

# Применение порошковых наноматериалов в технологии производства изделий из оксидных керамик



*Создавая новую реальность...*

IRE-Polus

Докладчик:  
И.А. Телегин

ООО НТО «ИРЭ-Полюс»

# ООО НТО «ИРЭ-Полюс»

- Лазерная резка
- Лазерная сварка
- Лазерная чистка
- Лазеры для медицины



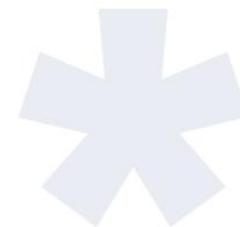
3—10 кВт

Вых. мощн.

YLS-3000-U YLS-4000-U YLS-6000-U YLS-8000-U



IPG производит 2/3  
волоконных лазеров в  
мире



90%  
локализация  
производства  
компонентов

20000  
лазеров в год



1991  
год  
основания

IRE-Polus

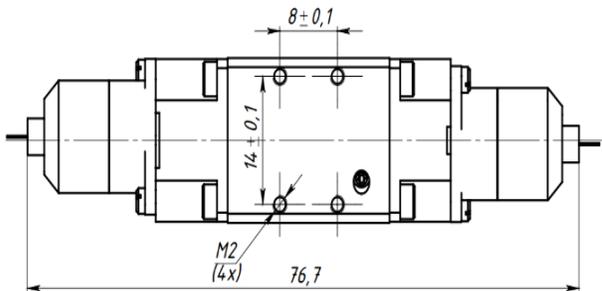
# Оптическая керамика на основе тугоплавких оксидных материалов.

## Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> керамика

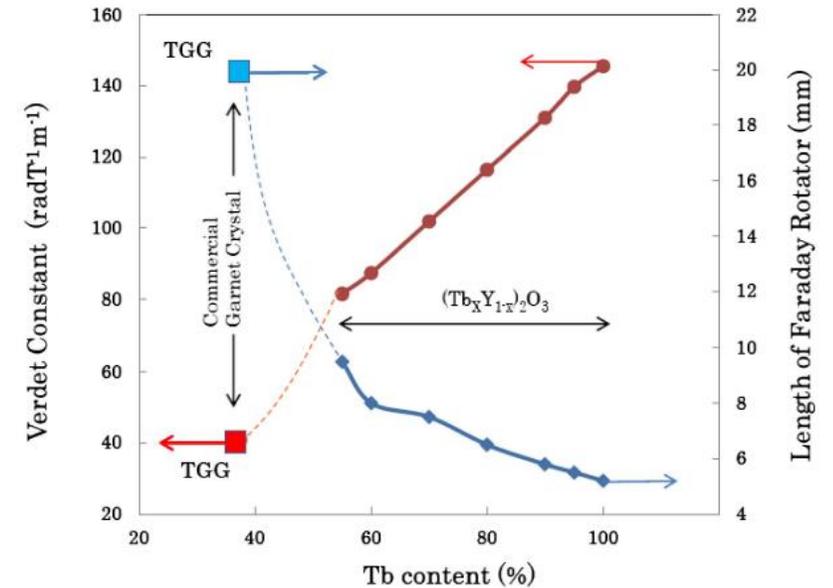
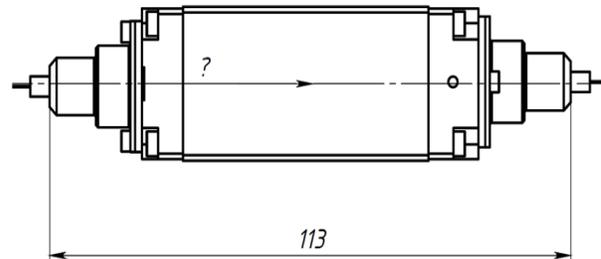
### Применения:

- Защита от обратных отражений линейнополяризованных непрерывных и импульсных волоконных лазеров и усилителей
- Оптическая развязка двух усилительных каскадов волоконных лазеров
- Создание измерительных стендов и лабораторного оборудования

### Устройство на керамике Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



### Устройство на монокристалле TGG



Polycrystalline (Tb<sub>x</sub>Y<sub>1-x</sub>)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Faraday rotator  
 AKIO IKESUE,<sup>1\*</sup> YAN LIN AUNG,<sup>1</sup> SHINJI MAKIKAWA,<sup>2</sup> AND AKIRA YAHAGI<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>World-Lab. Co., Ltd., Mutsuno, Atsutaku, Nagoya 456-0023, Japan  
<sup>2</sup>Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., Matsuida, Annaka, Gunma 379-0224, Japan  
 \*Corresponding author: poly-ikesue@s5.dion.ne.jp  
 Received 17 August 2017; accepted 24 September 2017; posted 28 September 2017 (Doc. ID: 304625); published 24 October 2017

- Низкая себестоимость
- Высокие магнитооптические характеристики
- Компактность
- Высокий уровень локализации производства

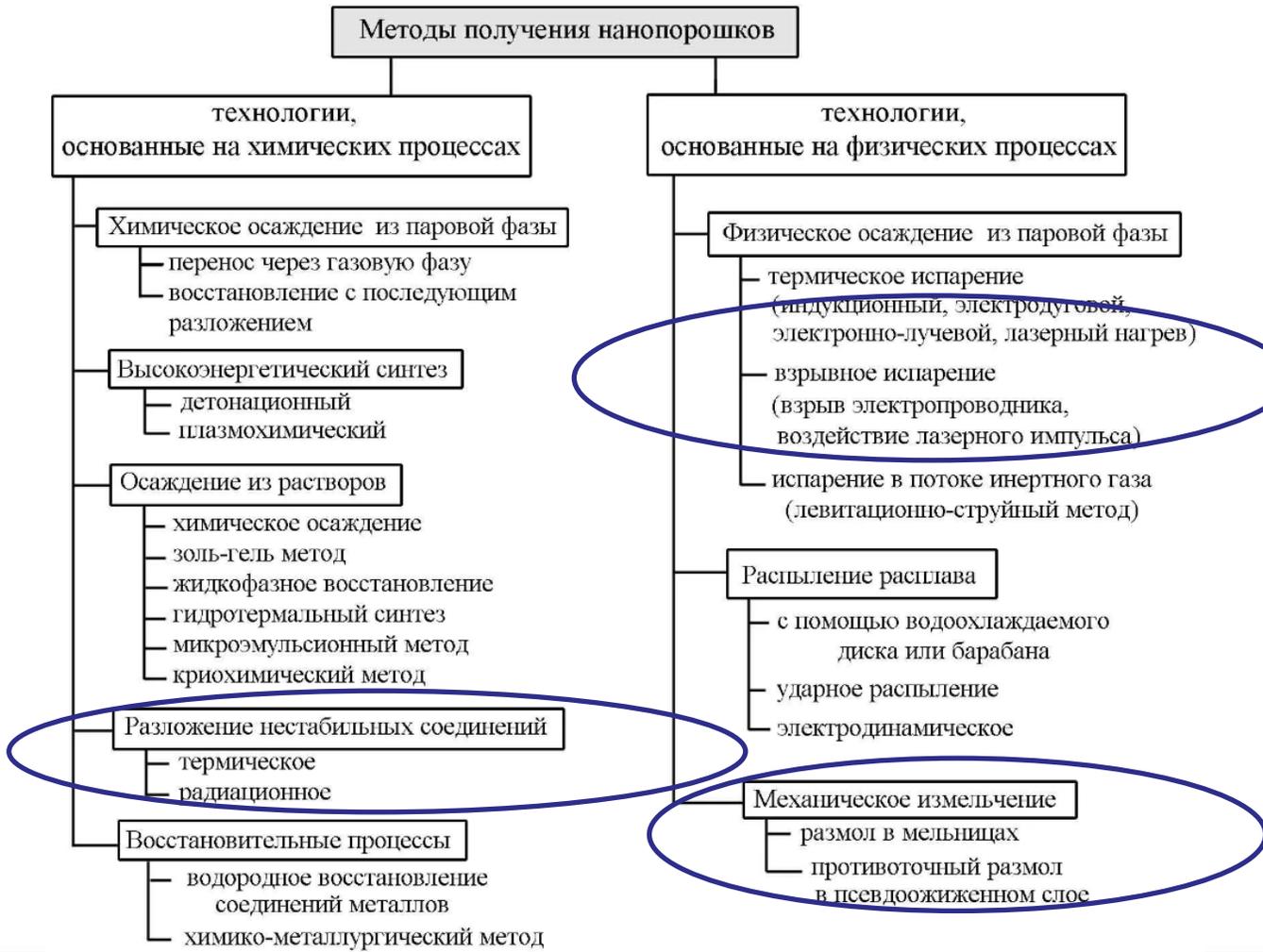


# Оптическая керамика на основе тугоплавких оксидных материалов.

**Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> керамика**



# Методы получения порошковых наноматериалов

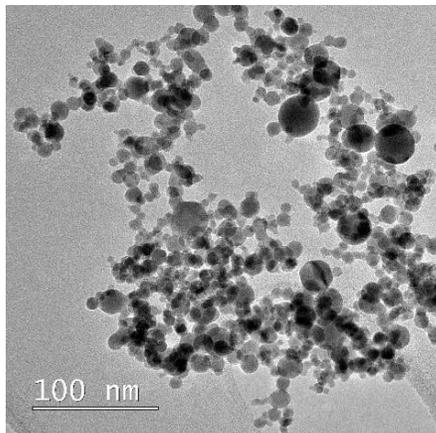


## Требования к порошковому материалу:

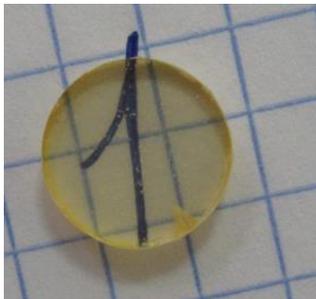
- высокая способность спеканию
- высокая чистота
- высокий уровень технологичности метода

# Методы получения порошковых наноматериалов

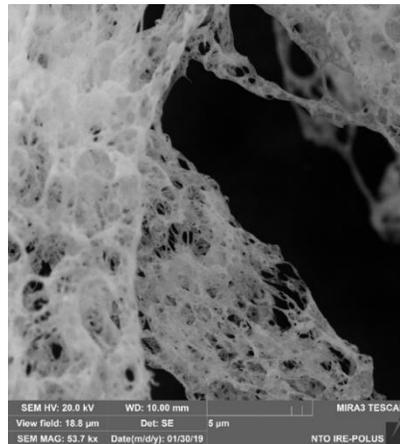
## Испарение лазером



Удельная поверхность - 52,3 м<sup>2</sup>/г  
Средний размер частиц- 20-30 нм  
Морфология частиц – сфера



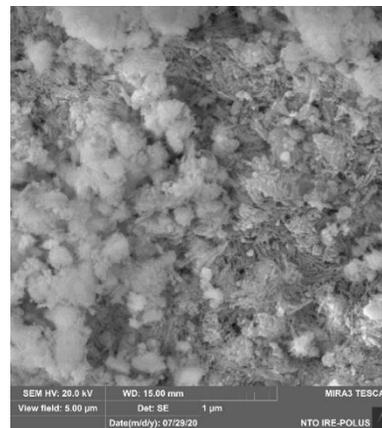
## Самораспространяющейся Высокотемпературный Синтез



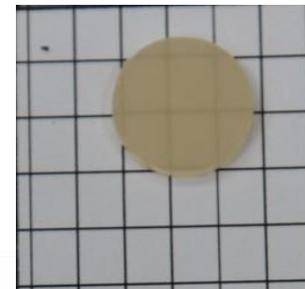
Удельная поверхность - 55,9 м<sup>2</sup>/г  
Средний размер частиц- 200-1000  
Морфология частиц – не определена



## Помол в планетарной шаровой мельнице



Удельная поверхность - 15,6 м<sup>2</sup>/г  
Средний размер частиц- 500 нм-10 мкм  
Морфология частиц – кристаллиты



# Методы получения порошковых наноматериалов

## Преимущества и недостатки

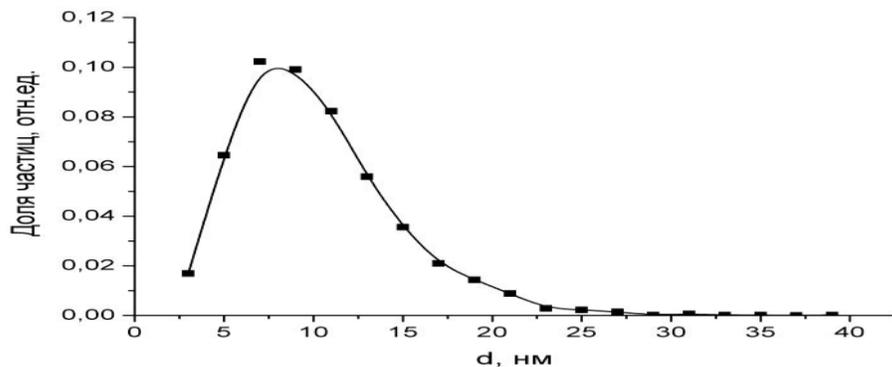
Метод	Преимущества	Недостатки
Помол в ПШМ	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <u>Доступность</u></li> <li>• <u>Простота масштабирования</u></li> <li>• Низкая стоимость процесса</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Низкая эффективность</li> <li>• Частицы не менее 100 нм</li> <li>• Загрязнение материалом размольных тел</li> <li>• Необходимость введения диспергентов</li> <li>• Необходимость проведения рассева</li> </ul>
СВС	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Развитая поверхность</li> <li>• <u>Доступность</u></li> <li>• Низкая стоимость процесса</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Работа с опасными веществами</li> <li>• Низкая эффективность</li> <li>• Грязный процесс</li> <li>• Высокие требования к квалификации персонала</li> <li>• Не возможность использования для химически не активных веществ</li> </ul>
Лазерная абляция	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <u>Размер частиц менее 50 нм</u></li> <li>• <u>Получение наноразмерных частиц инертных веществ (ZrO<sub>2</sub>)</u></li> <li>• <u>Узкое распределение частиц по размеру</u></li> <li>• <u>Высокая способность к спеканию</u></li> <li>• <u>Чистота порошкового материала не зависит от метода</u></li> <li>• <u>Высокая степень автоматизации процесса</u></li> <li>• <u>Чистый процесс</u></li> <li>• <u>Готовый продукт сразу после процесса</u></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <u>Дополнительный требования к технологическому участку</u></li> <li>• <u>Высокие трудозатраты для перехода на новые номенклатуры материалов при высоких требованиях к чистоте</u></li> <li>• <u>Необходимость подготавливать мишени</u></li> </ul>

# Методы получения порошковых наноматериалов

## Преимущества и недостатки

### Лазерный порошок

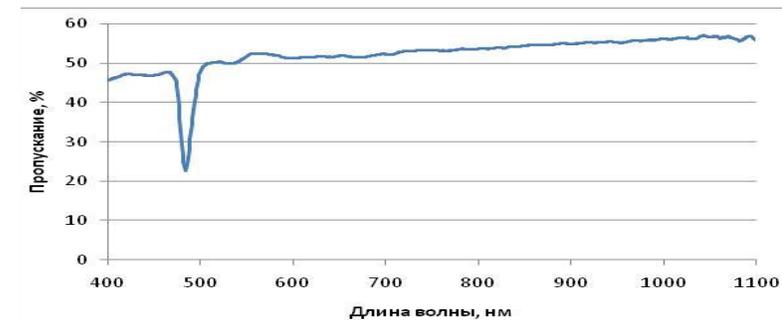
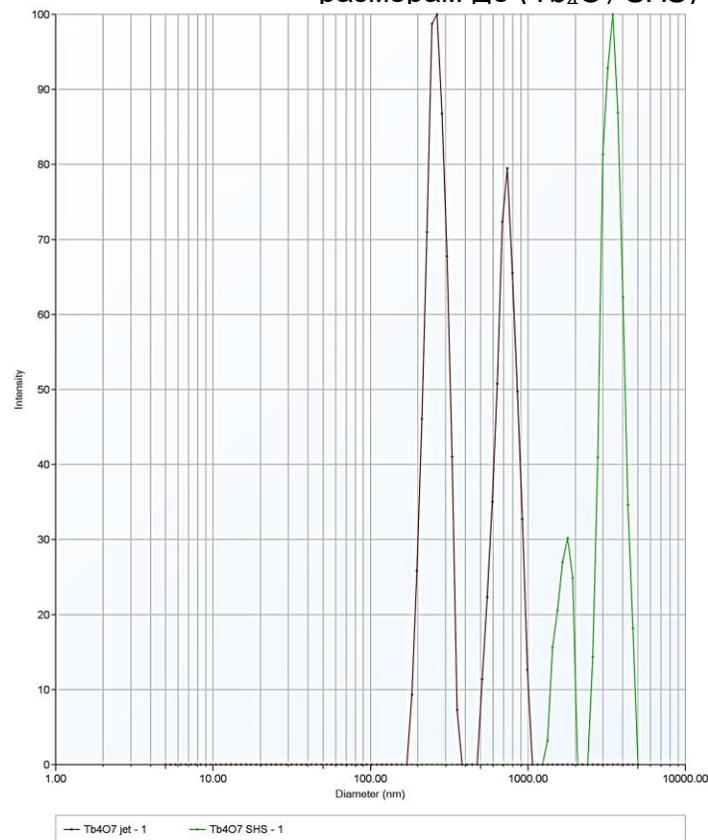
Гистограммы распределения частиц лазерным испарением порошков оксида тербия по размерам



Спектр пропускания керамики  $Tb_2O_3$  из лазерного нанопорошка (95%)

### СВС порошок

Гистограммы распределения частиц СВС порошков оксида тербия по размерам до ( $Tb_4O_7$  SHS) и после ( $Tb_4O_7$  jet) размола в струйной мельнице

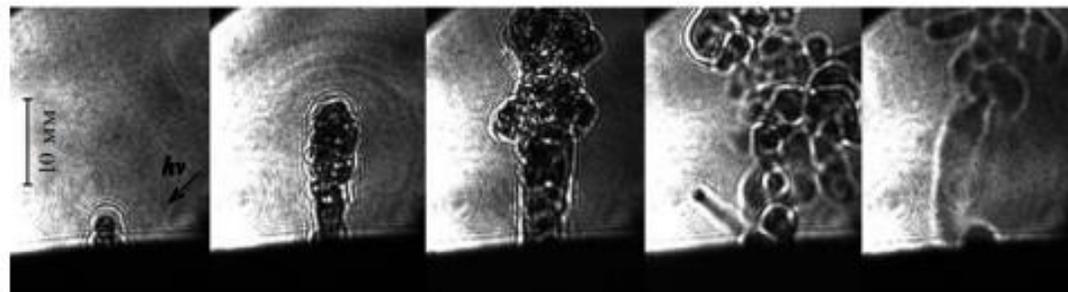


Спектр пропускания керамики  $Tb_2O_3$  из СВС нанопорошка (63%)

# Методы получения порошковых наноматериалов

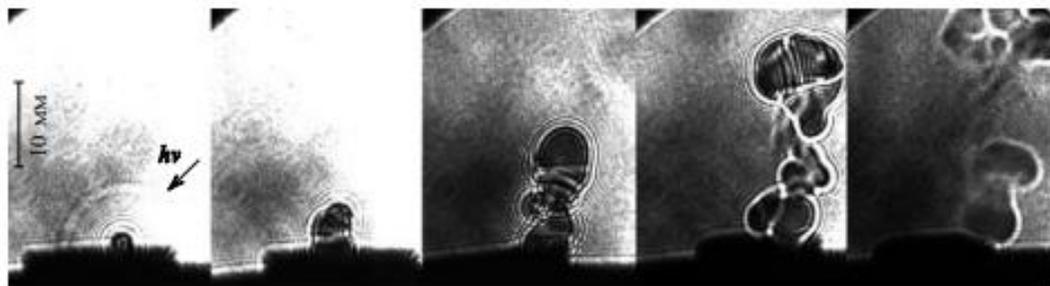
## Лазерная абляция

Метод удаления вещества с поверхности лазерным импульсом

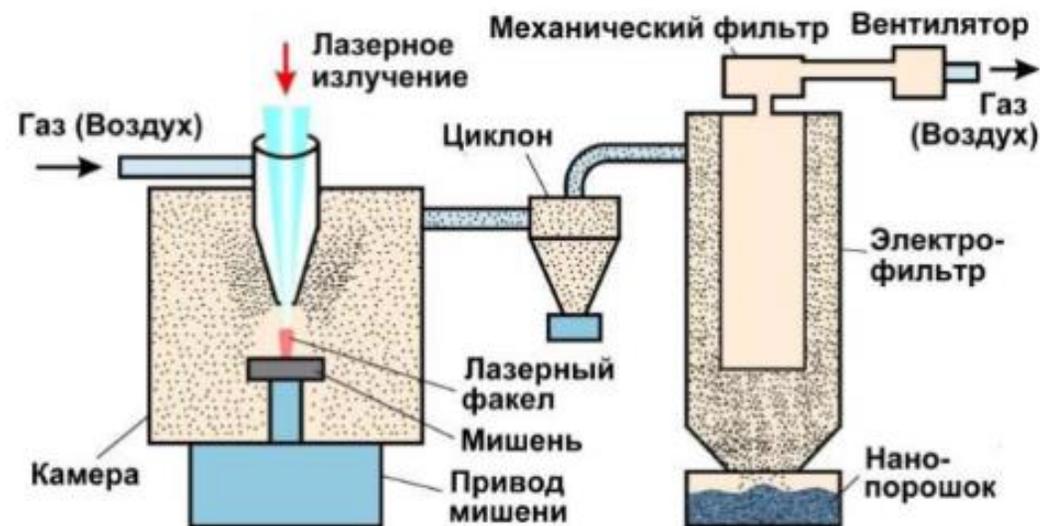


$t = 17 \text{ мкс}$   $P = 1.18 \text{ кВт}$      $t = 80 \text{ мкс}$   $P = 4.05 \text{ кВт}$      $t = 358 \text{ мкс}$   $P = 0.80 \text{ кВт}$      $t = 3.5 \text{ мс}$   $P = 0$      $t = 15 \text{ мс}$   $P = 0$

a



$t = 17 \text{ мкс}$   $P = 1.69 \text{ кВт}$      $t = 96 \text{ мкс}$   $P = 6.75 \text{ кВт}$      $t = 400 \text{ мкс}$   $P = 0.9 \text{ кВт}$      $t = 3.0 \text{ мс}$   $P = 0$      $t = 15.0 \text{ мс}$   $P = 0$



В.В Осипов, В. В. Платонов, В. В. Лисенков,  
Динамика лазерного факела в процессе синтеза наночастиц,  
Квантовая электроника, 2009, том 39, номер 6, 541–546  
Институт электрофизики УрО РАН, г. Екатеринбург

## Лазерная абляция

# Комплексы для получения ЛАЗЕРНЫХ нанопорошковых материалов



*Установка синтеза лазерного нанопорошка  
СПЛИН  
Производительность до 100 гр/час*

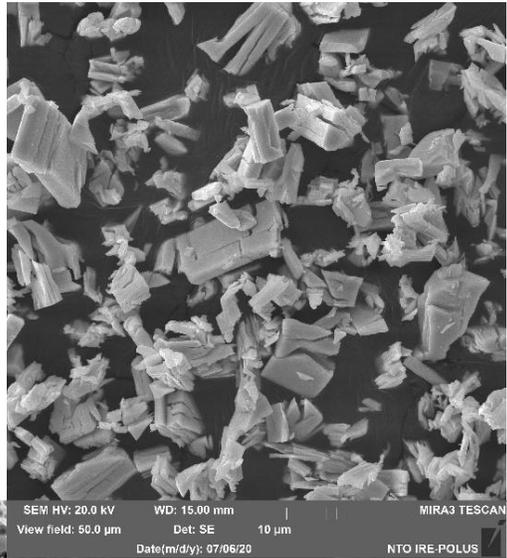


*Установка синтеза лазерного нанопорошка  
ЛУНА -2  
Производительность от 100 гр/час*

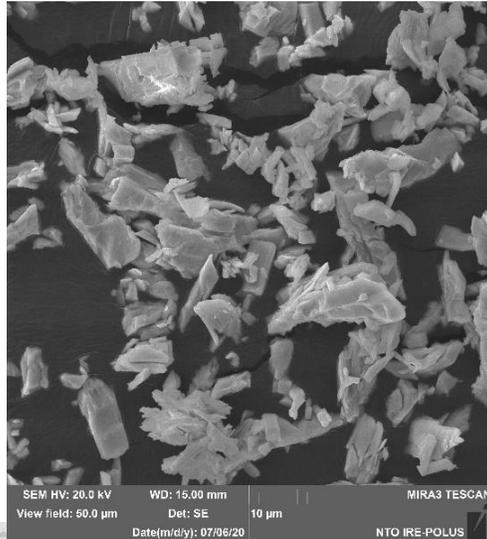
# Методы получения порошковых наноматериалов

## Порошковые материалы до и после лазерной абляции

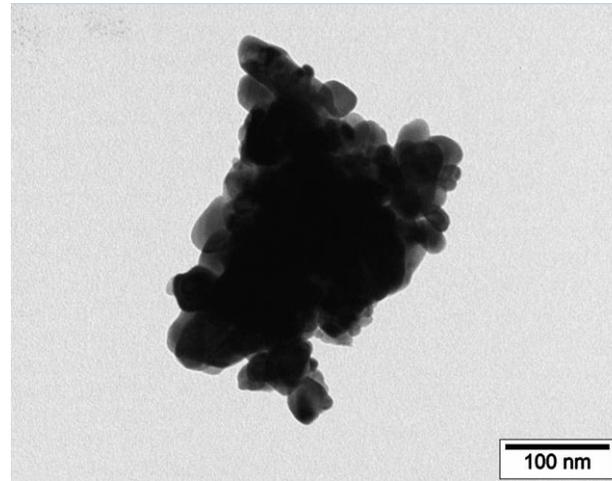
ZrO2



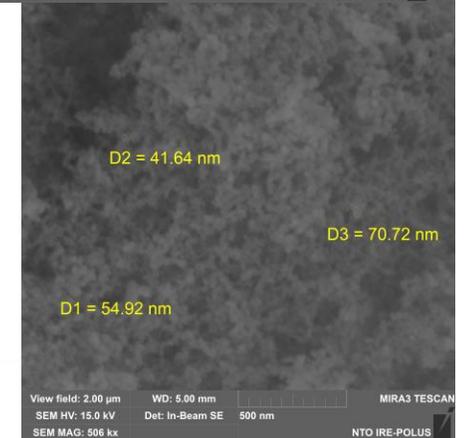
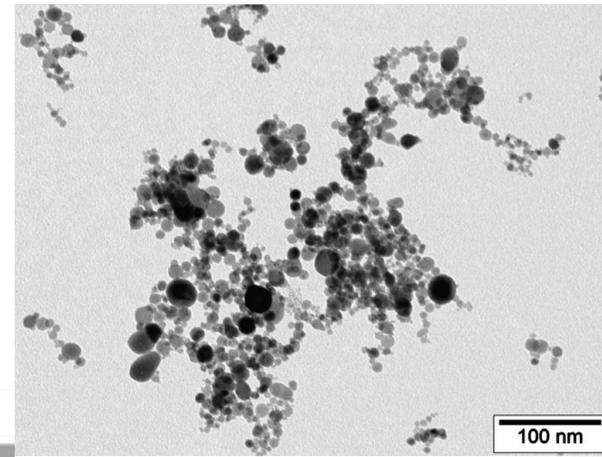
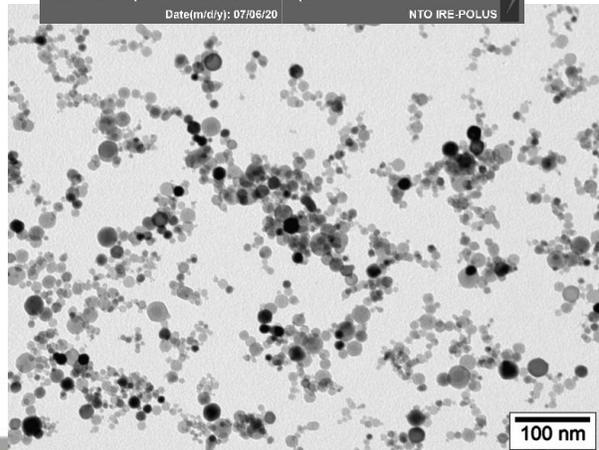
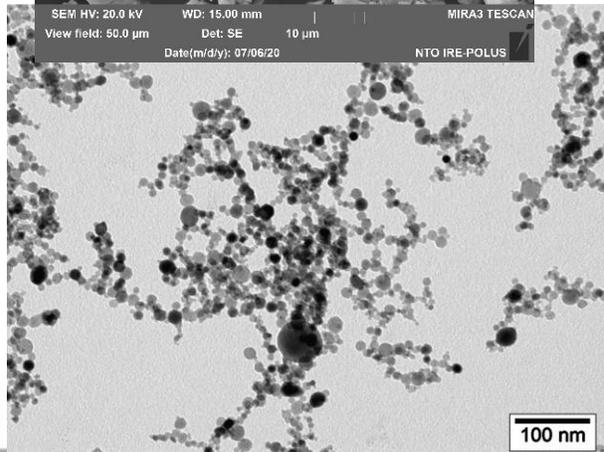
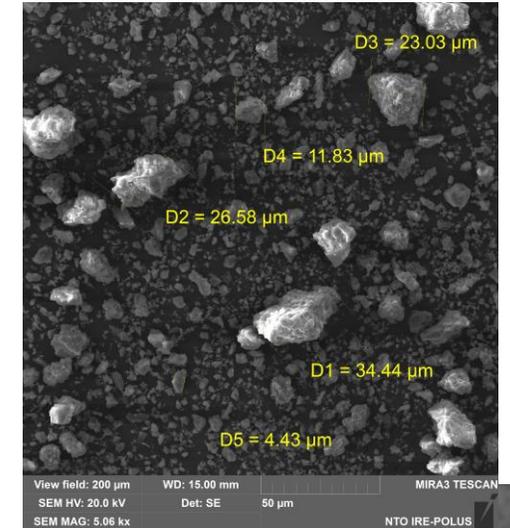
Y2O3



HfO2

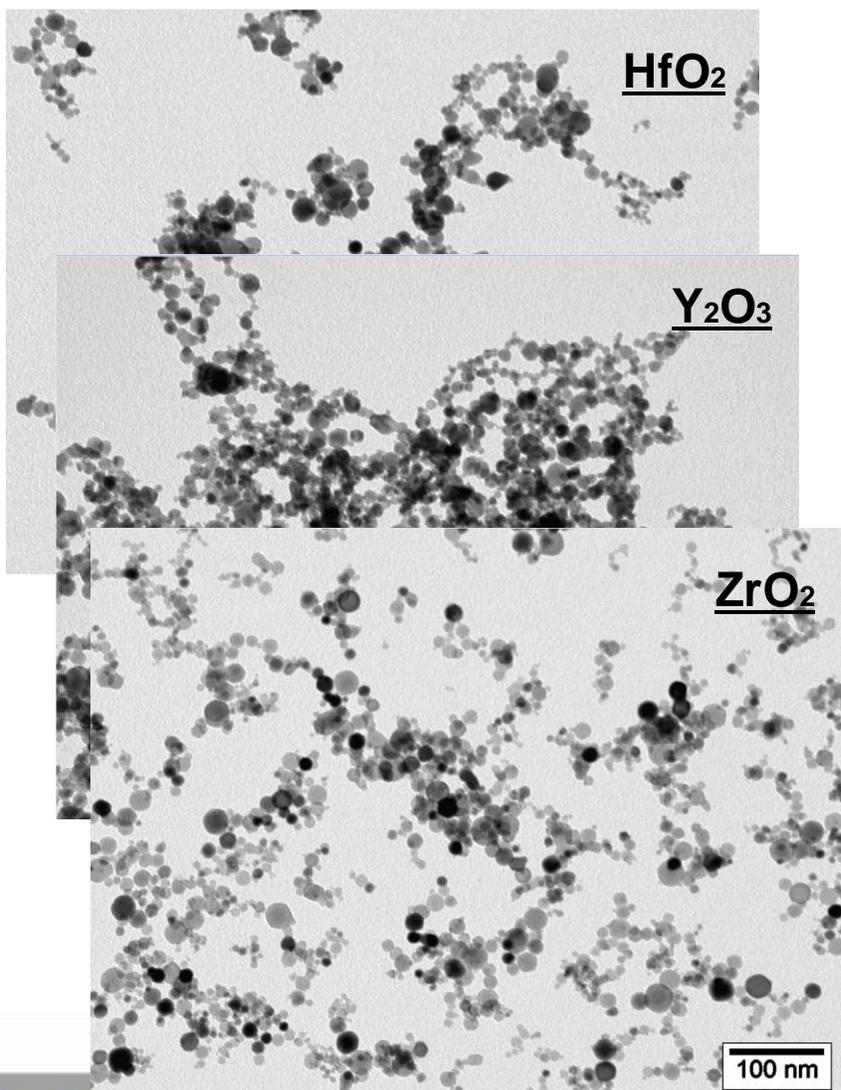


BK94-1

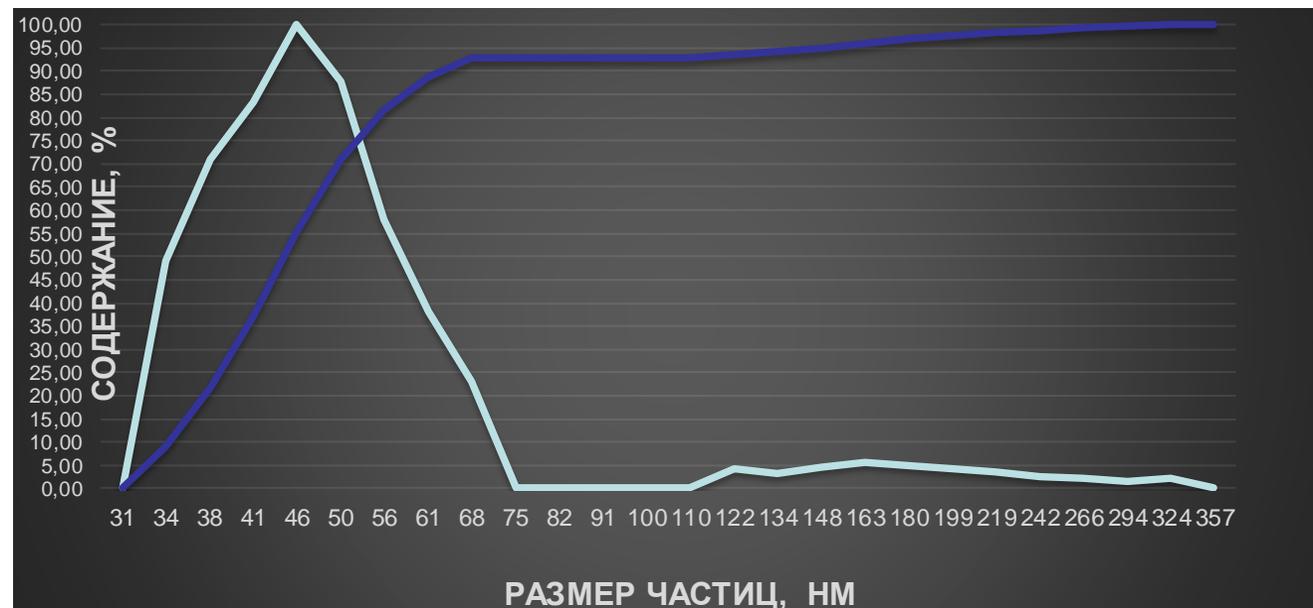


# Методы получения порошковых наноматериалов

## Лазерная абляция



Распределение частиц по размерам для лазерного порошка HfO<sub>2</sub>  
По данным метода динамического рассеяния света (DLS)

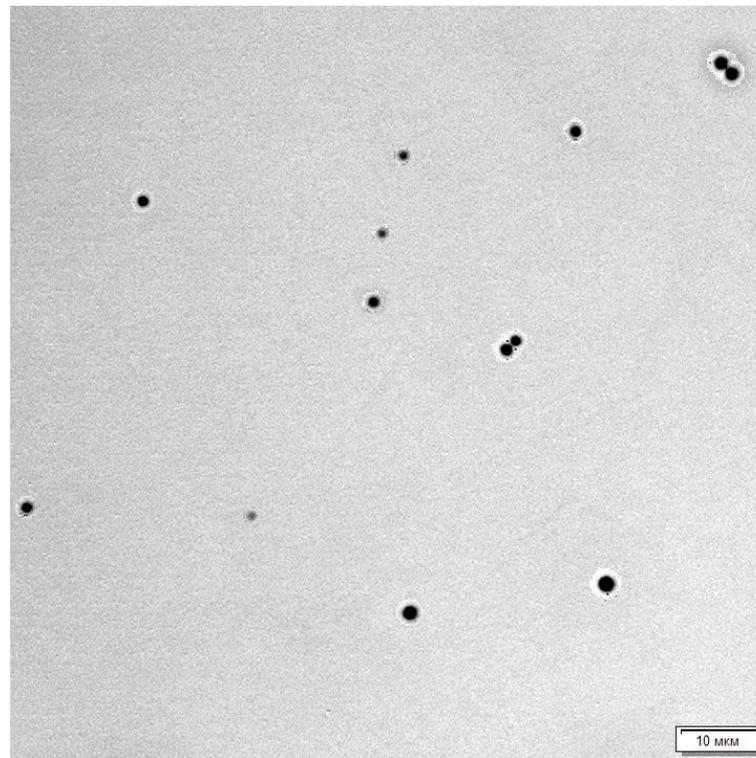
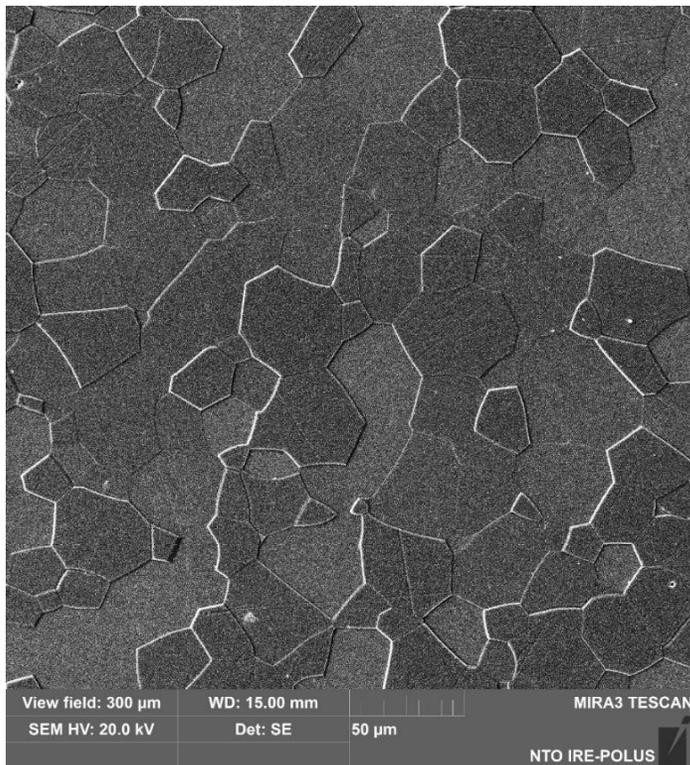


Типовые характеристики лазерных нанопорошков НТО ИРЭ ПОЛЮС  
По данным ПЭМ

Средний размер, нм	20-30
Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /гр	60-80
Содержание частиц с размером менее 70 нм, %	90

# 12 Применение ЛАЗЕРНЫХ нанопорошковых материалов

## Лазерная керамика на основе тугоплавких оксидных материалов. Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> керамика

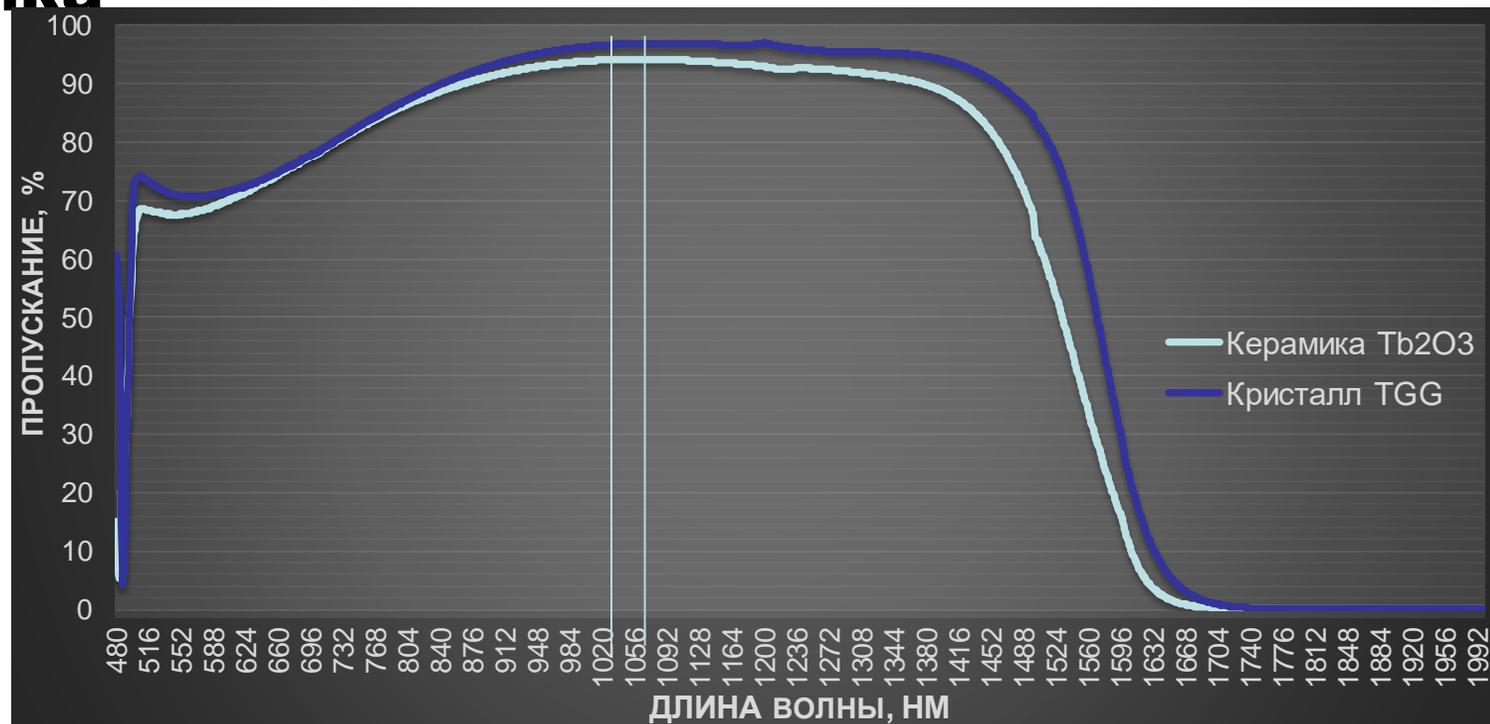


Размер пор менее 3 мкр  
Снимок состоит из суммы кадров на толщину объекта 5,5 мм

Параметр	Керамика Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Кристалл TGG
Коэффициент Верде, рад·Т <sup>-1</sup> ·м <sup>-1</sup> /рад·А <sup>-1</sup>	118-120	38 - 40
Массовая доля Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,%	≈26	≈80
Требуемая длина для достижения необходимого угла вращения, мм	5,5	20
Рабочий спектральный диапазон, нм	400–1100, исключая область 475–500	

# Применение ЛАЗЕРНЫХ нанопорошковых материалов

## Лазерная керамика на основе тугоплавких оксидных материалов. $Tb_2O_3$ керамика



Прозрачность максимально приближена к монокристаллу TGG  
Разница в 2%

Типовой размер элемента из керамики  $Tb_2O_3$   
Диаметр 2,3 мм  
Длина 5,5 мм

# Лазерная керамика на основе тугоплавких оксидных материалов.

## Принципиальная схема технологического процесса

С применением  
ГИП технологии

1. Помол в ПШМ

2. Рассев

3. Грануляция

4. Одноосное прессование

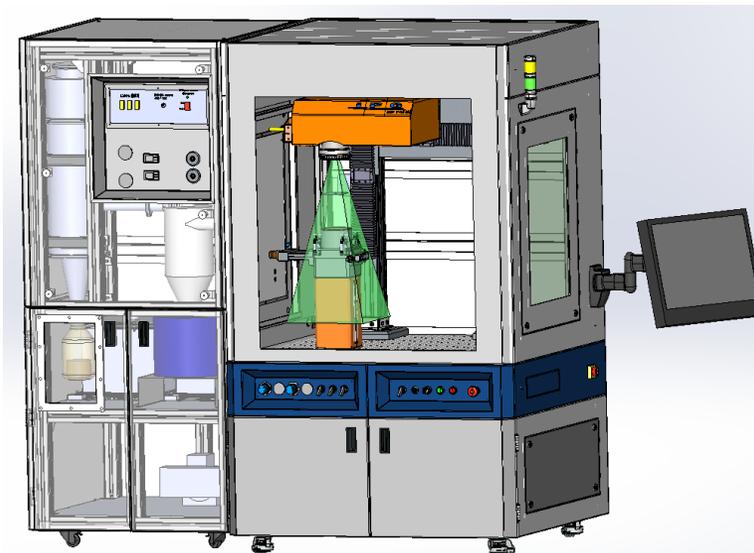
5. Холодное изостат прессование

6. Предварительное спекание

7. Горячее изостатическое  
прессование



*Total Performance of Magneto-Optical Ceramics with  
a Bixbyite Structure  
Akio Ikesue 1 , Yan Lin Aung 1,\* , Shinji Makikawa 2 and Akira Yahagi 2*



**Сокращение стоимости  
парка оборудования более,  
чем в 2,5 раза**

С применением  
технологии  
лазерной абляции

1. Подготовка мишени

2. Лазерная абляция

3. Подготовка НПМ

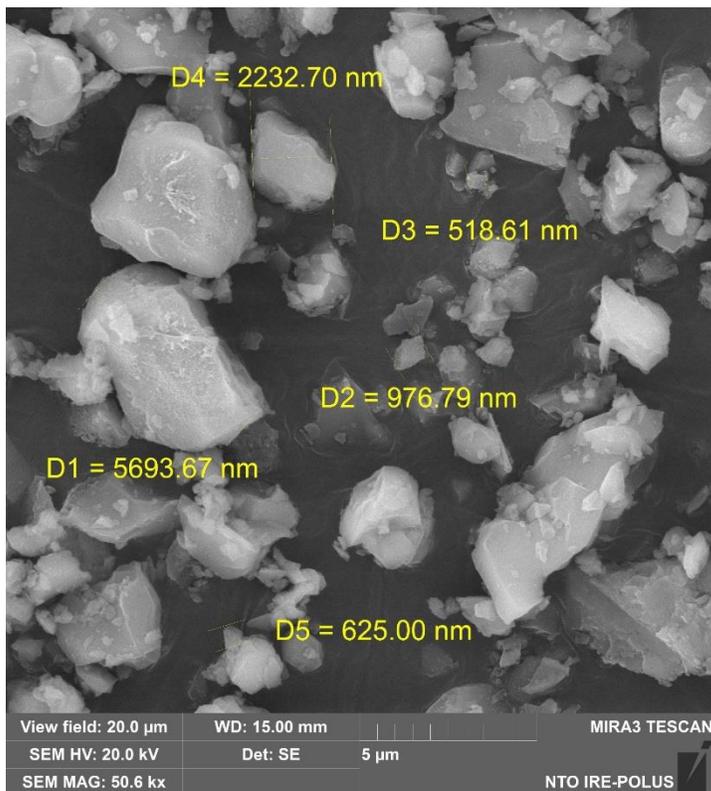
4. Одноосное прессование

5. Холодное изостат  
прессование

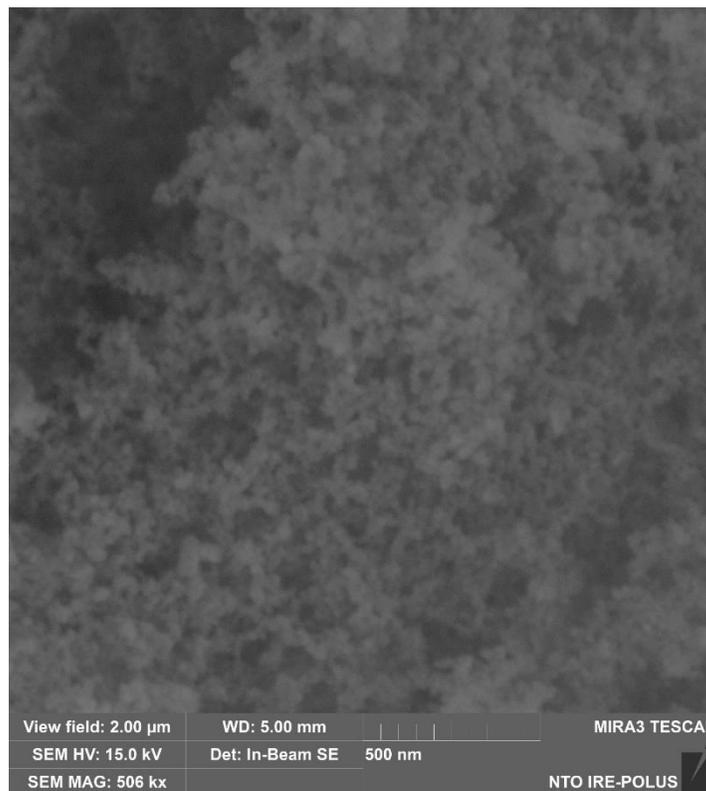
6. Спекание

# Применение нанопорошковых материалов

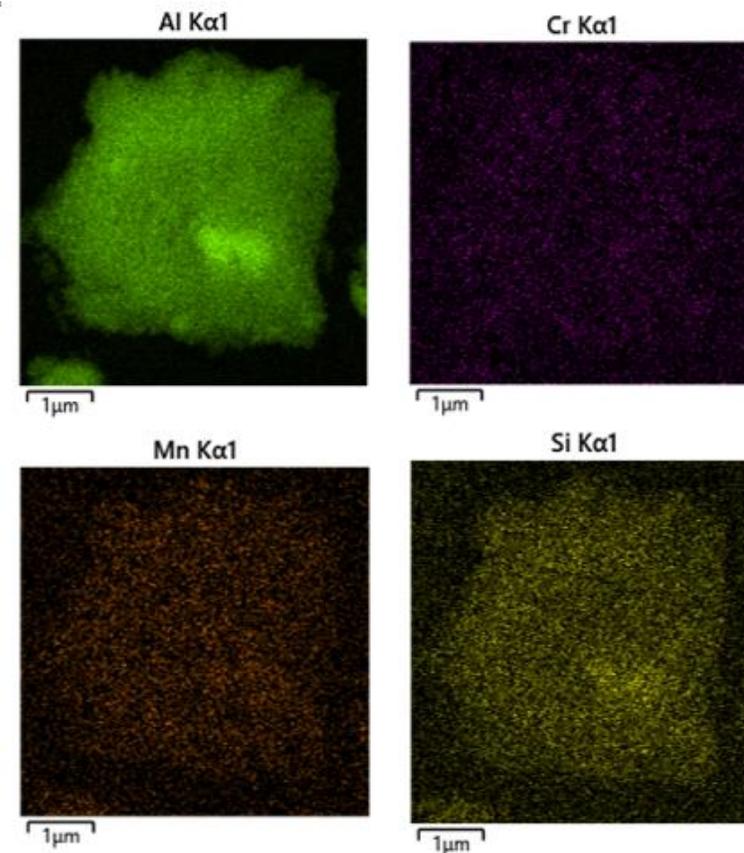
## Техническая керамика на основе $\text{HfO}_2$ , $\text{ZrO}_2$ , ВК94-1



Исходный порошковый материал ВК94-1



Лазерный нанопорошковый материал ВК 94-1

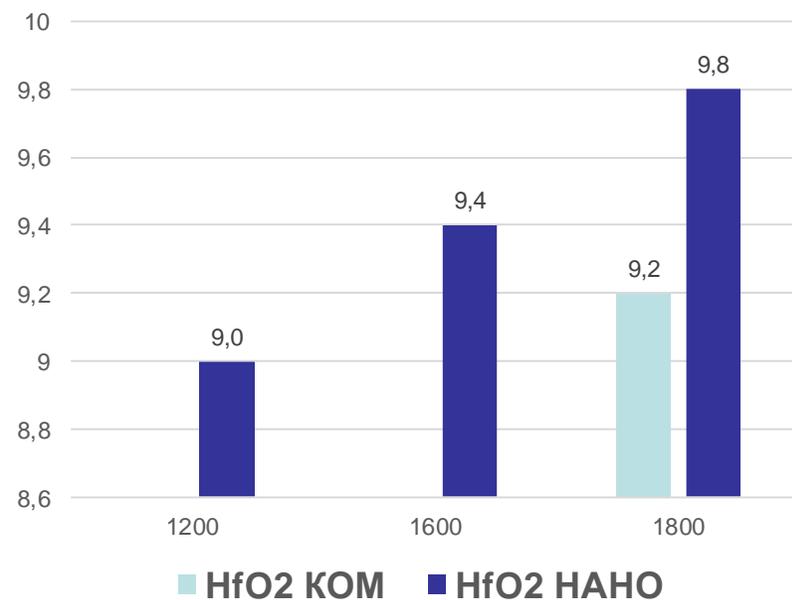


Распределение компонентов ВК 94-1 в лазерном порошковом материале на 10 мкр

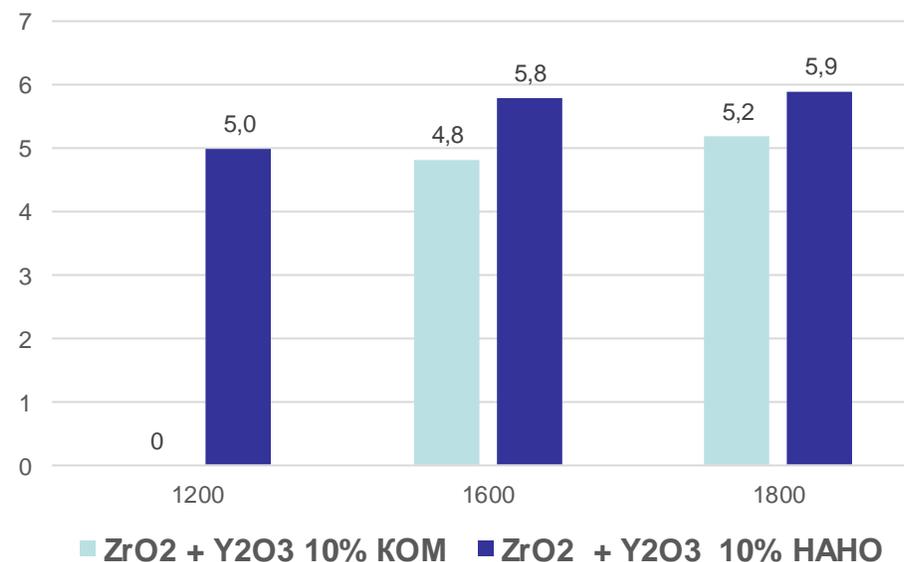
# Применение нанопорошковых материалов

## Техническая керамика на основе HfO, ZrO<sub>2</sub>, BK94-1

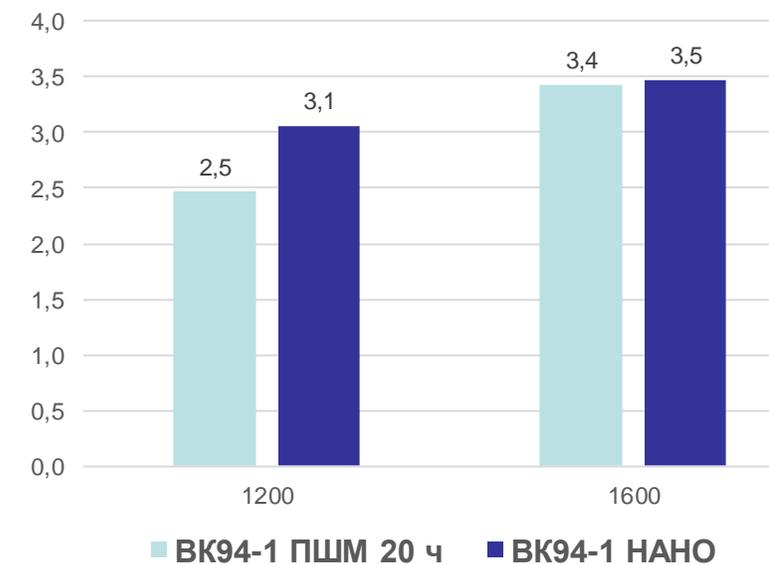
Плотность HfO<sub>2</sub>



Плотность ZrO<sub>2</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



Плотность BK 94-1



# Оксидные лазерные нанопорошковые материалы в производстве керамики. Преимущества и недостатки

- Высокая чистота
- Снижение тем-ры спекания
- Высокая степень гомогенности при синтезе многокомпонентных составов
- Высокая степень автоматизации процесса
- Минимальное кол-во дополнительных операций
- Узкое распределение частиц по размерам
- Низкие технологические свойства
- Доступность метода
- Низкая производительность??
- Высокая стоимость??

*Кол-во н/ч для изготовления порошкового материала 100 гр*

*ПШМ 6,5 н/ч*

*ЛУНА лазерный порошок 3,75 н/ч*

# **Применение ЛАЗЕРНЫХ нанопорошковых материалов**

## **Лазерная керамика на основе тугоплавких оксидных материалов.**

---

**В настоящее время ведём работы по определению влияния лазерных порошков**

- **- Оптические свойства**
- **-Физико-механические свойства**
- **-Диэлектрическую проницаемость**



---

*Спасибо за внимание!*

*Телегин Иван Александрович*  
*Нач. участка оптической керамики*  
[itelegin@ntoire-polus.ru](mailto:itelegin@ntoire-polus.ru)  
*+7-929-380-3008*