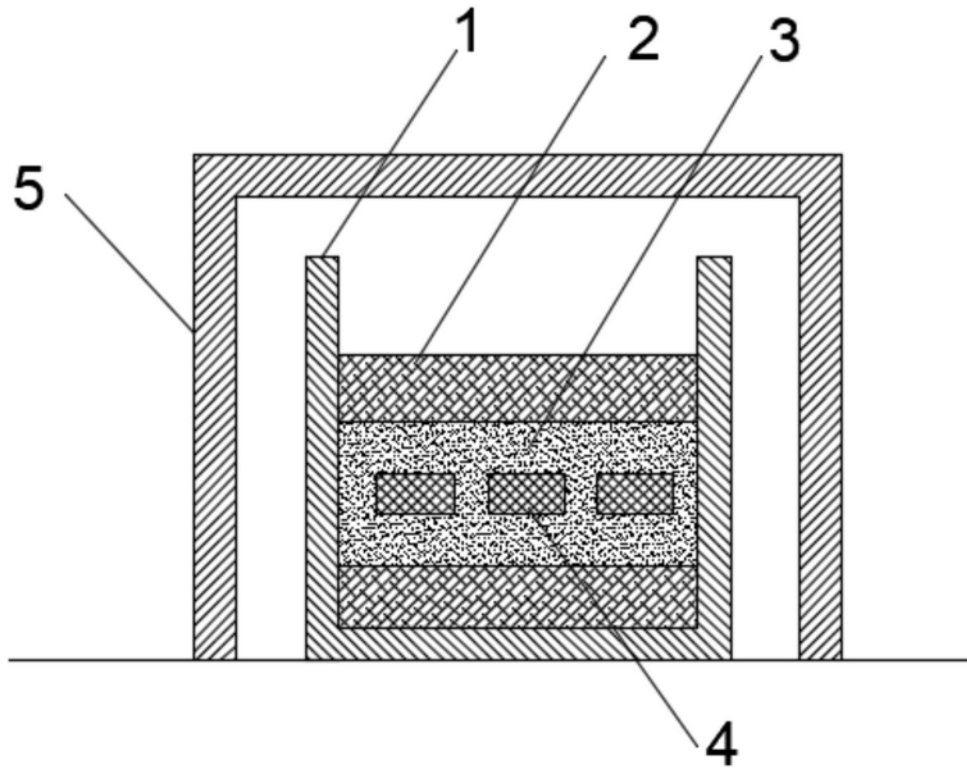


图1

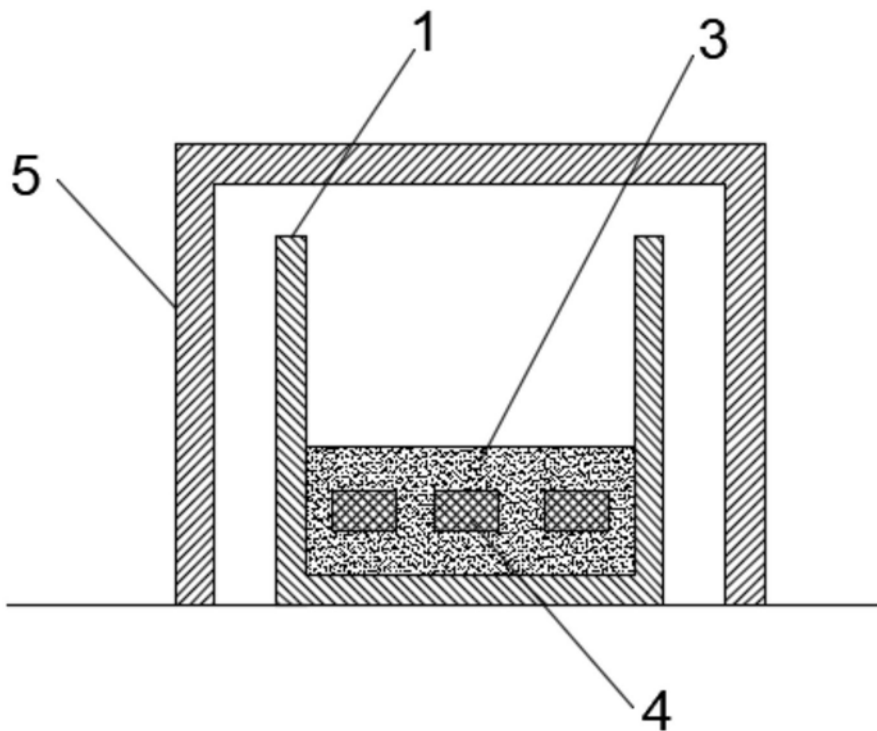


图2

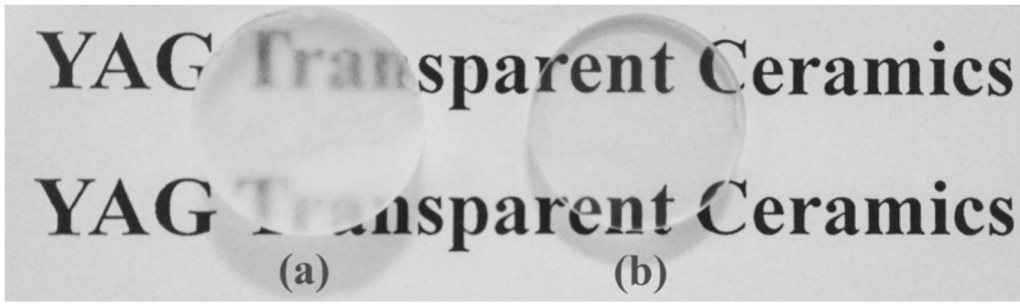


图3

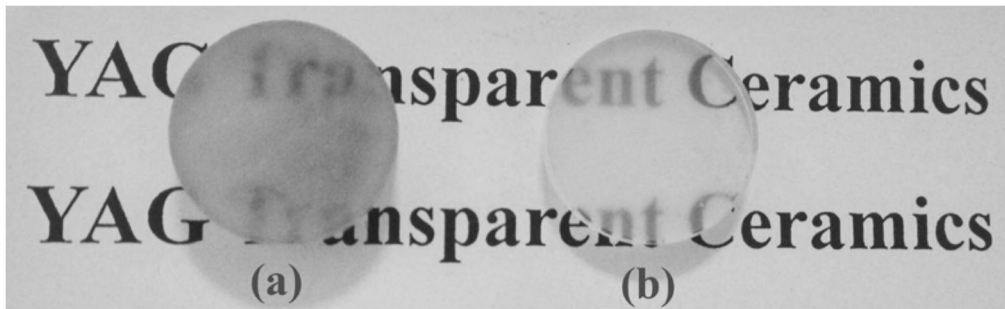


图4