

К. т. н. **И. Б. Опарина** (✉), чл.-корр. РАН **А. Г. Колмаков**

ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения
имени А. А. Байкова РАН», Москва, Россия

УДК 666.3-1:661.862.22

МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ПРОЗРАЧНОЙ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (Обзорная статья)

Проведен анализ основных методов получения прозрачной поликристаллической керамики из Al_2O_3 : горячего прессования, горячего изостатического прессования и искрового плазменного спекания (SPS). В качестве исходного материала для получения прозрачного поликристаллического Al_2O_3 используется порошок $\alpha-Al_2O_3$ высокой чистоты с нано- или субмикронным размером частиц и узким распределением по размерам. Наилучшие оптические и механические результаты могут быть получены методом многоступенчатого спекания с завершающей стадией горячего изостатического прессования. Кроме того, качество Al_2O_3 -керамики улучшают спекающие добавки MgO , Y_2O_3 , La_2O_3 , ZrO_2 .

Ключевые слова: коэффициент пропускания, горячее изостатическое прессование, твердофазное спекание, искровое плазменное спекание, прозрачность, поликристаллическая керамика.

ВВЕДЕНИЕ

К оптическим материалам принято относить однородные материалы, прозрачные для электромагнитных волн спектрального диапазона ультрафиолетового (до 380 нм), видимого (380–780 нм) и инфракрасного (780–2000 нм) излучений: монокристаллы, стекла, поликристаллы (прозрачные керамические материалы), полимерное органическое стекло и т. д. Наибольшее распространение из них получили стекла, но в настоящее время большой интерес вызывает прозрачная поликристаллическая керамика, в первую очередь оксидная [1].

Оксидная керамика характеризуется высокой прочностью, термостойкостью, жаропрочностью, регулируемыми показателями плотности, тепло- и электропроводности, обладает уникальными технологическими и эксплуатационными свойствами. Различный компонентный состав: Al_2O_3 , Y_2O_3 , ZrO_2 , $Y_3Al_5O_{12}$, $MgAl_2O_4$ позволяет создавать материалы с исключительным набором характеристик. Из видов оксидной керамики наиболее изученной и доступной для получения является керамика из Al_2O_3 .

Цель данного обзора — систематизация и обобщение существующих методик, применяе-

мых для получения прозрачной поликристаллической керамики из Al_2O_3 .

ОСНОВНЫЕ СВОЙСТВА И ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ПРОЗРАЧНОЙ Al_2O_3 -КЕРАМИКИ

С получением в 1960 г. поликристаллического прозрачного оксида алюминия [2] и изучением его оптических и механических свойств проявилось много областей его использования. В настоящее время Al_2O_3 является основным материалом керамики для высокотемпературных применений в ближней и средней инфракрасной области спектра.

Мелкозернистая керамика из $\alpha-Al_2O_3$ помимо высокой прочности (до 600–800 МПа), теплопроводности, теплового расширения и высокой температуры плавления [3], достаточно высокого светопропускания, сопоставимого с $MgAl_2O_4$ [4–6] (рис. 1), обладает исключительной коррозионной стойкостью [7].

Al_2O_3 -керамика с субмикронным размером зерен является самым твердым из всех прозрачных ударостойких материалов, $HV 10$ составляет > 20 ГПа [2, 8]. В таблице [8] приведены основные механические характеристики прозрачных материалов: сапфира, шпинели и оксида алюминия. По всем приведенным свойствам лидирует Al_2O_3 , при этом его получение менее затратное. Сочетание этих свойств позволяет изготавливать изделия на основе Al_2O_3 для особых применений: прозрачной брони, обтекателей ракет и оболочек сверхзвуковых управляемых снарядов.



И. Б. Опарина

E-mail: ibo@bk.ru, ioparina@imet.ac.ru

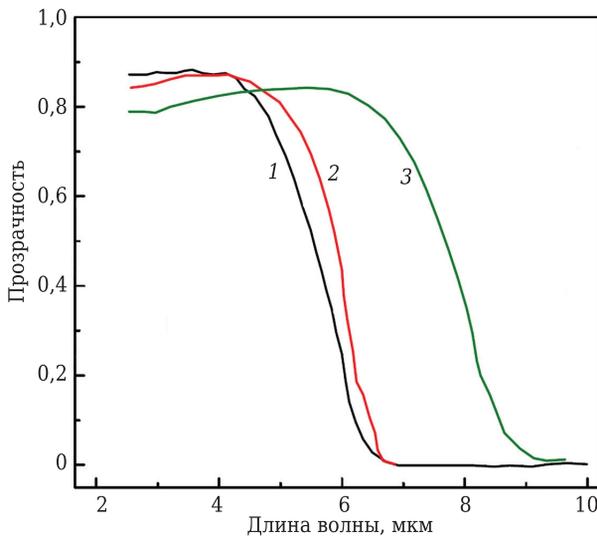


Рис. 1. Зависимости прозрачности от длины волны образцов из Al_2O_3 (1), шпинели $MgAl_2O_4$ (2) и Y_2O_3 (3) [5]

Механические свойства сапфира, оксида алюминия и шпинели [8]

Параметр	Сапфир	Al_2O_3	$MgAl_2O_4$
Модуль Юнга, ГПа	~400	~400	~275
HV_{10} , ГПа	15–16	20,5–21,5	14,5–15,0
Предел прочности при 4-точечном изгибе, МПа	400–600	600–700	200–250
Вязкость разрушения K_{Ic} , МПа $\sqrt{м}$	2,0–2,8	~3,5	~1,8–2,2

ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОЗРАЧНОСТИ КЕРАМИКИ

Рассеяние света в поликристаллической керамике зависит от микроструктуры и происходит путем диффузного рассеяния на границах второй фазы, в том числе на порах или микроструктурных компонентах с различными показателями преломления. В Al_2O_3 тригональной α -модификации дополнительное рассеяние происходит за счет двулучепреломляющего расщепления пучка на границах случайно ориентированных зерен [9].

В качестве характеристики светопропускания, определяющей меру прозрачности материала, часто используют реальный линейный коэффициент пропускания RIT (real in-line transmission) — это безразмерная физическая величина, равная отношению величины светового потока, прошедшего через среду, к величине потока, упавшего на ее поверхность [8, 9]. Величина RIT экспоненциально уменьшается с увеличением толщины образца t :

$$RIT = (1 - R_s) \cdot \exp(-\gamma t),$$

где R_s — потери на отражение; γ — коэффициент полного рассеяния.

Коэффициент полного рассеяния зависит от суммарной величины пор (γ_{pore}) и размера границ зерен (γ_{gb}), на которых происходит лучепре-

ломление и отражение света: $\gamma = \gamma_{pore} + \gamma_{gb}$. Из-за двулучепреломления и трудностей изготовления нанокристаллической Al_2O_3 -керамики прозрачность в области видимого диапазона длин волн ограничена [8].

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ Al_2O_3 -КЕРАМИКИ

Для получения прозрачной поликристаллической Al_2O_3 -керамики применяют разные методы: горячее прессование (ГП), горячее изостатическое прессование (ГИП), искровое плазменное спекание (ИПС, SPS — spark plasma sintering), а также варианты, сочетающие разные методы спекания. Традиционный метод получения прозрачной Al_2O_3 -керамики заключается в спекании при температуре выше 1700 °С в атмосфере водорода [10, 11]. Для уменьшения пористости используют добавки MgO , La_2O_3 , Y_2O_3 [12].

Как и у всех прозрачных керамик оптические свойства Al_2O_3 напрямую связаны с характеристиками исходных порошков [13] и в значительной степени зависят от размера зерна [14] и остаточной пористости [15–19]. При высоких температурах спекания образуется Al_2O_3 -керамика с крупными зернами, что отрицательно отражается на механической прочности и твердости материалов. Более того, увеличение размера зерна более 410 мкм приводит к существенному рассеянию света, вызванному двулучепреломлением, и снижению RIT до 10 % [14].

Высокие показатели светопропускания Al_2O_3 -керамики были достигнуты при использовании метода ГИП. В работах [20, 21] зарегистрированы значения RIT от 51 до 64 % при длине волны $\lambda = 640$ нм на образцах толщиной 0,8 мм с размером зерна 470–580 нм. Максимальная прозрачность Al_2O_3 была достигнута в работе [14] ($RIT = 71$ % для $\lambda = 645$ нм) и работе [3] ($RIT = 72$ % для $\lambda = 640$ нм).

При применении метода ГИП температура спекания Al_2O_3 может быть снижена до 1200–1300 °С, а пористость уменьшена до 0,05 %. В работе [21] описан достаточно простой способ изготовления Al_2O_3 -керамики с почти 100 %-ной относительной плотностью методом ГИП в сочетании с методом формования шликерным литьем и предварительным спеканием. Полученный образец Al_2O_3 толщиной 1 мм с размером зерна около 600 нм имел 60 % прозрачности и остаточную пористость около 0,14 %. Отмечено, что разница между экспериментальными и расчетными значениями прозрачности может быть устранена путем уменьшения показателя преломления на границе двух соседних зерен.

Качественная поликристаллическая Al_2O_3 -керамика была получена методом ГИП с предварительным спеканием без давления [9]. Светопропускание образцов толщиной 0,8 мм составило

70,4 % при длине волны 632,8 нм с теоретическим максимумом в инфракрасном диапазоне длин волн от 2000 до 4000 нм. Порошок Al_2O_3 измельчали в шаровой мельнице с мелющими телами в виде шариков из диоксида циркония. Порошок допировали наночастицами шпинели.

Для достижения высокого качества, т. е. высокой степени прозрачности, мелкозернистой прозрачной керамики используют несколько методов [22–24], в том числе многоступенчатый обжиг [25, 26]. Для получения наноструктурной Al_2O_3 -керамики со средним размером зерен 70 нм и относительной плотностью 95 % использовали двухэтапное спекание [25]. При этом сначала синтезировали порошки $\alpha-Al_2O_3$ со средним размером частиц 10 нм низкой агломерации. Авторы считают, что уплотнение и подавление роста зерен в процессе спекания достигаются за счет разной кинетики зернограничной диффузии и миграции границ зерен. Поэтому на первой стадии спекания достигалась медленная зернограничная диффузия, препятствующая росту зерна на второй стадии спекания, в процессе которой обеспечивалось активное уплотнение материала.

В работе [27] для получения Al_2O_3 с высокой прозрачностью, незначительной пористостью (0,05 %) и размером зерна меньше 1 мкм использовали ступенчатый комбинированный подход. Измельченный порошок термообработывали сначала при 500 °С в азоте, потом при 500–900 °С на воздухе. Спекание проводили в несколько этапов: спекание (обжиг) на воздухе при 1200–1300 °С от 2 до 96 ч, ГИП при той же температуре около 2 ч, обжиг в вакууме при 1150 °С.

Плотная (более 99,5 %), высокопрочная поликристаллическая Al_2O_3 -керамика получена в работе [28]. Порошок $\alpha-Al_2O_3$ с добавлением 0,4 % MnO измельчали в шаровой мельнице в среде этанола в течение 24 ч, затем прессовали в изостате при 200 МПа и спекали при 1200–1400 °С в течение 2 ч. Светопропускание образцов составило 42 % при $\lambda = 600$ нм, предел прочности при испытании на трехточечный изгиб 528 МПа.

Полупрозрачная Al_2O_3 -керамика была получена спеканием на воздухе [29]. В качестве исходного материала использовали порошок $\alpha-Al_2O_3$ высокой чистоты с субмикронным размером частиц и узким распределением их по размеру. Порошок диспергировали и стабилизировали в суспензии на водной основе. Применяв контролируемое спекание с последующим обжигом на воздухе при 1275 °С, получили однородные образцы со средним размером зерна 0,4 мкм. Коэффициент пропускания полученных образцов при $\lambda = 300$ –450 нм был сопоставим с результатом испытаний коммерческих поликристаллических образцов.

Полупрозрачные образцы из Al_2O_3 -керамики с малым размером зерна получали без прессова-

ния с предварительным формованием и последующим спеканием в среде водорода [30]. Для получения особо качественного исходного сырья проведена предварительная обработка порошка стеариновой кислотой с длительным помолом в шаровой мельнице. Образец (30–50 мм) получен без существенных пор с высоким прямым светопропусканием по сравнению с другими технологиями без прессования, ранее описанными в литературе.

В работе [31], в отличие от традиционных подходов, стеариновую кислоту вводили не только в процессе смешивания порошка в шаровой мельнице, но и в процессе предварительной обработки порошков. В результате стеариновая кислота равномерно покрывала поверхность частиц, дополнительно стимулируя химическую реакцию, протекающую в шаровой мельнице.

Для повышения прозрачности керамики в исходный порошок Al_2O_3 добавляли MgO с концентрацией: 140, 500 и 2500 ppm [26]. Перед спеканием в вакууме при 1700 °С образцы термообработывали при 800 °С в течение 50 ч на воздухе. Было установлено, что такая термообработка приводит к удалению остаточных пор, гомогенизации микроструктуры и снижению граничной подвижности, что значительно повышает светопропускание в видимом диапазоне длин волн ($\lambda = 400$ –700 нм).

При изготовлении полупрозрачной Al_2O_3 -керамики был применен новый подход — использование добавок в виде химического осадка [32]. Сначала порошок Al_2O_3 смешивали с металлическими нитратами с использованием в качестве диспергатора PEG-2000. Значение pH контролировали после введения $NH_3 \cdot H_2O$ в суспензию для осаждения Mg^{2+} и Y^{3+} . По сравнению с размолотом в шаровой мельнице химически осажденные допирующие элементы имели меньший размер и более гомогенно распределялись в матрице. Образцы, допированные элементами, полученными химическим осаждением, имели более высокую прозрачность.

В статье [33] для получения полупрозрачной Al_2O_3 -керамики использовали добавки $MgO / Y_2O_3 / La_2O_3$ и технику инфильтрации (пропитки) с последующим спеканием в атмосфере водорода. Полученные таким образом образцы по сравнению с образцами, для которых порошок готовили в шаровой мельнице, имели лучшую микроструктурную гомогенность, меньший размер зерна и высокие характеристики светопередачи. Тройное допирование образцов повысило светопропускание до 36,3 % при $\lambda = 800$ нм.

Влияние олигосахаридов спирта, добавляемых к суспензии Al_2O_3 , рассмотрено в работе [34]. Светопропускание керамики, полученной из суспензии с NH_4 -ПМА с олигосахаридами, оказалось выше по сравнению с керамикой, полученной только из суспензии с NH_4 -ПМА.

Улучшенные оптические свойства обусловлены уменьшением вязкости, которая регулируется введением олигосахаридов спирта.

В работе [35] сравнивали свойства керамики из прозрачного Al_2O_3 , легированной Mn (1 вариант), и Cr, Eu и Er (2 вариант). Все образцы керамики были получены ГИП-спеканием с предварительным шликерным литьем. Показано, что, подобно Eu и Er, марганец сегрегирует на границах зерен из-за его относительно низкой растворимости в решетке Al_2O_3 . В отличие от Cr, Eu и Er, марганец увеличивает как уплотнение, так и рост зерен. Линейный коэффициент пропускания образцов, легированных Mn, составил от 32 до 20 %. Относительно низкий коэффициент *RIT* объясняется высоким поглощением света частицами Mn и увеличенным двулучепреломлением на границе зерен.

Оптическое пропускание образцов в диапазоне длин волн 200–2500 нм уменьшалось с увеличением содержания примеси. Более интенсивное пропускание наблюдалось при 1600 нм, а также в видимом спектральном диапазоне (при 490 и 526 нм и ниже 400 нм). Обогащение границ зерен легирующими элементами (Er, Eu и Mn) и Cr, растворенными в решетке Al_2O_3 , привело к измельчению зерна и последующему увеличению твердости (до 20 %) по сравнению с нелегированным Al_2O_3 .

ПОЛУЧЕНИЕ ПРОЗРАЧНОЙ Al_2O_3 -КЕРАМИКИ МЕТОДОМ SPS

Для получения прозрачной поликристаллической Al_2O_3 -керамики помимо основных методов ГИП и ГП в литературе многократно упоминается метод искрового плазменного спекания (Spark Plasma Sintering, SPS). Технология SPS основана на модифицированном методе ГП и заключается в нагреве порошкового материала путем подачи импульсного тока не на внешний нагреватель, а непосредственно на пресс-форму и заготовку с одновременным приложением давления. Благодаря возникающему эффекту плазменных микроразрядов удается реализовать быстрый предварительный нагрев, чтобы подавить рост зерна. SPS обеспечивает спекание в широком интервале скоростей нагрева, и в частности, высокоскоростной нагрев.

Спеканием SPS получают прозрачную керамику высокой плотности с мелкозернистой микроструктурой при относительно низкой температуре. Прозрачность достигается оптимизацией условий спекания, таких как скорость нагрева [36], температура спекания [17], допирование [37] и давление [38].

Для получения мелкозернистой микроструктуры прозрачной Al_2O_3 -керамики предложен комбинированный метод с предварительным прессованием SPS с последующим окончатель-

ным спеканием методом горячего изостатического прессования [39]. SPS-пресинтез стабилизирует размер зерна. Мелкозернистая структура образцов с незначительным ростом зерна сохранилась во время последующей ГИП-обработки. Реальная светопередача на образцах толщиной 0,8 мм со средним размером зерна 237 нм составила 76,2 % при длине волны 632,8 нм и достигла теоретического максимума в инфракрасном диапазоне длин волн от 2000 до 4500 нм. Высокое значение величины линейной передачи в видимом диапазоне доказывает превосходство комбинированного метода SPS/ГИП.

Технология получения прозрачного Al_2O_3 с добавкой MgO подробно описана в работе [40]. Порошок Al_2O_3 чистотой 99,99 % с размером частиц 100–150 нм смешивали в этаноле с 0,03 мас. % MgO чистотой 99,97 % со средним размером частиц 17 нм, а затем спекали при одноосном давлении 50–400 МПа в вакууме в искровой плазменной установке. После выдержки в течение 20 мин для снятия остаточных напряжений образец отжигали 10 мин при 800–1000 °С. Скорость светопередачи измеряли в диапазоне длин волн 240–1600 нм на двухлучевом спектрофотометре. Максимальные значения светопропускания Al_2O_3 достигнуты при температуре спекания 1050 °С и давлении 400 МПа: для образца толщиной 1 мм *RIT* = 64 % при λ = 640 нм. Повышение давления более 400 МПа увеличивает светопропускание до 69 %, однако делает микроструктуру чувствительной к температуре спекания. В работе [40] был установлен ряд закономерностей: увеличение температуры спекания на 100 °С приводит к четырехкратному увеличению размера зерна; крупные зерна рассеивают свет и уменьшают светопропускание, рост зерен может быть подавлен за счет использования добавки MgO. При более низком давлении рост зерна менее выражен, например, при 200 МПа, размер зерна образцов, спеченных при 1100 и 1200 °С, составляет 0,14 и 0,31 мкм. С увеличением температуры от 1100 до 1200 °С при 400 МПа, коэффициент пропускания сначала увеличивается до максимума и затем уменьшается. Образцы, спеченные при 400 МПа в диапазоне 1000–1200 °С, показаны на рис. 2. Несмотря на высокое давление при 1200 °С происходит ускоренный рост зерна и пор, что делает образец непрозрачным.

Таким образом, исследования [40] показали, что при низкой температуре (1100 °С) величина давления оказывает незначительное влияние на рост зерна, а при повышении температуры до 1200 °С наблюдается ускоренный рост зерен. Микроструктура образца, полученного при 1100 °С и 400 МПа, показана на рис. 3.

Для получения прозрачного нанокompозита оксид алюминия/оксид церия был применен метод SPS (1430 °С, 80 МПа, 2 мин) [41]. Обнаружено, что использование оксида церия повышает про-

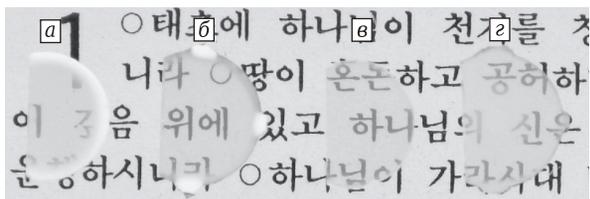


Рис. 2. Фотографии образцов Al_2O_3 -керамики, полученной методом SPS при 1000 (а), 1050 (б), 1100 (в), 1150 (г) °С и давлении 400 МПа [40]

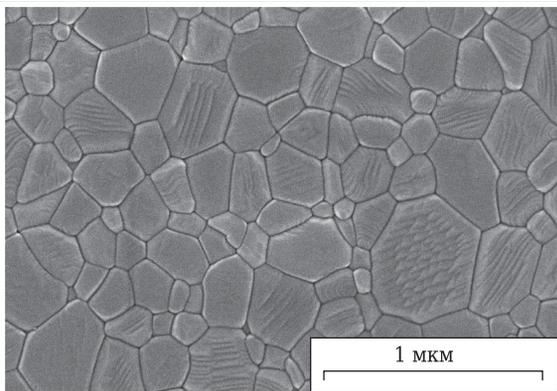


Рис. 3. Микроструктура Al_2O_3 , спекленного методом SPS при 1100 °С и давлении 400 МПа [40]

зрачность композита за счет того, что наночастицы оксида церия выступают в качестве своеобразной смазки, увеличивая начальную плотность порошка на 15 %. Кроме того, наночастицы оксида церия в твердом состоянии имеют низкую растворимость в зернах Al_2O_3 , поскольку обнаруживают тенденцию к закреплению на границах зерен, препятствуя их росту. Этот эффект проявляется только при SPS-спекании в вакууме.

Эффекты от введения допирующих элементов, предварительной термообработки и температуры SPS-спекания были исследованы в статье [42]. Суспензию $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ допировали оксидами Mg, Zr, нитратами или хлоридами La с концентрацией 150–500 ppm. Наноразмерные порошки (150 нм) высушивали и спекали SPS-методом. Прозрачность наноразмерной Al_2O_3 -керамики зависела главным образом от способа

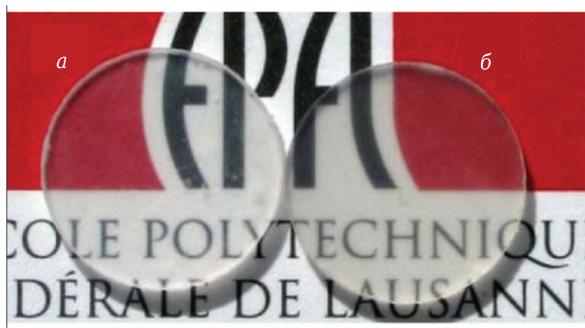


Рис. 4. Фотографии образцов Al_2O_3 -керамики, допированных Mg-Y-La [45]

подготовки порошка, а также допирующих веществ. Коэффициент RIT в видимом диапазоне длин волн ($\lambda = 640$ нм) образцов, допированных ZrO_2 , MgO и La_2O_3 , составил 40,1, 44,1 и 48,1 % соответственно, чистого Al_2O_3 — 30,5 %.

Двухступенчатый метод прессования с высокой скоростью нагрева SPS позволил существенно увеличить светопропускание Al_2O_3 [43]. Порошок Al_2O_3 спекали при 1150 °С со скоростью 100 °С/мин. Прессование выполняли двумя способами. В первом случае постоянное давление 80 МПа выдерживали в течение всего времени спекания. Во втором — осуществляли двухступенчатое повышение давления: первоначальное составляло 35 МПа с последующим увеличением в течение 3 мин. Было установлено, что двухступенчатый метод наиболее предпочтителен для получения однородной плотной полупрозрачной Al_2O_3 -керамики.

Поиск оптимальных условий SPS-спекания проведен в работе [44]. Попытки увеличения давления до 1 ГПа или снижения температуры до 1100 °С при 500 МПа оказались безуспешными, в обоих случаях требовалась более высокая температура спекания.

В статье [45] исследовали влияние давления и температуры, а также введения допирующих веществ оксидов Mg, Y и La (по одному или совместно с концентрацией 75–450 ppm) на величину RIT и размер зерен Al_2O_3 -керамики, полученной SPS-спеканием. В видимой области спектра $\lambda = 640$ нм образцы толщиной 0,8 мм для всех вариантов допирования имели $RIT > 50$ %. Наилучший показатель RIT составил 57 % для образцов, допированных одновременно тремя элементами при общей концентрации добавок 450 ppm (рис. 4).

Метод микроволнового спекания является достаточно близким к методу SPS. Однако Al_2O_3 является плохим микроволновым поглотителем. В связи с этим в работе [46] при получении прозрачной Al_2O_3 -керамики использовали усовершенствованный вариант микроволнового метода, при котором вводили в качестве абсорбента порошок SiC, действующий как низкотемпературный проводник для предварительного нагрева образцов Al_2O_3 . Микроволновое спекание при 1400 °С и частоте волн 2,54 ГГц позволило достичь более высокой плотности 95 % по сравнению с обычным спеканием при 1600 °С. Было обнаружено, что как при микроволновом спекании, так и при обычном проявляется одинаковый характер роста зерен. Авторы пришли к выводу, что увеличение плотности при микроволновом спекании не связано с высокой скоростью нагрева. Определяющим фактором является разница в механизмах уплотнения: энергия активации при микроволновом спекании (85 ± 10) кДж/моль значительно ниже энергии при обычном спекании (520 ± 14) кДж/моль.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Применяемые методики изготовления поликристаллической прозрачной керамики из оксида алюминия требуют дорогостоящего оборудования и высокочистых порошков-прекурсоров. Получение Al_2O_3 высокой прозрачности при обычном твердофазном спекании имеет ряд сложностей. Так, помимо устранения пористости — главного условия для достижения максимальной прозрачности, важно исключить условия, влияющие на увеличение размера зерна и подвижности границ зерен. С целью уплотнения и удаления пористости прозрачной керамики вводят специальные добавки, например оксиды Mg,

Y, La или редкоземельные элементы, которые растворяются в основной фазе с образованием твердого раствора с Al_2O_3 , применяют также предварительную термообработку порошка-прекурсора в инертном газе. Высокая степень прозрачности достигается применением многоступенчатых комбинированных режимов, например предварительным спеканием образцов без давления для удаления пористости с последующим горячим изостатическим допрессовыванием.

Работа выполнена в рамках государственного задания № 075-00328-21-00.

Библиографический список

1. **Опарина, И. Б.** Получение оптически прозрачной ударостойкой керамики методами порошковой металлургии / И. Б. Опарина, А. Г. Колмаков, М. А. Севостьянов, А. С. Лысенков // *Материаловедение*. — 2018. — № 9. — С. 30–40.
2. **Pat. 3026210 US.** Transparent alumina and method of preparation / Coble R. L. — 20.03.1962.
3. **Krell, A.** Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications / A. Krell, T. Hutzler, J. Klimke // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2009. — Vol. 29. — P. 207–221.
4. **Krell, A.** Transparent sintered corundum with high hardness and strength / A. Krell, P. Blank, H. W. Ma [et al.] // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2003. — Vol. 86, № 1. — P. 12–18.
5. **Suárez, M.** Sintering to transparency of polycrystalline ceramic materials, sintering of ceramics — new emerging techniques / M. Suárez, A. Fernández, R. Torrecillas, J. Menéndez ; ed. by Dr. Arunachalam Lakshmanan // *InTech*. — 2012. — P. 527–552. Available from: <http://www.intechopen.com/books/sintering-of-ceramics-new-emerging-techniques/sintering-to-transparency-of-polycrystalline-ceramic-materials>. DOI: 10.5772/35309.
6. **Tokariiev, O.** Micro- and macro-mechanical testing of transparent $MgAl_2O_4$ spinel / O. Tokariiev // *Schriften des Forschungszentrums Jülich Reihe Energie & Umwelt. Energy & Environment, Band V*. — 2013. — Vol. 215. — P. 99.
7. **Nagaoka, T.** Hot corrosion of Al_2O_3 and SiC ceramics by KCl-NaCl molten salt / T. Nagaoka, K. Kita, N. Kondo // *Journal of the Ceramic Society of Japan*. — 2015. — Vol. 123, № 8. — P. 685–689.
8. **Krell, A.** Advanced spinel and sub- μm Al_2O_3 for transparent armour applications / A. Krell, J. Klimke, T. Hutzler // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2009. — Vol. 29. — P. 275–281.
9. **Trunec, M.** Polycrystalline alumina ceramics doped with nanoparticles for increased transparency / M. Trunec, K. Maca, R. Chmelik // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2015. — Vol. 35. — P. 1001–1009.
10. **Wei, G. C.** Sintering of translucent alumina in a nitrogen hydrogen gas atmosphere / G. C. Wei, W. H. Rhodes // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2000. — Vol. 83, № 7. — P. 1641–1648.
11. **Mao, X. J.** Transparent polycrystalline alumina ceramics with orientated optical axes / X. J. Mao, S. W. Wang, S. Shimai, J. K. Guo // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2008. — Vol. 91, № 10. — P. 3431–3433.
12. **Качаев, А. А.** Оптически прозрачная керамика (обзор) / А. А. Качаев, Д. В. Гращенков, Ю. Е. Лебедева [и др.] // *Стекло и керамика*. — 2016. — № 4. — С. 3–10.
13. **Meng, F. C.** Rapid densification of nano-grained alumina by high temperature and pressure with a very high heating rate / F. C. Meng, Z. Y. Fu, J. Y. Zhang [et al.] // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2007. — Vol. 90, № 4. — P. 1262–1264.
14. **Apetz, R.** Transparent alumina: a light-scattering model / R. Apetz, M. P. B. van Bruggen // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2003. — Vol. 86, № 3. — P. 480–486.
15. **Kim, B. N.** Spark plasma sintering of transparent alumina / B. N. Kim, K. Hiraga, K. Morita, H. Yoshida // *Scripta Mater.* — 2007. — Vol. 57, № 7. — P. 607–610.
16. **Kim, B. N.** Effects of heating rate on microstructure and transparency of spark-plasma-sintered alumina / B. N. Kim, K. Hiraga, K. Morita, H. Yoshida // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2009. — Vol. 29, № 2. — P. 323–327.
17. **Kim, B. N.** Microstructure and optical properties of transparent alumina / B. N. Kim, K. Hiraga, K. Morita [et al.] // *Acta Mater.* — 2009. — Vol. 57, № 5. — P. 1319–1326.
18. **Krell, A.** Effects of the homogeneity of particle coordination on solid-state sintering of transparent alumina / A. Krell, J. Klimke // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2006. — Vol. 89, № 6. — P. 1985–1992.
19. **Jiang, D.** Optically transparent polycrystalline Al_2O_3 produced by spark plasma sintering / D. Jiang, D. M. Hulbert, U. Anselmi-Tamburini [et al.] // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2008. — Vol. 91, № 1. — P. 151–154.
20. **Bernard-Granger, G.** Influence of co-doping on the sintering path and on the optical properties of a submicronic alumina material / G. Bernard-Granger, C. Guizard, A. Addad // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2008. — Vol. 91. — P. 1703–1706.
21. **Petit, J.** Sintering of alpha-alumina for highly transparent ceramic applications / J. Petit, P. Dethare, A. Sergent [et al.] // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2011. — Vol. 31, № 11. — P. 1957–1963.
22. **Zhou, C.** Translucent Al_2O_3 ceramics produced by an aqueous tape casting method / C. Zhou, B. Jianga, J. Fanb [et al.] // *Ceram. Int.* — 2016. — Vol. 42. — P. 1648–1652.
23. **Ashikaga, T.** Effect of crystallographic orientation on transparency of alumina prepared using magnetic

- alignment and SPS / *T. Ashikaga, B. Kim, H. Kiyono, T. S. Suzuki* // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2018. — Vol. 38, № 7. — P. 2735–2741.
24. **Drdlikova, K.** Luminescent Eu³⁺-doped transparent alumina ceramics with highhardness / *K. Drdlikova, R. Klement, H. Hadraba* [et al.] // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2017. — Vol. 37. — P. 4271–4277.
25. **Li, J. G.** Densification and grain growth of Al₂O₃ nanoceramics during pressureless sintering / *J. G. Li, Y. P. Ye* // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2006. — Vol. 89, № 1. — P. 139–143.
26. **Kim, D. S.** Improvement of translucency in Al₂O₃ ceramics by two-step sintering technique / *D. S. Kim, J. H. Lee, R. J. Sung* [et al.] // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2007. — Vol. 27, № 13–15. — P. 3629–3632.
27. **Hayashi, K.** Transmission optical properties of polycrystalline alumina with submicron grains / *K. Hayashi, O. Kobayashi, S. Toyoda, K. Morinaga* // *Materials Transactions JIM.* — 1991. — Vol. 32, № 11. — P. 1024–1029.
28. **Nagashima, M.** Fabrication and optical characterization of high-density Al₂O₃ doped with slight MnO dopant / *M. Nagashima, K. Motoike, M. Hayakawa* // *Journal of the Ceramic Society of Japan.* — 2008. — Vol. 116, № 5. — P. 645–648.
29. **Godlinski, D.** Transparent alumina with submicrometer grains by float packing and sintering / *D. Godlinski, M. Kuntz, G. Grathwohl* // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2002. — Vol. 85, № 10. — P. 2449–2456.
30. **Liu, W.** Fabrication of injection moulded translucent alumina ceramics via pressureless sintering / *W. Liu, T. Z. Bo, Z. P. Xie* [et al.] // *Advances in Applied Ceramics.* — 2011. — Vol. 110, № 4. — P. 251–254.
31. **Liu, W.** Injection molding of surface modified powders with high solid loadings: a case for fabrication of translucent alumina ceramics / *W. Liu, Z. P. Xie, T. Z. Bo, X. F. Yang* // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2011. — Vol. 31, № 9. — P. 1611–1617.
32. **Liu, W.** Novel preparation of translucent alumina ceramics induced by doping additives via chemical precipitation method / *W. Liu, Z. P. Xie, G. W. Liu, X. F. Yang* // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2011. — Vol. 94, № 10. — P. 3211–3215.
33. **Liu, G. W.** Fabrication of translucent alumina ceramics from pre-sintered bodies infiltrated with sintering additive precursor solutions / *G. W. Liu, Z. P. Xie, W. Liu* [et al.] // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2012. — Vol. 32, № 4. — P. 711–715.
34. **Hotta, Y.** Effect of oligosaccharide alcohol addition to alumina slurry and translucent alumina produced by slip casting / *Y. Hotta, T. Tsugoshi, T. Nagaoka* [et al.] // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2003. — Vol. 86, № 5. — P. 755–760.
35. **Drdlikova, K.** Optical and mechanical properties of mn-doped transparent alumina and their comparison with selected rare earth and transient metal doped aluminas / *K. Drdlikova, D. Drdlik, H. Hadraba* [et al.] // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2020. — Vol. 40, № 14. — P. 4894–4900.
36. **Kim, B. N.** Spark plasma sintering of transparent alumina / *B. N. Kim, K. Hiraga, K. Morita, H. Yoshida* // *Scripta Mater.* — 2007. — Vol. 57. — P. 607–610.
37. **Kim, B. N.** Light scattering in MgO-doped alumina fabricated by spark plasma sintering / *B. N. Kim, K. Hiraga, K. Morita* [et al.] // *Acta Mater.* — 2010. — Vol. 58. — P. 4527–4535.
38. **Grasso, S.** Highly transparent pure alumina fabricated by high-pressure spark plasma sintering / *S. Grasso, B. N. Kim, C. Hu* [et al.] // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2010. — Vol. 93, № 9. — P. 2460–2462.
39. **Trunec, M.** Transparent alumina ceramics densified by a combinational approach of spark plasma sintering and hot isostatic pressing / *M. Trunec, J. Klimke, Z. J. Shen* // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2016. — Vol. 36. — P. 4333–4337.
40. **Kim, B.-N.** High-pressure spark plasma sintering of MgO-doped transparent alumina / *B.-N. Kim, K. Hiraga, S. Grasso* [et al.] // *Journal of the Ceramic Society of Japan.* — 2012. — Vol. 120, № 3. — P. 116–118.
41. **Alvarez-Clemares, I.** Transparent alumina/ceria nanocomposites by spark plasma sintering / *I. Alvarez-Clemares, G. Mata-Osoro, A. Fernandez* [et al.] // *Advanced Engineering Materials.* — 2010. — Vol. 12, № 11. — P. 1154–1160.
42. **Roussel, N.** Effects of the nature of the doping salt and of the thermal pre-treatment and sintering temperature on spark plasma sintering of transparent alumina / *N. Roussel, L. Lallemand, B. Durand* [et al.] // *Ceram. Int.* — 2011. — Vol. 37, № 8. — P. 3565–3573.
43. **Grasso, S.** Effects of pressure application method on transparency of spark plasma sintered alumina / *S. Grasso, C. F. Hu, G. Maizza* [et al.] // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2011. — Vol. 94, № 5. — P. 1405–1409.
44. **Ghanizadeh, S.** Improved transparency and hardness in α-alumina ceramics fabricated by high-pressure SPS of nanopowders / *S. Ghanizadeh, S. Grasso, P. Ramanujam* [et al.] // *Ceram. Int.* — 2017. — Vol. 43. — P. 275–281.
45. **Stuer, M.** Transparent polycrystalline alumina using spark plasma sintering: effect of Mg, Y and La doping / *M. Stuer, Z. Zhao, U. Aschauer, P. Bowen* // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2010. — Vol. 30, № 6. — P. 1335–1343.
46. **Brosnan, K. H.** Microwave sintering of alumina at 2,45 GHz / *K. H. Brosnan, G. L. Messing, D. K. Agrawal* // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2003. — Vol. 86, № 8. — P. 1307–1312. ■

Получено 25.02.21

© И. Б. Опарина, А. Г. Колмаков, 2021 г.