

陶瓷科学与工艺

刘敏

材料科学与工程系

地址：合肥微尺度物质科学国家实验室（畴）#15-001

Email: liumin1106@ustc.edu.cn

Tel: 0551-63607330

教学大纲

一、教学目标和基本要求

“陶瓷科学与工艺学”是材料科学与工程系的一门研究生专业课，讲授陶瓷材料的制备、加工及工艺过程原理，特别是制备方法、工艺过程原理、性能与结构关系。使学生基本了解和掌握有关的知识与技能，为研制和探索新材料及其应用打下基础。

二、课程简介

中文：陶瓷材料是现代科技和社会经济持续发展的重要支柱，而材料制备科学和工艺，是获得高技术新材料的关键和核心。本课程主要涉及到陶瓷材料的制备方法，工艺过程原理，常见制备问题和解决办法，以及与材料结构和性能的关系。侧重介绍各种材料**制备方法、技术原理、常见制备问题和解决办法**等知识。

教学大纲

三、教学重点、难点

教学重点：材料制备方法、技术的基本原理和工艺关键、制备中常见问题。

教学难点：技术原理、烧结过程及制备中常见问题分析

四、参考书籍

1. **《陶瓷导论》** W. D. Kingery等著，清华大学新型陶瓷与精细工艺国家重点实验室 译。高登教育出版社
2. **《陶瓷工艺学》** 张锐主编，化学工业出版社
3. **《结构陶瓷》** 谢志鹏著，清华大学出版社
4. **《无机非金属材料手册》**（上、下），江东亮、李龙土、欧阳世翕、施剑林 主编。
5. **《中国材料科学与工程大典》**（第8卷上、第九卷下），江东亮、李龙土、欧阳世翕、施剑林 主编。
6. **《材料工程基础—现代陶瓷工程学》** 刘杏芹编（1996年）
7. **《特种陶瓷工艺学》**，李世普主编，武汉理工大学出版社
8. **《实用陶瓷材料手册》**，张玉龙、马建平主编，化学工业出版社
9. **《粉末冶金与陶瓷成型技术》**，刘军、余正国编，化学工业出版社
10. **《陶瓷材料显微结构与性能》**，张金升，张银燕等编著，化学工业出版社
11. **《无机材料物理性能》** 关振铎等编著，清华大学出版社
12. **《硅酸盐物理化学》** 李丽霞等编著，天津大学出版社

教学安排

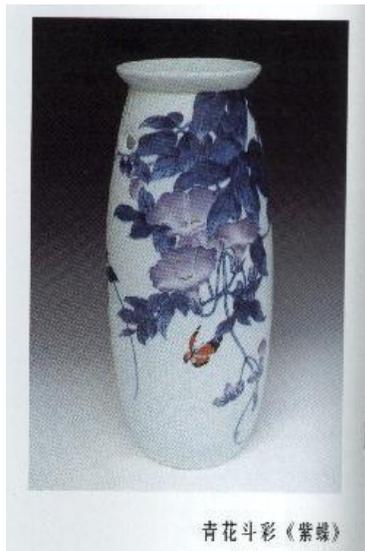
第一章 绪论	(2学时+1)
第二章 无机非金属材料的结构	(4学时)
第三章 粉体材料制备工艺学	(9学时+3)
课堂作业	(2学时)
第四 (1) 章 成型概述+加压成型	(3学时)
第四章 陶瓷浆料制备工艺学	(2学时)
第四 (2) 章 塑性成型 (e. g. 注浆成型+凝胶注模)	(2学时)
第四 (3) 章 可塑成型 (e. g. 挤压成型)	(1学时)
第五章 烧结	(10学时+2)
课堂作业	(2学时)
第六、七章 加工与陶瓷开裂问题	(3学时)
文章+学生ppt	(2学时)
第八章 陶瓷膜	(2学时)
大总结	(4学时)
第十一章 热点问题 (上转换+多铁+能源)	(3+3学时)

学习陶瓷有什么用处？

① 收藏:

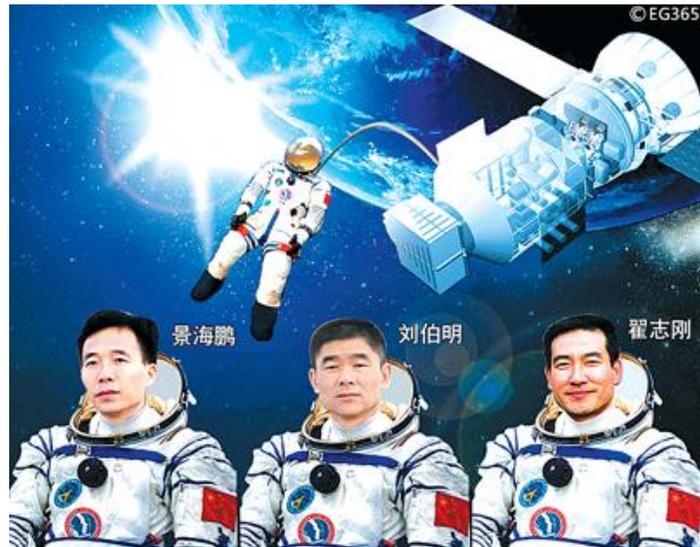


宜兴紫砂壶



古陶瓷

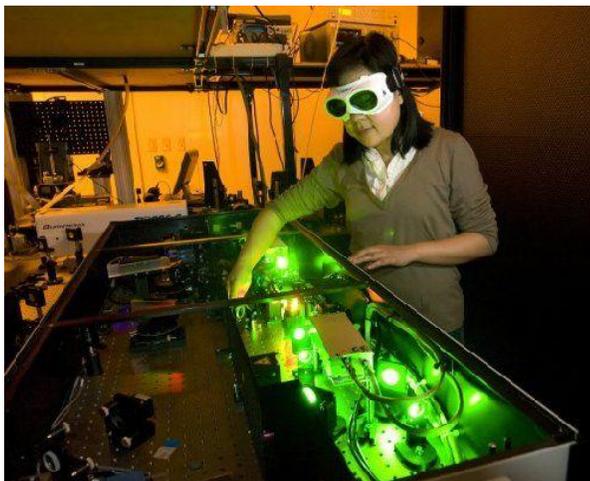
② 航天、军工



③ 研究:



依靠甲醇燃料电池驱动的扬声器系统样机



热电转换系统

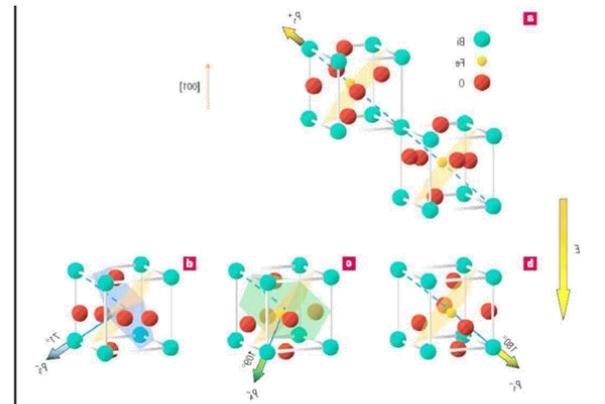


图1-4 BiFeO₃晶胞的R3c对称性示意图

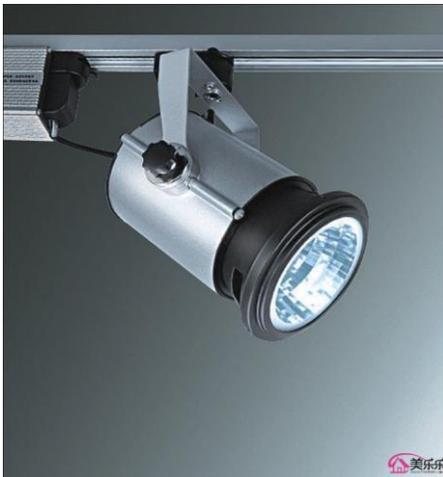
多铁陶瓷

学习陶瓷有什么用处？

④ 产业化:



激光陶瓷



金属卤灯



电光陶瓷

⑤ 陶吧:



内容提要

- 一、**材料分类**
- 二、陶瓷的概念与分类
- 三、陶瓷原料
- 四、陶瓷的发展历史
- 五、主要研究单位
- 六、**陶瓷制备流程、设备及分析手段**
- 七、陶瓷制备举例：透明陶瓷

绪 论

一、材料分类

►从材料形态上分：（关联材料制备技术开发研究）

单晶材料，多晶材料，非晶（玻璃）材料，粉体，薄膜，纤维

►从材料物性上分：（关联材料的物理化学学科研究）

高强材料，超硬材料，高温材料，导电材料，绝缘材料，激光材料，磁性材料，铁电材料，电光材料，声光材料，压电材料，热电材料

►从应用性能上分：（关联材料的应用研究）

结构材料，耐火材料，耐酸材料，研磨材料，光学材料，感光材料，电工材料

►从应用领域上分：（关联材料的技术集成和应用）

信息材料，生物材料，能源材料，建筑材料，家装材料，

绪 论

一、材料分类

✓从化学组成上分类：（关联材料的基础研究）

材料的四大家族

金属与合金材料

钢铁材料，有色金属，钛合金，储氢合金Ni₅La，记忆合金Ti-Ni，强磁合金SmCo₅，超导合金Nb₃Sn，海绵金属（Al、Mg、Ni...）

沈阳金属所

无机非金属材料

氧化铝，氧化锆
单晶硅，砷化镓
硫化锌，碳化硅
氮化硅，氮化硼
碳纤维，金刚石
纳米碳管，
复合氧化物

上海硅所

有机高分子 （聚合物）材料

塑料，人造橡胶
合成纤维，聚乙烯，聚氯乙烯，ABS，环氧树脂，感光树脂，聚酰亚胺，尼龙，聚四氟乙烯，合成橡胶（氯丁橡胶，氟橡胶）涤纶，锦纶，及中空纤维...

上海有机所

复合材料

上述三种材料之间或同类材料之间的相互复合，如包层材料，细粒混合材料，粒子分散增强材料，纤维增强材料等，纤维增强金属（玻璃钢，硼纤维/铝），纤维增强橡胶，纤维增强塑料，氧化锆增韧氧化铝，超硬合金WC-Co，超导电缆(超导/导电),保护涂层

绪 论

一、材料分类：性能比较

	金属	高分子	陶瓷
生物相容性	不太好	较好	很好
耐侵蚀性	除贵金属外，其他 表面易变质	化学稳定，耐腐蚀， 但可能降解	化学稳定，耐腐蚀，不 易氧化、水解或降解
耐热性	较好，耐热冲击	受热易变形，易老化	热稳定性好，耐热冲击
强度	很高	差	高
耐磨性	不太好，磨损产物 污染周围组织	不耐磨	耐磨性好，有一定润滑 性
成型、加工 性	非常好，有延展性， 可任意形状	加工性好，有一定韧 性	无延展性，脆性大，易 成型，可各种形状

● 优秀的稳定性

SiC对HF酸以外的无机酸都有较强抵抗力；

Al₂O₃连HF酸都奈何不了它；

ZrO₂作发热元件，在2000—2200 °C高温下可工作1000小时

● 优越的力学性能

SiC在室温下弯曲强度为14000kg/cm²，可与优质合金钢媲美；

特别是当温度升高时，金属会软化，强度急剧下降；但SiC不同，温度上升高达1300 °C时，强度反而有所提高。

高温不易变形，提高了可靠性，延长了部件寿命，代替金属作刀具、轴承、发动机等。

日本、美国先后做成了Si₃N₄发动机，困难为陶瓷脆性大。

● 卓越的热性能

热膨胀系数小（ SiC 、 Si_3N_4 等），

导热系数大（ BeO 、 MgO 、 Al_2O_3 等），

能经受温度骤变，上升到千度急冷而不开裂、不损坏。

现代飞行器，速度快，和大气摩擦产生高温（上千度甚至上万度），穿上现代陶瓷外衣才能当此重任。超高速飞机的雷达罩；导弹整流罩；导弹端头帽等。金属和陶瓷粉混合，高温制成金属陶瓷，同时具有陶瓷和金属的优点，韧、硬、轻。

● 独特的光性能

象玻璃一样透明（透明 Al_2O_3 ） 高压钠灯灯泡

作为光学材料，折射率高；透光性随温度变化小；可透红外，尤其是波长 $10\mu\text{m}$ 以上的红外线，玻璃甘拜下风。

绪 论

二 陶瓷的概念与分类

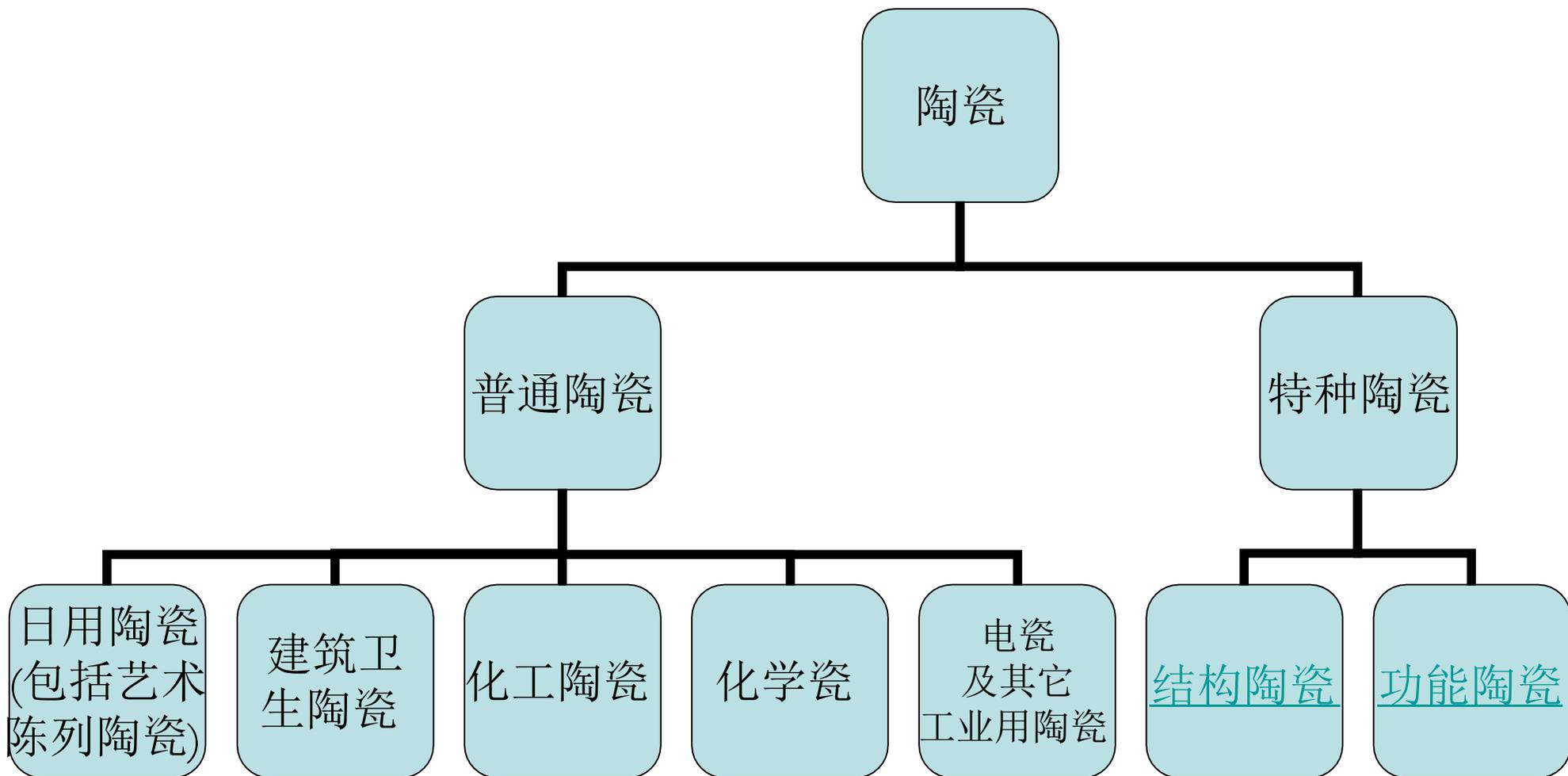
广义的陶瓷概念：用陶瓷生产方法制造的无机非金属固体材料和制品的通称。

德国陶瓷协会：“陶瓷是化学工业或化学生产工艺的一个分支，包括陶瓷材料和器物的制造或进一步加工成陶瓷制品(元件)。陶瓷材料属于无机非金属材料，最少含30% 晶体。一般是在室温中将原料成型，通过800℃以上的高温处理，以获得这种材料的典型性质。有时也在高温下成型，甚至可经过熔化及析晶等过程。”

美国和日本等国：Ceramics是包括各种硅酸盐材料和制品在内的无机非金属材料的通称，不仅指陶瓷，还包括水泥、玻璃、搪瓷等材料。

2. 陶瓷的分类

(1) 按陶瓷概念和用途来分类



绪 论

二. 陶瓷的概念与分类

1. 传统陶瓷

传统上，“陶瓷”是指所有以粘土为主要原料与其它天然矿物原料经过粉碎、混炼、成形、烧结等过程而制成的各种制品。

传统陶瓷包括常见的日用陶瓷制品和建筑陶瓷、电瓷等。



日用陶瓷—餐具



建筑陶瓷—地砖



电瓷

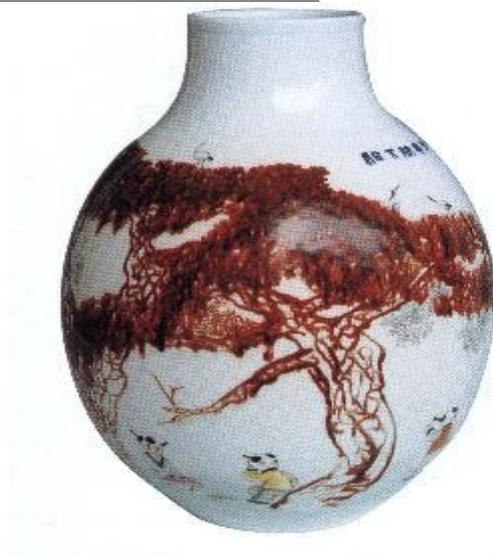
各色传统陶瓷



各色传统陶瓷—古陶瓷



宋代薄胎刻光碗



釉里红斗彩
(松下问童子)



古彩 人长寿



广州陶瓷杯碟—光绪年造

2. 陶瓷的分类

结构陶瓷定义：特种结构陶瓷是陶瓷材料的重要分支，它以耐高温、高强度、超硬度、耐磨损、抗腐蚀等机械力学性能为主要特征，因此在冶金、宇航、机械等领域有重要的应用。

- 结构陶瓷：

- 1) 氧化物： Al_2O_3 , ZrO_2 , 莫来石、锆英石、钛酸铝。

- 2) 碳化物： SiC / B_4C / TiC / ZrC /...

- 3) 氮化物： Si_3N_4 , BN , AlN

- 4) 硼化物： ZrB_2 , TiB_2

- 5) 硅化物： MoSi_2 ..

- 6) 其它结构陶瓷。

结构陶瓷主要是用于耐磨损、高强度、耐热、耐热冲击、硬质、高刚性、低热膨胀性和隔热等结构陶瓷材。 http://www.sic.ac.cn/xwzx/zhxw/201203/t20120330_3546910.html



不同形状氧化铝



碳化硅球



“中国载人航天工程突出贡献集体” 称号

2. 陶瓷的分类

功能陶瓷定义：对电、磁、光、热、化学、生物等现象或物理量有很强反应，或能使上述某些现象或量值发生相互转化的陶瓷材料。

• 功能陶瓷：

- 1) 电功能陶瓷：电介质陶瓷（电绝缘陶瓷--- BeO 、 Si_3N_4 、 Al_2O_3 、电容器介质陶瓷、压电陶瓷- BaTiO_3 ）、导电陶瓷（YSZ, LiCoO_2 ）、陶瓷超导材料（ BaYCuO ），铁电，压电，热释电、热电陶瓷
- 2) 光学陶瓷：激光陶瓷、闪烁陶瓷、电光陶瓷、陶瓷灯管、透明窗口陶瓷
- 3) 磁性陶瓷：以铁和氧为主的一种或多种金属元素组成的复合氧化物，又称铁氧体。尖晶石型 (MgFe_2O_4)、石榴石型、**钙钛矿型**、钛铁石型、氯化钠型、**金红石型**、非晶结构
- 4) 生物陶瓷：牙齿、人造骨骼等，主要有 Al_2O_3 、磷酸钙等

功能陶瓷中包括电磁功能、光学功能和生物-化学功能等陶瓷制品和材料，此外还有核能陶瓷和其它功能材料等。



电子绝缘件



PLZT、PMN-PT透明陶瓷



透明氧化铝陶瓷：
浙江中科天一照明 王士维

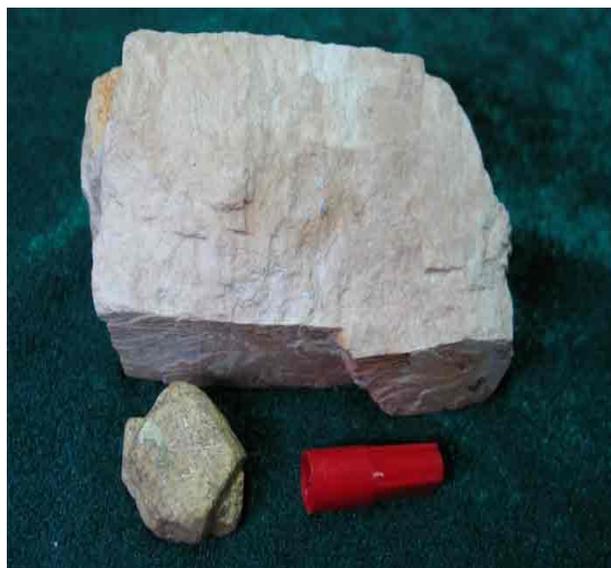
三、陶瓷的主要原料

传统陶瓷的主要原料：取之于自然界的硅酸盐矿物(如粘土、长石、石英等)，所以传统陶瓷可归属于硅酸盐类材料和制品。

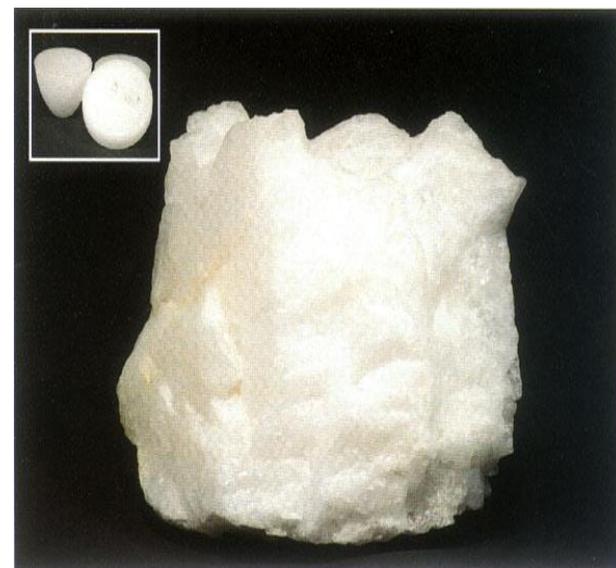
因此，陶瓷工业可与玻璃、水泥、搪瓷、耐火材料等工业同属“硅酸盐工业”的范畴。



粘土矿物—高岭石

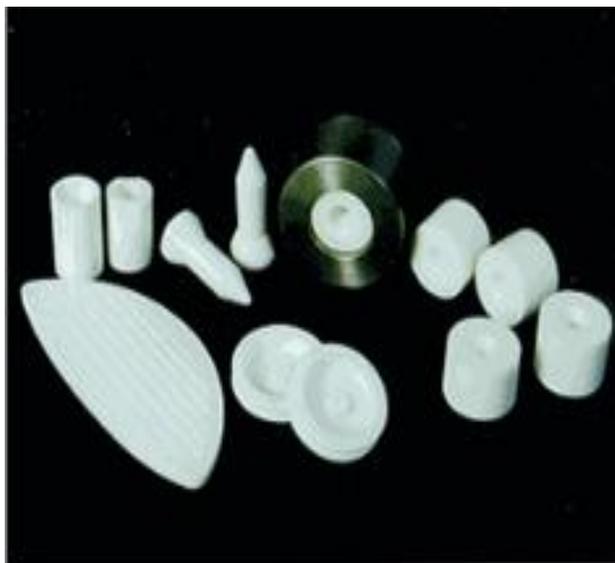


钾长石



石英

三、陶瓷的主要原料



氧化锆陶瓷



超声波雾化器用
压电陶瓷晶片

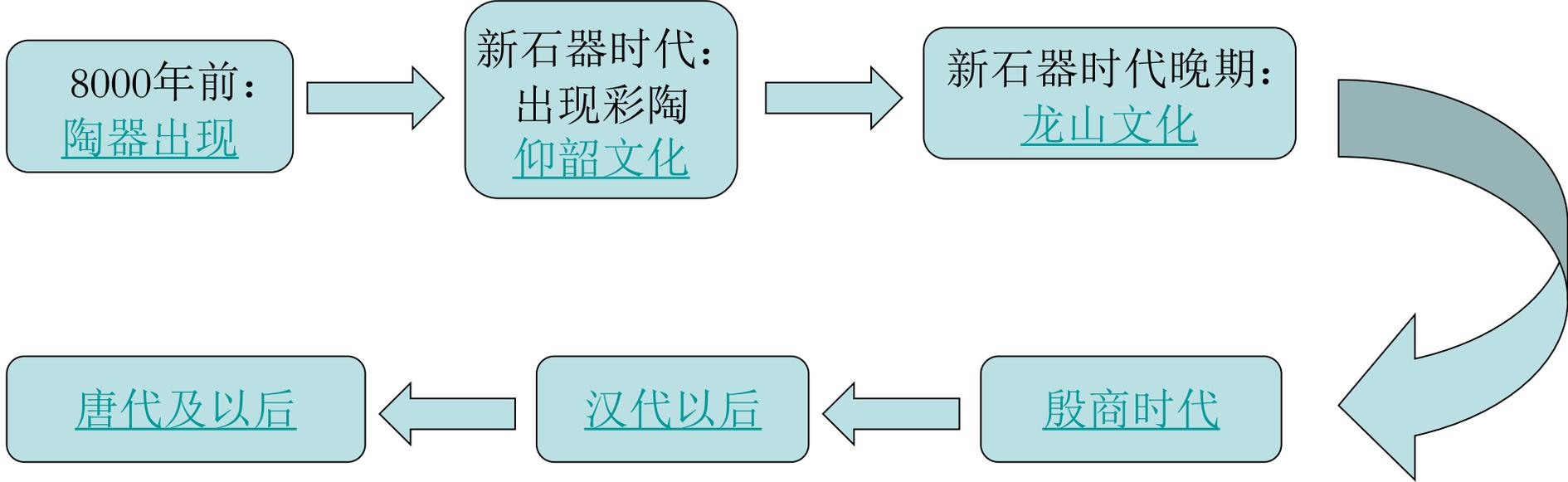


金属陶瓷阀门

这些氧化物陶瓷、压电陶瓷、金属陶瓷等的生产过程基本上还是原料处理、成形、烧结这种传统的陶瓷生产方法，但原料已不再使用或很少使用粘土等传统陶瓷原料，而已扩大到化工原料和合成矿物，甚至是非硅酸盐、非氧化物原料，组成范围也延伸到无机非金属材料的范围中，并且出现了许多新的工艺。

四、我国陶瓷技术发展历史

“China” 意为 “中国” ； “china” 意为 “瓷器”



四、我国陶瓷技术发展历史

陶器出现



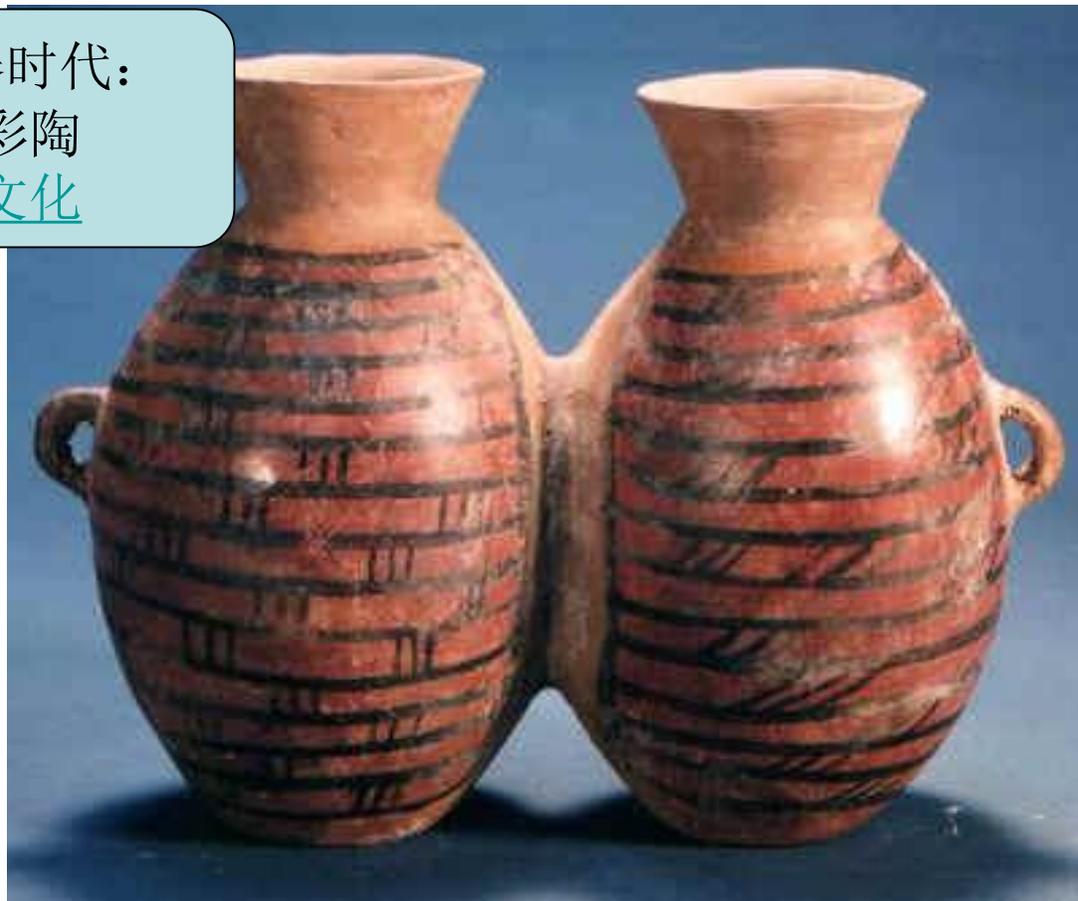
裴李岗文化时期的陶器（距今约8000年）。出土于河南省郑州市新郑市裴李岗村。出土的陶器主要以泥质红陶和夹砂红陶为主，红陶在中国出现最早，烧成温度900℃左右。

1、8000年前：
陶器出现

四、我国陶瓷技术发展历史

彩陶双连壶

2.新石器时代：
出现彩陶
仰韶文化



仰韶文化时期陶器
1972年河南省郑州市大河村出土



四、我国陶瓷技术发展历史

3.新石器时代晚期： 龙山文化

山东历城县龙山镇出现了“黑陶”。所以这个时期称为“龙山文化”时期，又称“黑陶文化”。龙山黑陶在烧制技术上有了显著进步，它广泛采用了轮制技术，因此，器形浑圆端正，器壁薄而均匀，将黑陶制品表面打磨光滑，乌黑发亮，薄如蛋壳，厚度仅1mm，人称“蛋壳陶”。



龙山文化时期出土的黑陶（距今约4600—4000年）



四、我国陶瓷技术发展历史

4、殷商时代

殷商时代的陶器**从无釉到有釉**，是制陶技术上的重大成就。为从陶过渡到瓷创造了必要的条件，这一时期釉陶的出现是我国陶瓷发展过程中的“**第一次飞跃**”。



商代早期陶器（河南荥阳出土）



商代几何纹白陶甗
陶器向瓷器过渡



四、我国陶瓷技术发展历史

汉代以后：釉陶逐渐发展成瓷器，无论从釉面和胎质来看，瓷器的出现无疑是釉陶的“第二次飞跃”。

在浙江出土的东汉越窑青瓷是迄今为止我国发掘的最早瓷器，距今已有1700年。当时的釉具有半透明性，而胎还是欠致密的。这种“重釉轻胎倾向”一直贯穿到宋代的五大名窑(汝、定、官、越、钧)。



彩绘陶甗

西汉（公元前206—公元24年）
1975年河南省三门峡市出土



黄釉舞乐扁壶

北齐武平六年（公元575年）
1971年河南省安阳县范粹墓出土

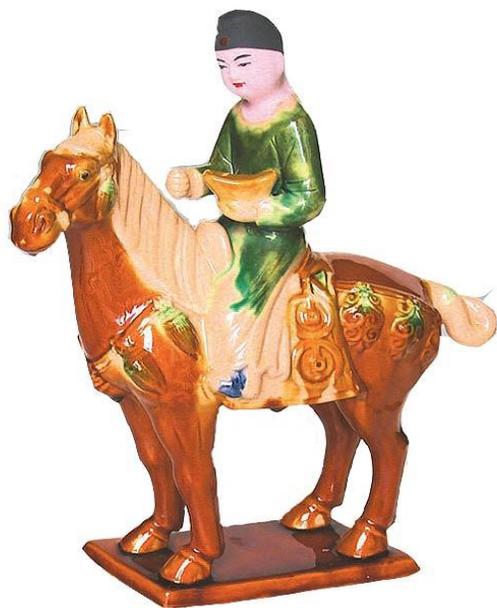
5. 汉代以后：瓷器



四、我国陶瓷技术发展历史

唐代：“第三次飞跃”是瓷器由半透明釉发展到半透明胎。

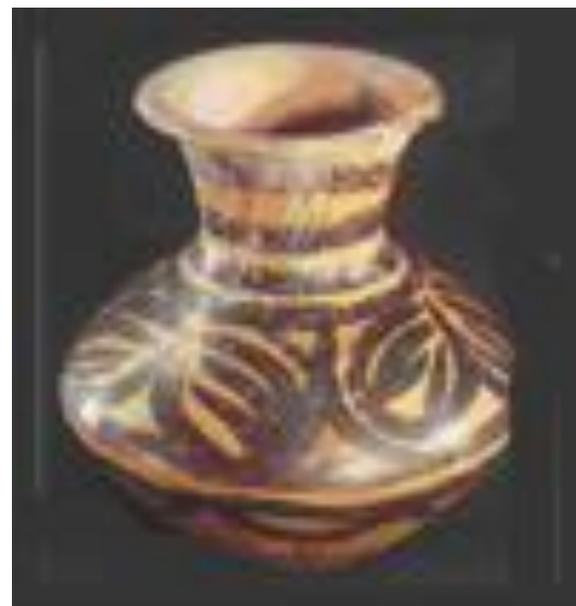
唐代越窑的青瓷、邢窑的白瓷、宋代景德镇湖田、湘湖窑的影青瓷都享有盛名。到元、明、清朝代，彩瓷发展很快，釉色从三彩发展到五彩、斗彩，一直发展到粉彩、珐琅彩和低温、高温颜色釉。



唐三彩



钧瓷



景德镇陶瓷

6.唐代及以后



四、我国陶瓷技术发展历史

我国的陶瓷发展经历了三个阶段，取得三个重大突破：

三个阶段： a. 陶器

b. 原始瓷器(过渡阶段)

c. 瓷器

三个重大突破： a. 原料的选择和精制

b. 窑炉的改进和烧成温度的提高

c. 釉的发现和使用。

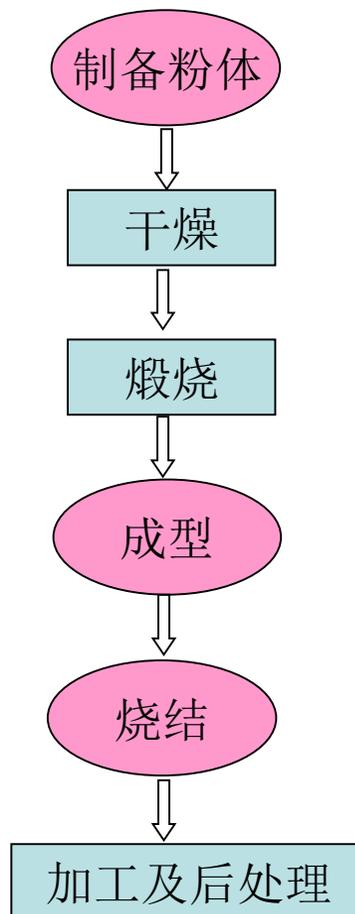
近30年来，特种陶瓷飞速发展。

五、主要研究单位

- 日本在陶瓷行业领先：**NIMS**、东北大学
中国、美国、欧洲相差不大。
- 美国：**G.L. Messing**/宾州州立大学
- 欧洲：德国马普所、斯德哥尔摩大学
- 中国：中国科学院上海硅酸盐研究所、清华大学、哈工大、西北工业大学、武汉理工、北京建材研究院、中国科大

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

1、制备流程



- 粉体制备、成型、烧结为关键步骤。

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

2、所需基本设备a—粉体制备



行星式球磨机



通风橱等

搅拌器、油浴锅、水浴锅、离心机、抽滤泵、超声器等。



研磨机



滚筒式球磨机

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

2、所需基本设备b—粉体干燥



干燥箱



微波干燥设备



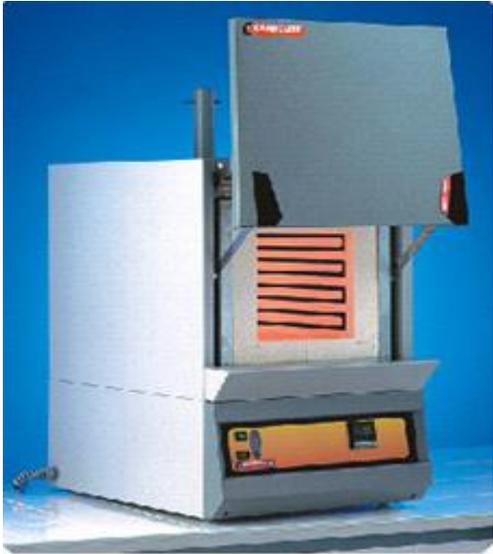
冷冻干燥



喷雾干燥设备

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

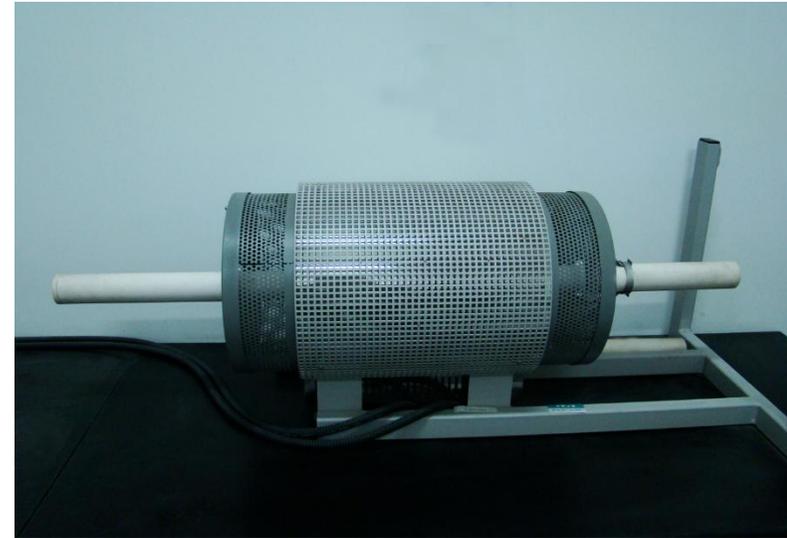
2、所需基本设备c—煅烧



马弗炉 ($<1200^{\circ}\text{C}$)



硅钼棒马弗炉 ($<1700^{\circ}\text{C}$)



管式炉 (通气氛)

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

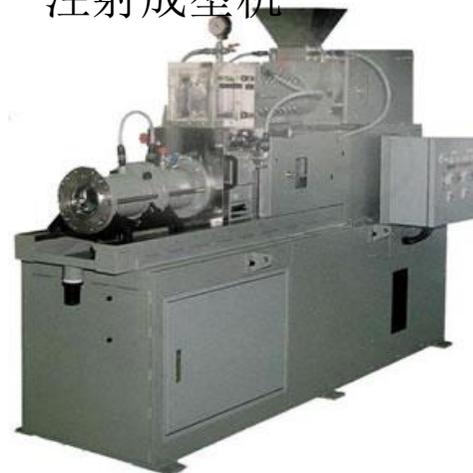
2、所需基本设备d—成型



干压成型机



注射成型机



挤压成型机

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

2、所需基本设备e—烧结



热压烧结炉



氢气烧结炉



放电等离子体快速烧结设备



真空烧结炉



多功能高温装置



微波烧结炉

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

2、所需基本设备f— 加工



切割机



磨床—粗磨



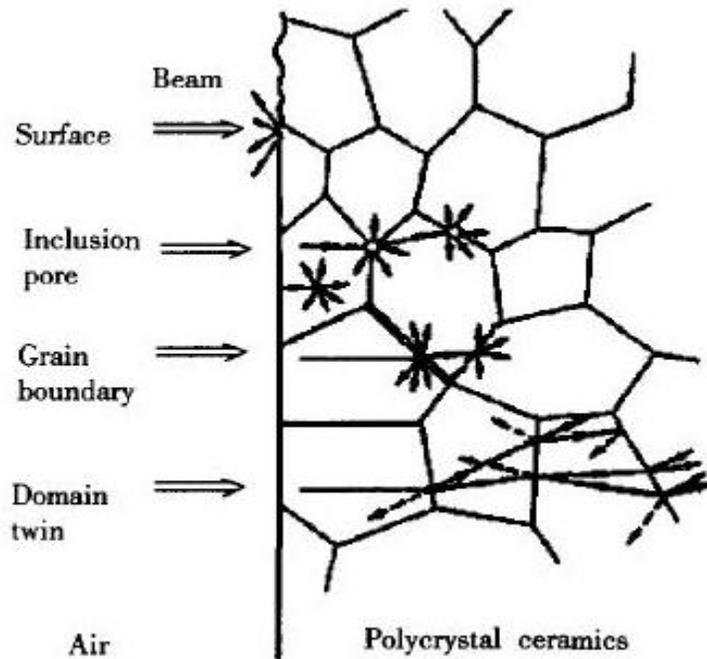
精磨抛光机

六、陶瓷制备流程、设备及分析手段

3、分析手段

- 1) 综合化学分析
- 2) X射线衍射
- 3) 光学显微镜
- 4) 扫描电镜
- 5) 透射电镜
- 6) 热重—差热分析
- 7) 辉光放电质谱
- 8) 红外光谱
- 9) 俄歇探针
- 10) 热学性能
- 11) 力学性能
- 12) 电学性能
- 13) 光学性能

七、陶瓷制备举例— $Y_3Al_5O_{12}$ 透明陶瓷



对透明陶瓷的原料要求：

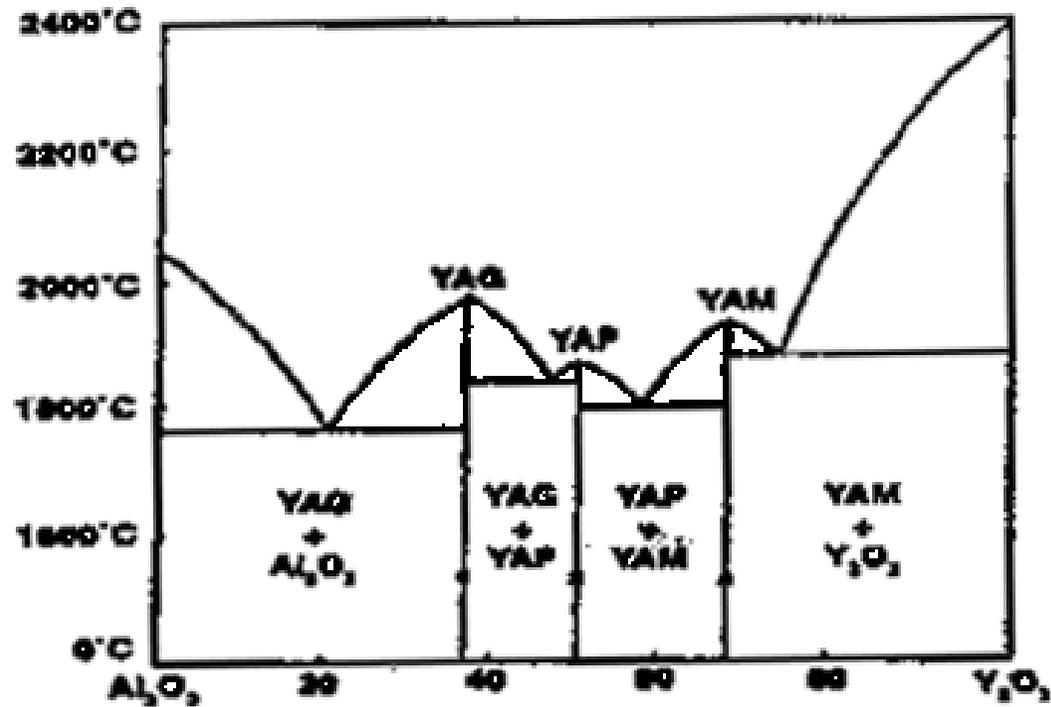
- ✓ 纯相
- ✓ 纯度 $\geq 99.99\%$
- ✓ 球形，粒径分布均匀，无硬团聚的粉体。

Schematic of scattering ray in ceramics

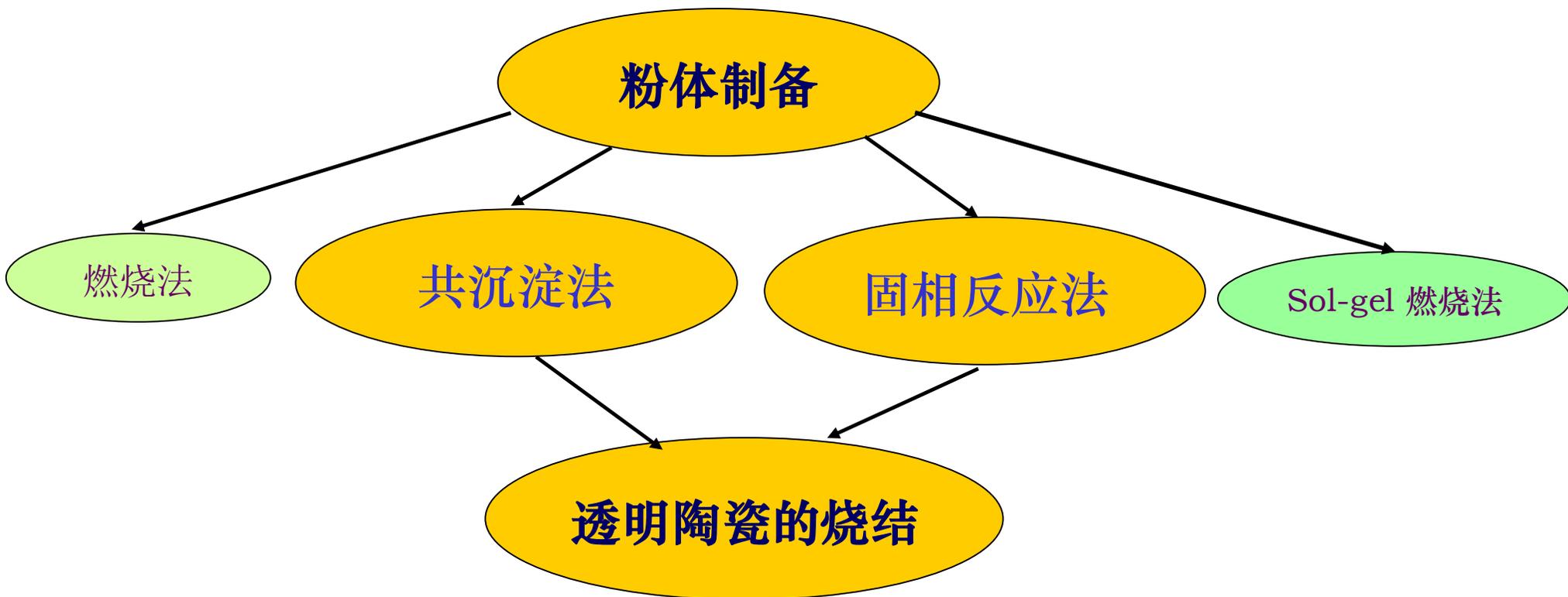
透明陶瓷的要求：1)致密度 $>99.5\%$ ；2)晶界薄；3)纯相；4)表面光洁，散射损失小。

$Y_2O_3-Al_2O_3$ 相图

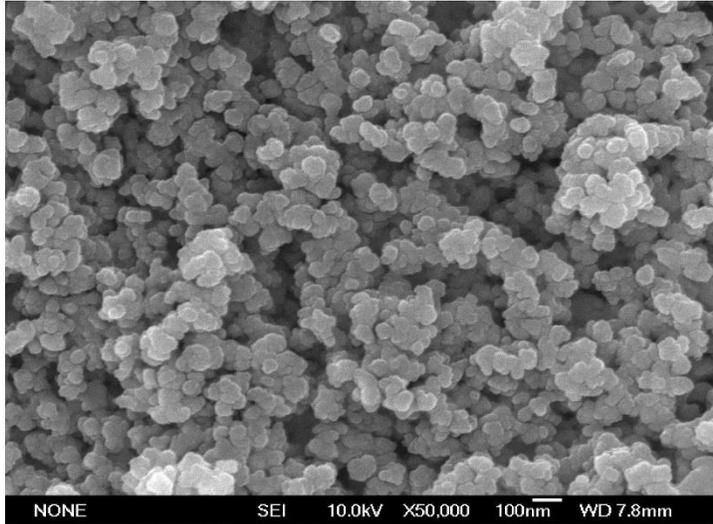
(YAG: $Y_3Al_5O_{12}$ YAM: $Y_4Al_2O_9$ YAP: $YAlO_3$)



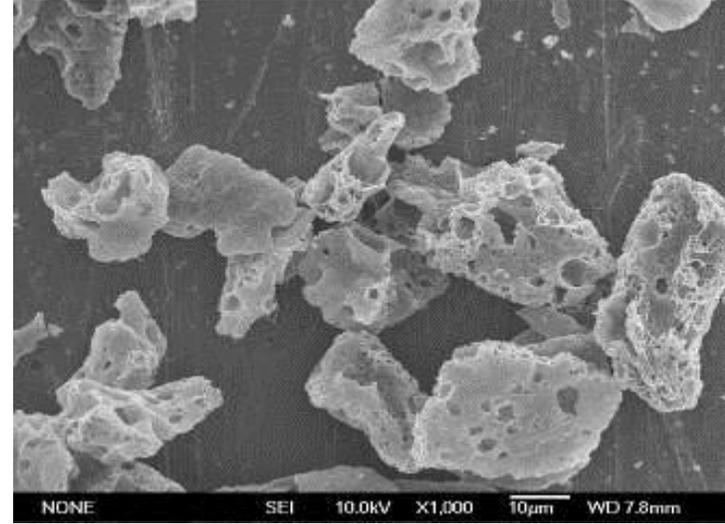
流程图



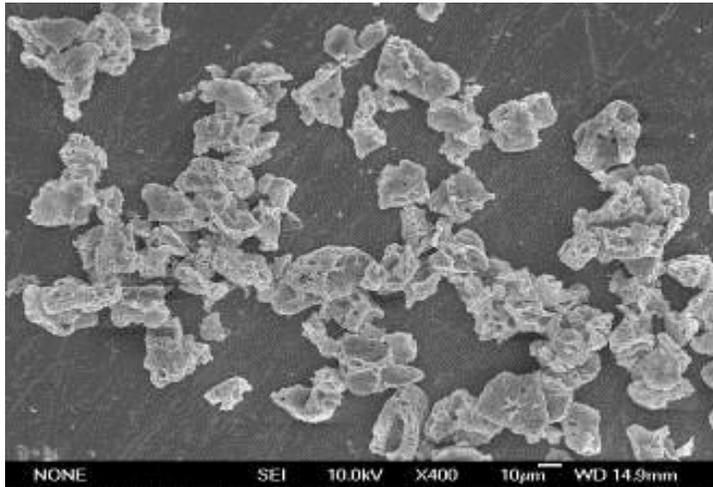
煅烧后粉体形貌比较



共沉淀法



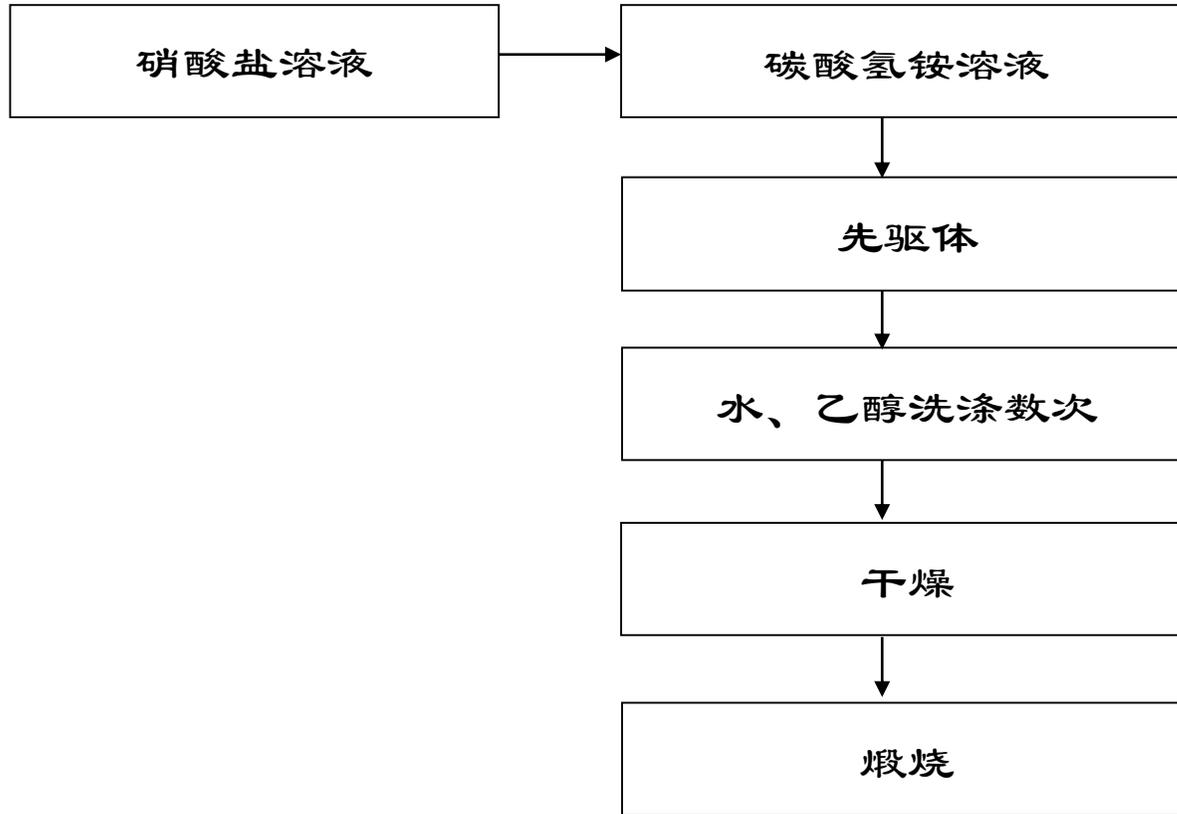
sol-gel 燃烧法



燃烧法

- 燃烧法和sol-gel燃烧法所得粉体颗粒粗大，形状不规则，且表面有气孔。
- 共沉淀法所得粉体基本为球形，50 nm左右，很少硬团聚。

共沉淀流程图

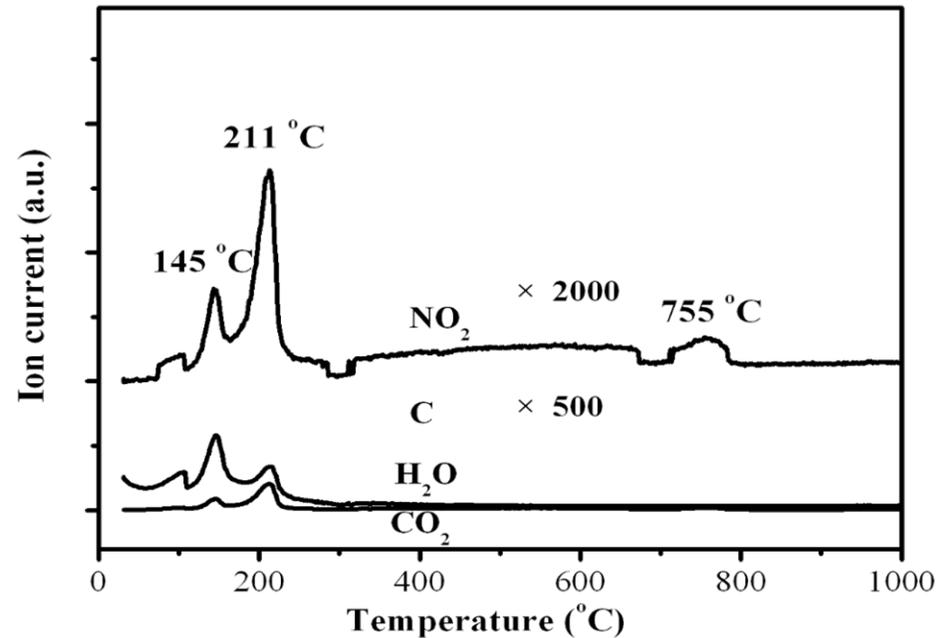
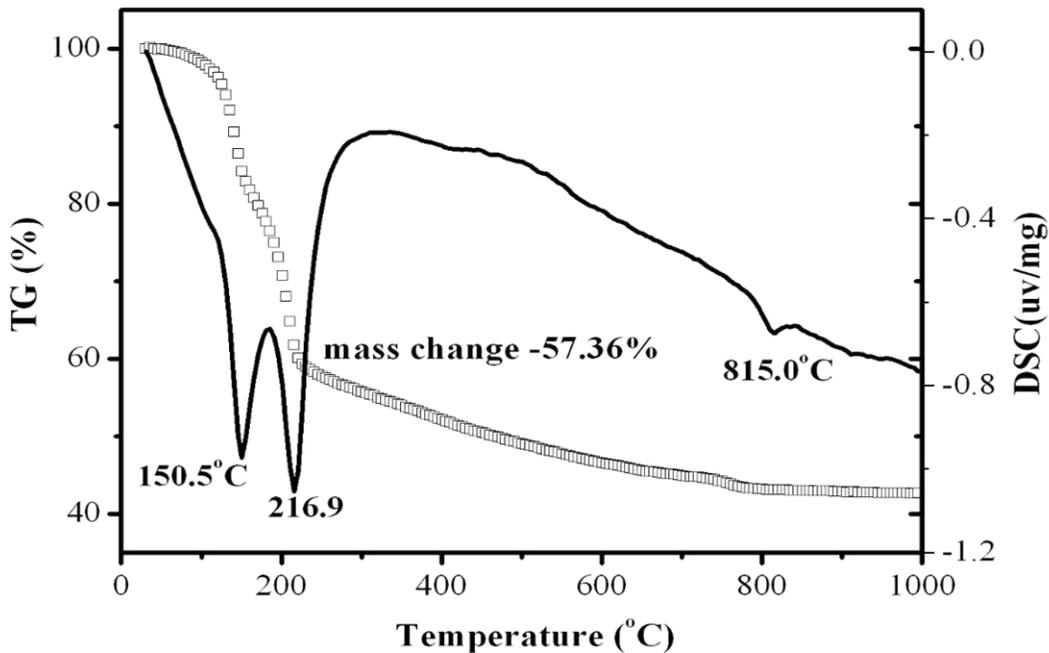


性能检测：

XRD, FESEM, TG-DSC-MS, FTIR, BET, EPMA

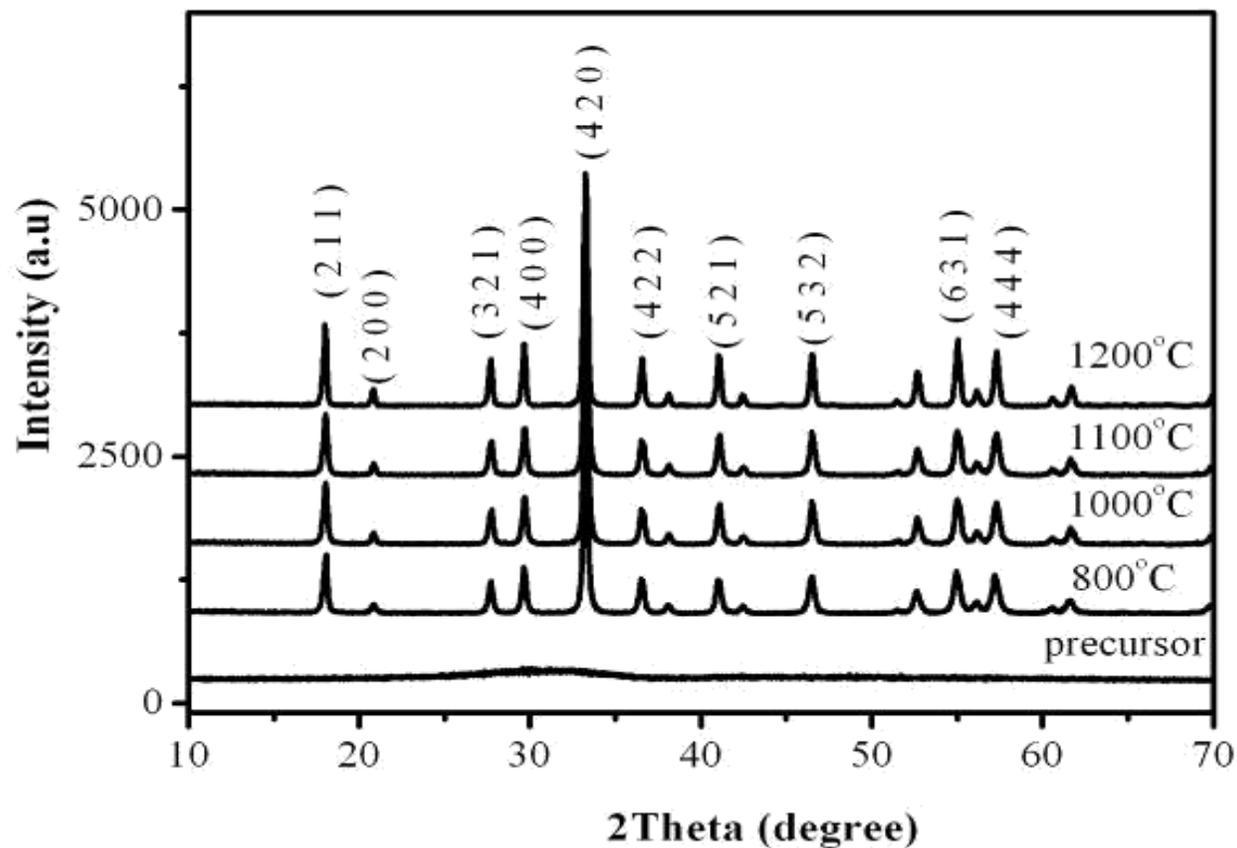
Fluorolog-3 荧光光谱仪

980, 940, 796 nm 半导体激光器和疝灯激发源



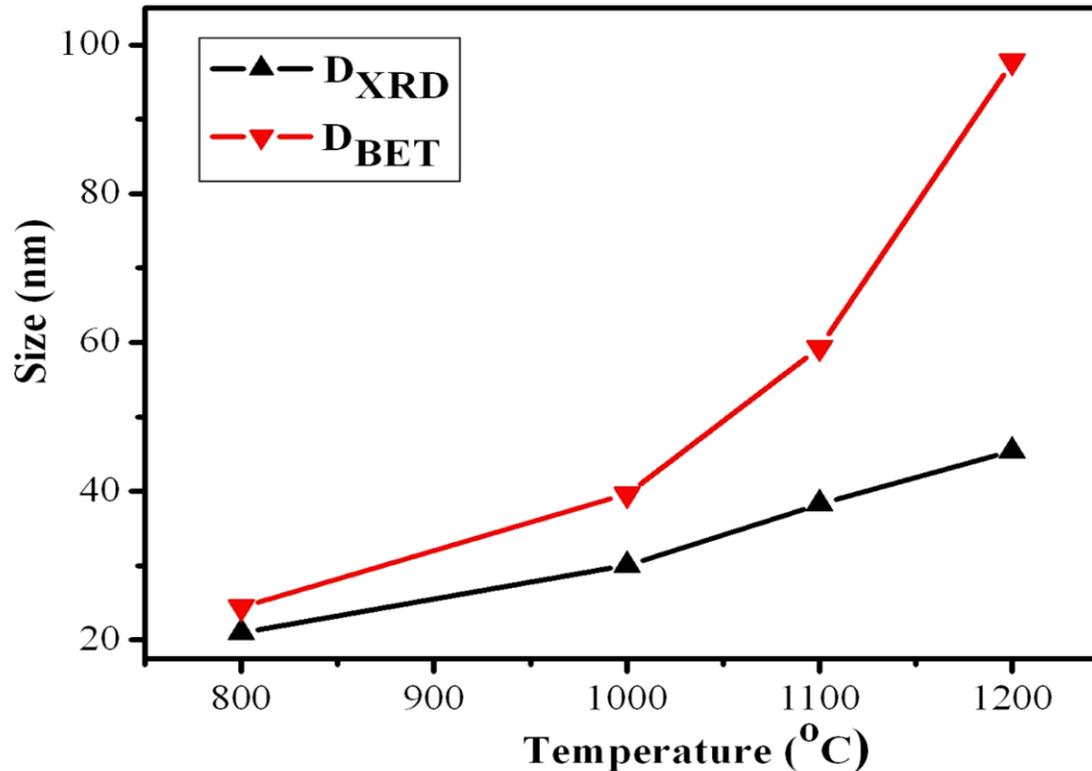
- 前驱体分子式为 $Y_3Al_5(OH)_x(CO_3)_y(NO_3)_z \cdot nH_2O$
- 150–300°C 的失重主要是由于 H_2O , OH^- , CO_3^{2-} , NO_3^- 的脱出, 在 755°C 仍有 C, CO_2 , NO_2 的放出。
- 在 815°C 时 YAG 开始结晶。

共沉淀法XRD图



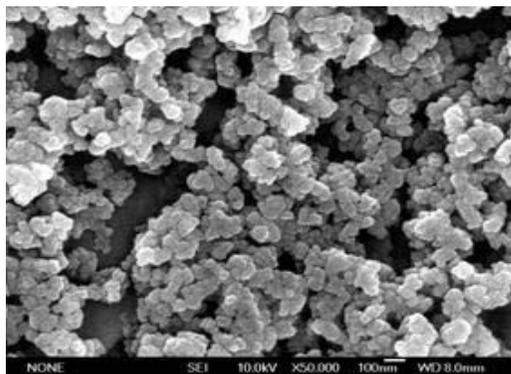
800°C时, 前驱体由无定形态转变为YAG纯相, 随煅烧温度的升高, 结晶进一步完善, 晶粒长大。

晶粒尺寸与煅烧温度关系

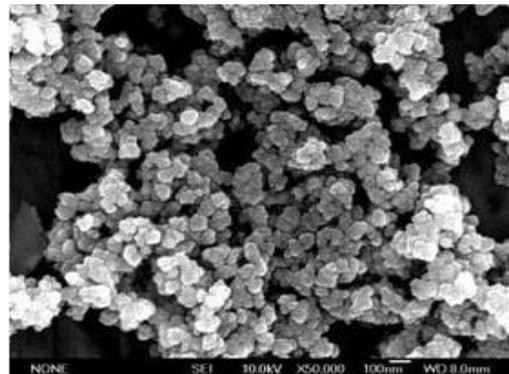


- 随着煅烧温度的提高，晶粒长大；当煅烧温度升高到1200°C时，由XRD和比表面积计算的大小分别为45.4和97.8 nm，说明粉体颗粒之间出现硬团聚甚至相临颗粒之间部分烧结。

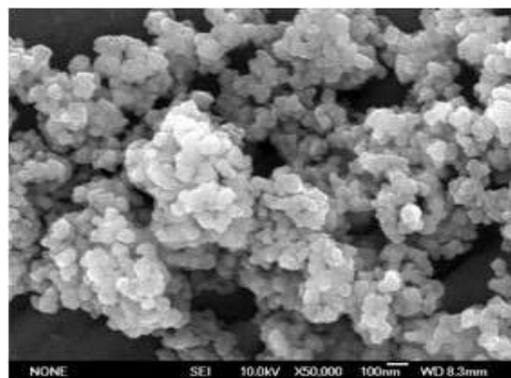
煅烧温度对粉体形貌影响



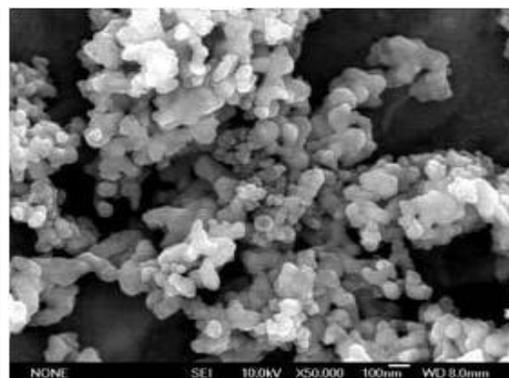
800°C



1000°C



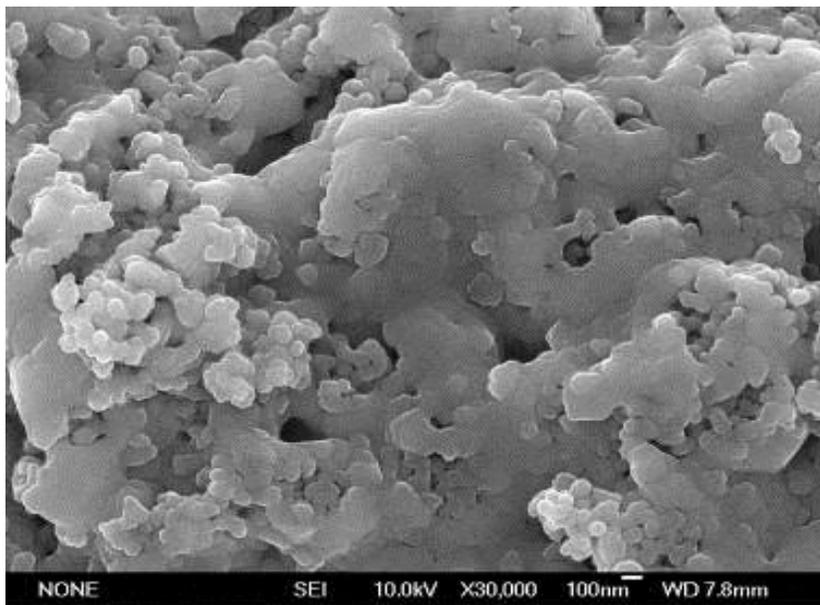
1100°C



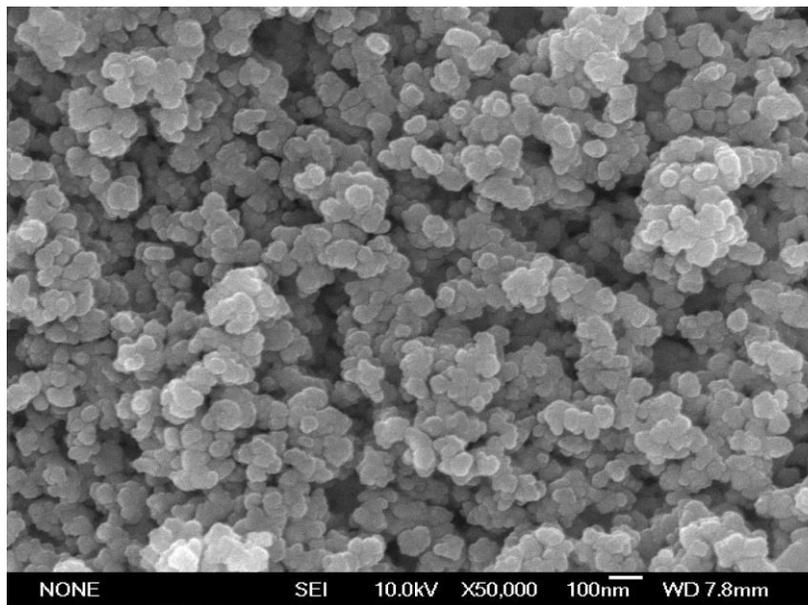
1200°C

和上面的计算吻合，随着煅烧温度的提高，晶粒长大；当煅烧温度升高到1200°C时，粉体颗粒之间出现硬团聚甚至相临颗粒之间部分烧结。

沉淀剂对粉体形貌影响



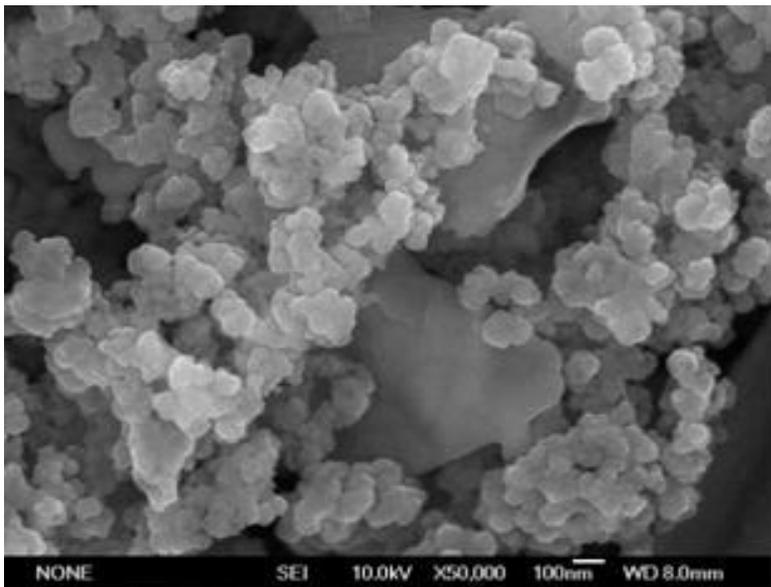
$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 作为沉淀剂



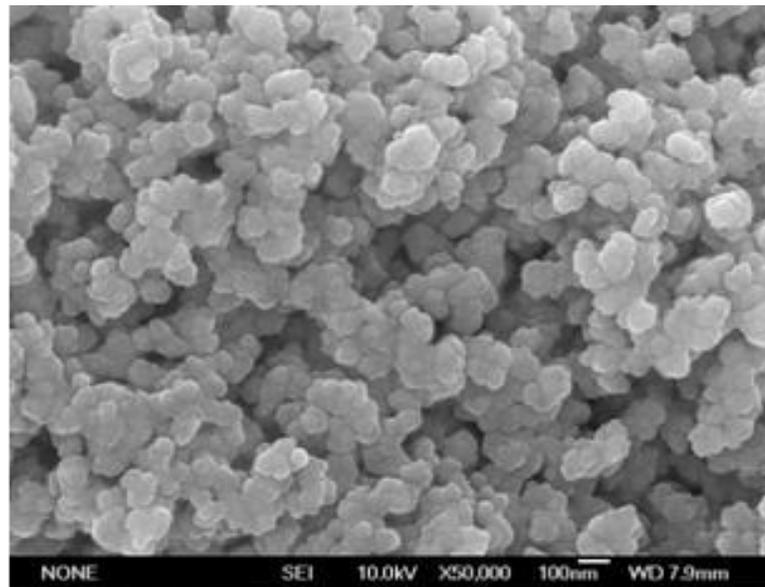
NH_4HCO_3 作为沉淀剂

经过 1000°C 煅烧后， $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 作沉淀剂所得粉体团聚严重，烧结活性差，而 NH_4HCO_3 作沉淀剂所得粉体为球形，基本无硬团聚，烧结活性好。

分散剂对粉体形貌影响



不添加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$



添加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

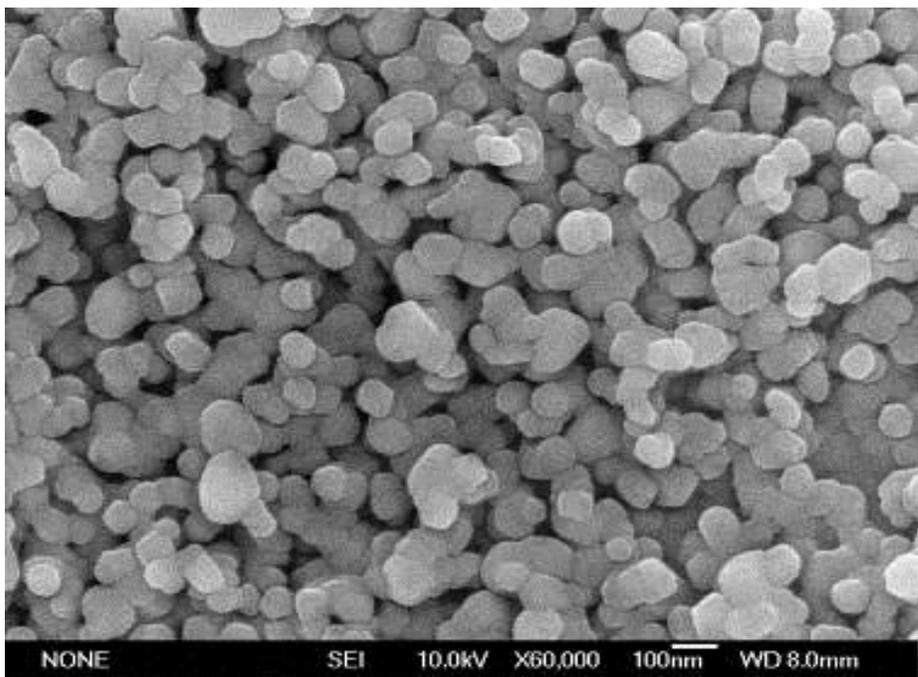
FESEM 照片

分散剂大大减轻了粉体的团聚。

小结

- 采用共沉淀法，所制备的粉体基本为球形，很少硬团聚、流动性和分散性能良好，具有较高的烧结活性。
- 共沉淀制备工艺中，煅烧温度、沉淀剂和分散剂为粉体形貌的主要因素。

工艺优化后YAG粉体的FESEM形貌

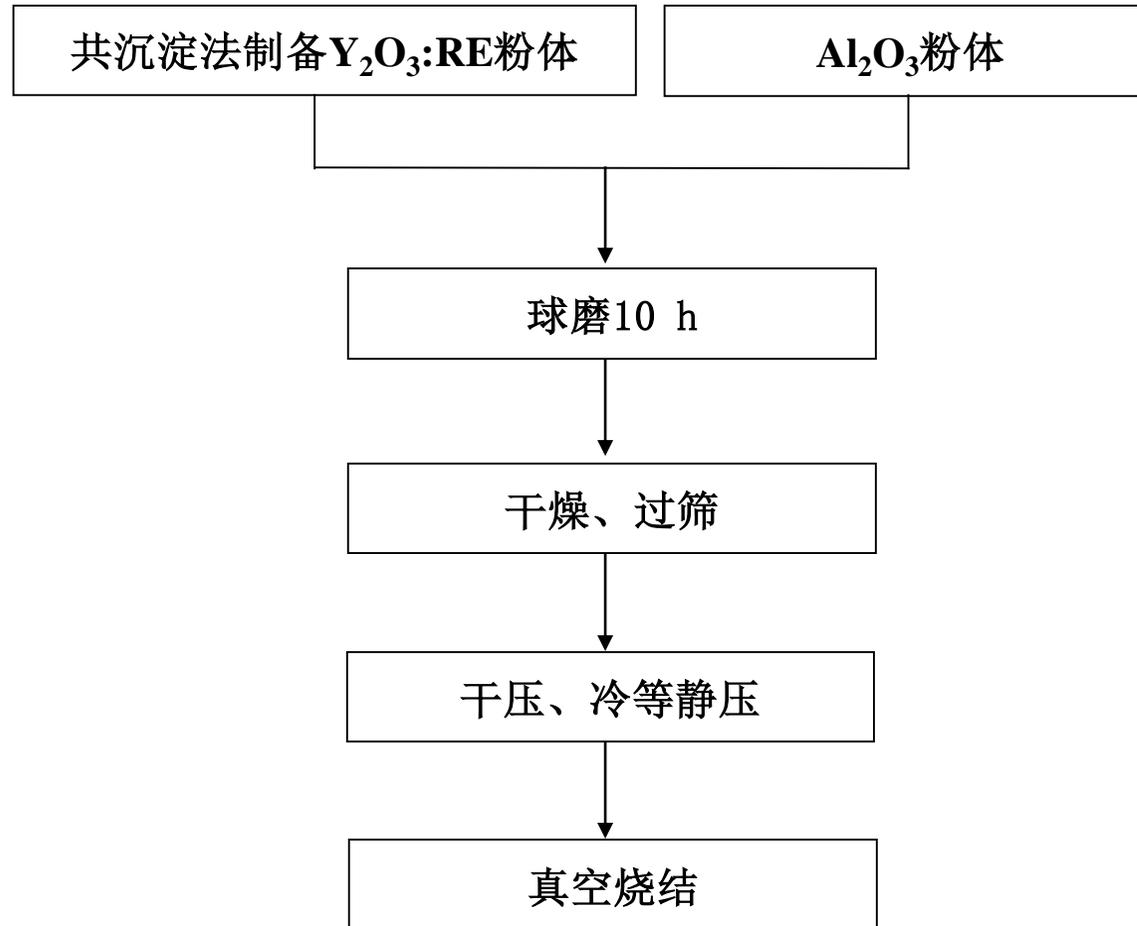


- 纳米粉体基本为球形，尺寸分布均匀，约为50 nm，基本没有硬团聚。

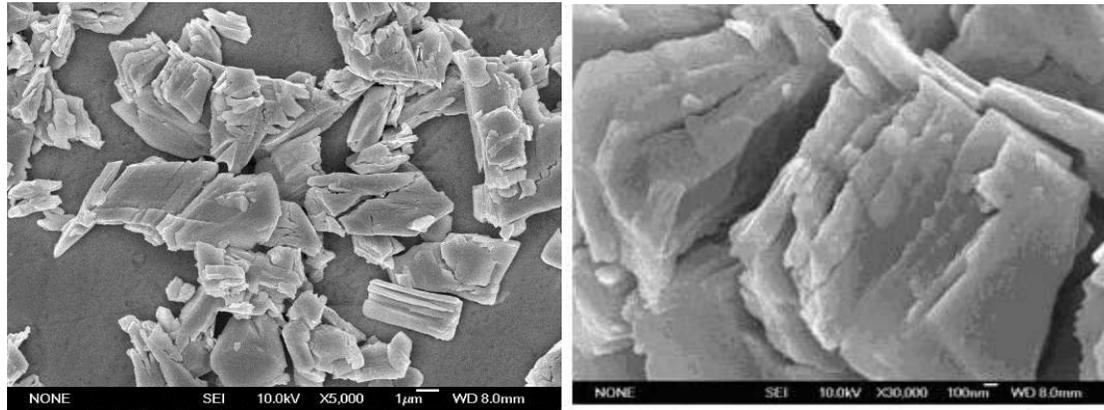
透明陶瓷的真空烧结

- ✓ 共沉淀法制备粉体
- ✓ 固态反应法

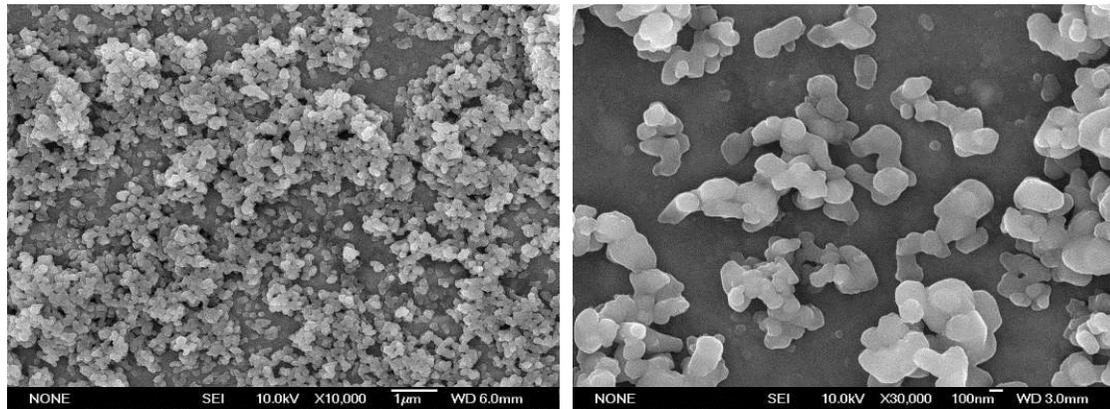
固相法制备透明陶瓷



固相法制备透明陶瓷



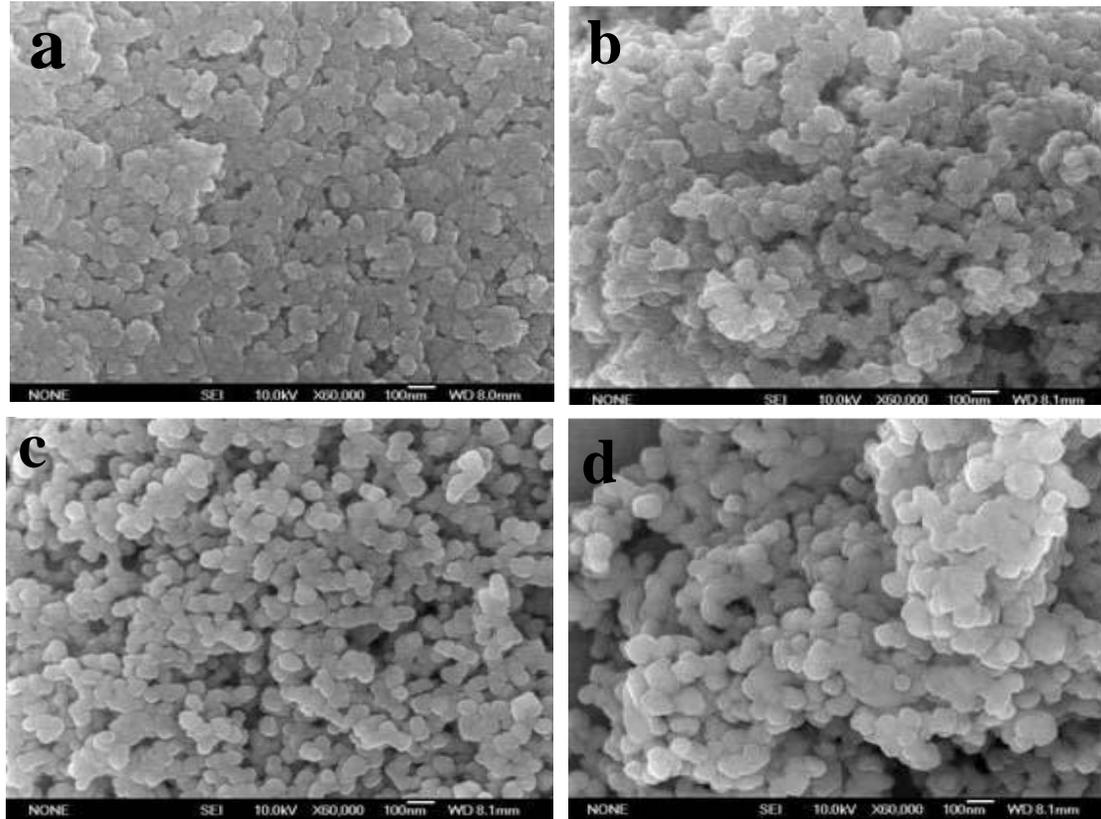
(a) 市售 Y_2O_3 粉体



(b) 市售 Al_2O_3 粉体

市售的 Y_2O_3 粉体颗粒粗大，为几个微米，且粉体大多为磷片状结构。用这样的粉体做初始原料，活性差，不利于透明陶瓷的烧结。

共沉淀制备 Y_2O_3 粉体

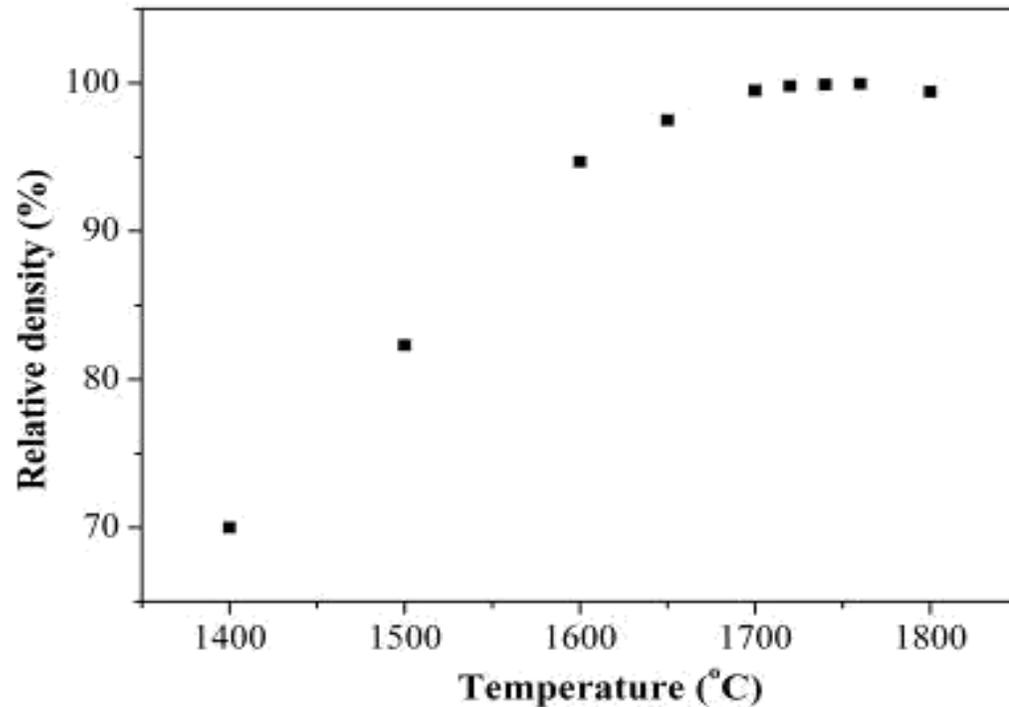


不同温度煅烧后 Y_2O_3 粉体的FESEM形貌图(a) 700°C(b) 900°C
(c) 1000 °C (d) 1100°C

选用1000°C 煅烧后 Y_2O_3 粉体和商业 Al_2O_3 粉体来烧结YAG透明陶瓷。

Setting the sintering system

Relative density----sintering temperature



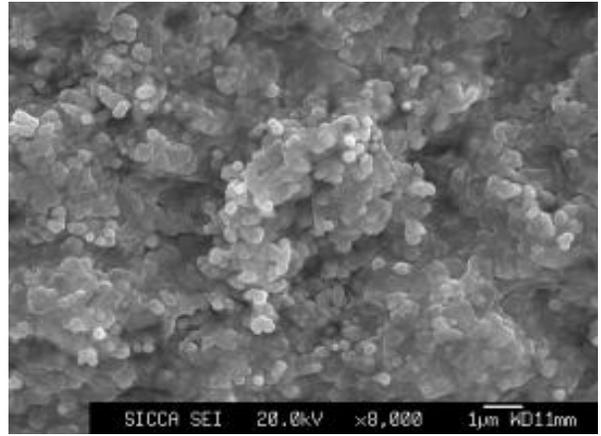
The main sintering stage is between 1400°C and 1650°C

烧结制度的确定

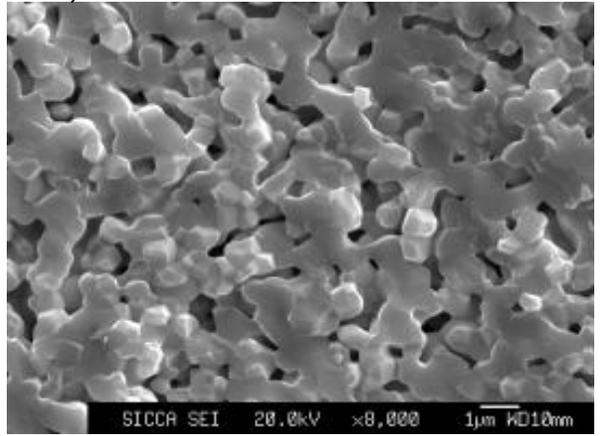
Setting the sintering system

Close pores began to form between 1500-1600°C

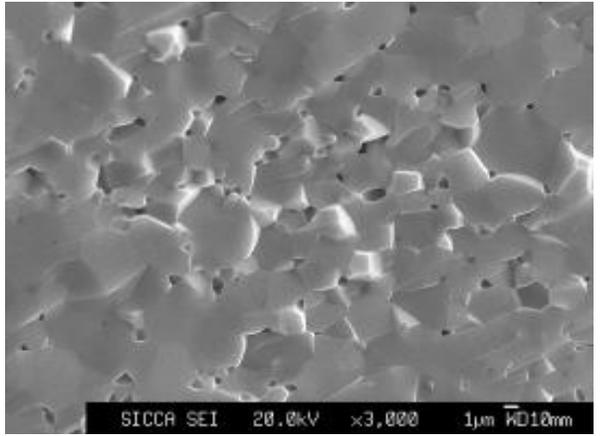
The microstructure of transparent ceramics sintered at different temperature



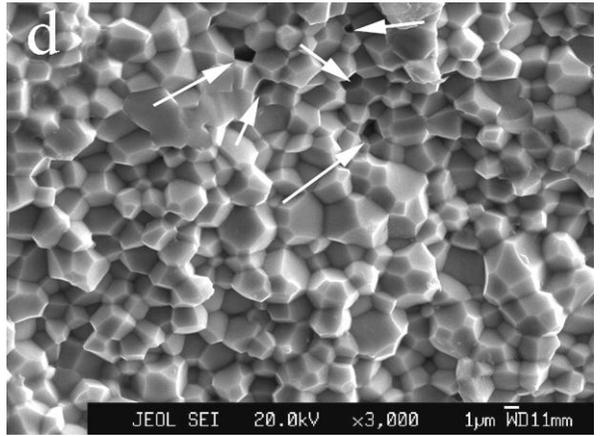
1400°C



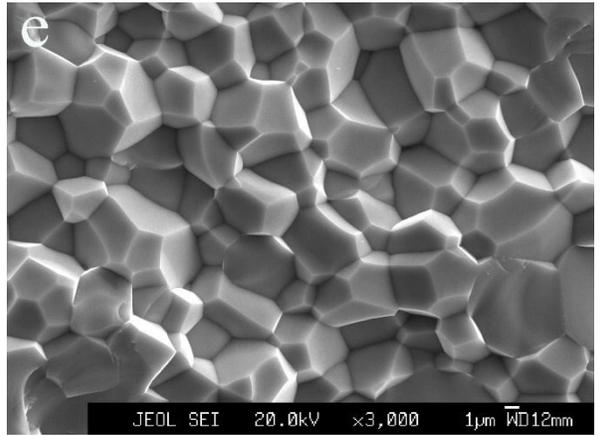
1500°C



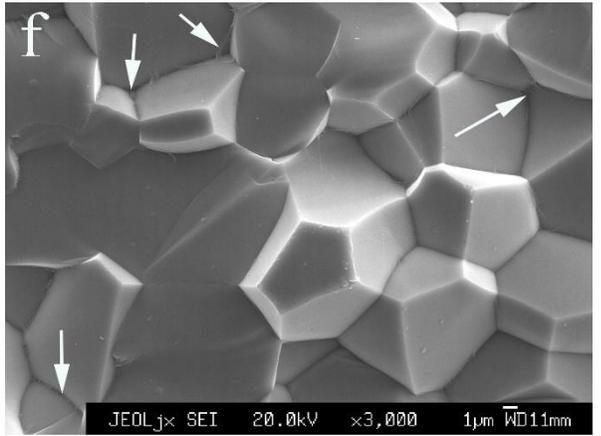
1600°C



1720°C

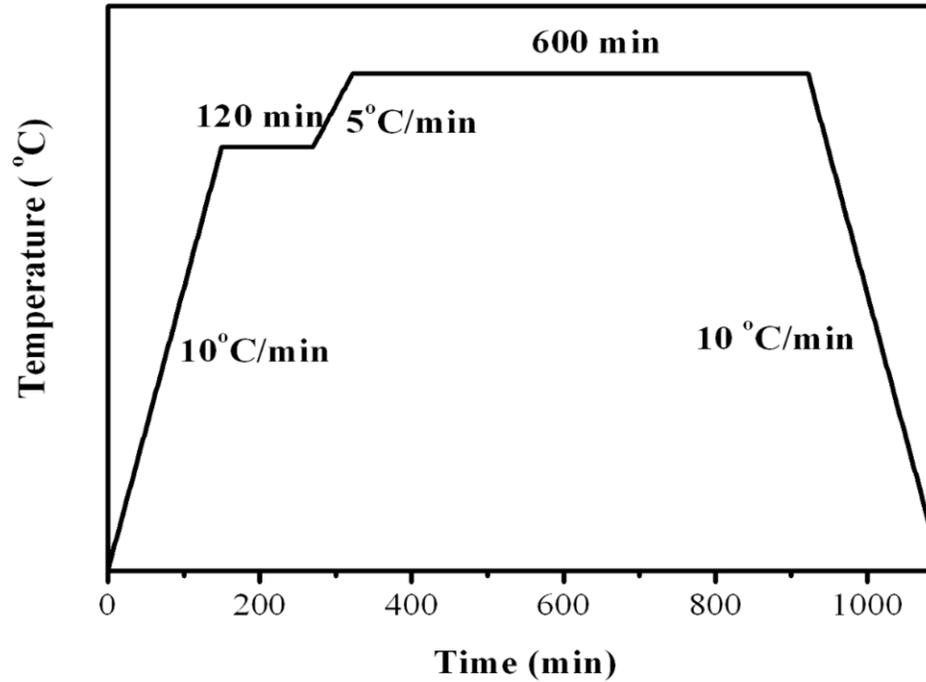


1760°C



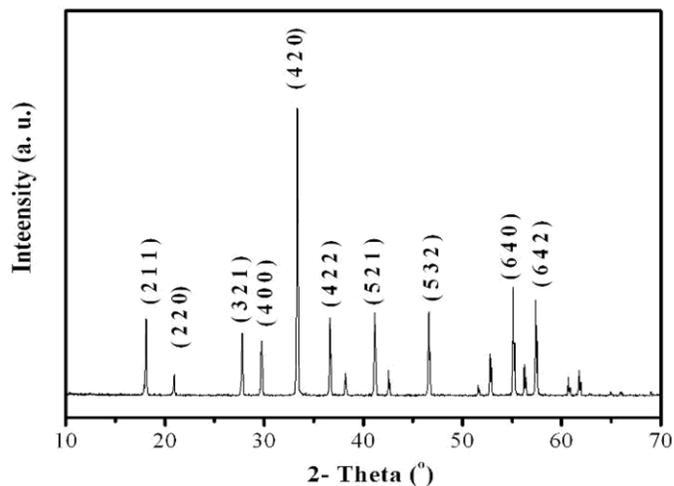
1800°C

Sintering system



Holding at 1500°C for 2h to remove the pores.

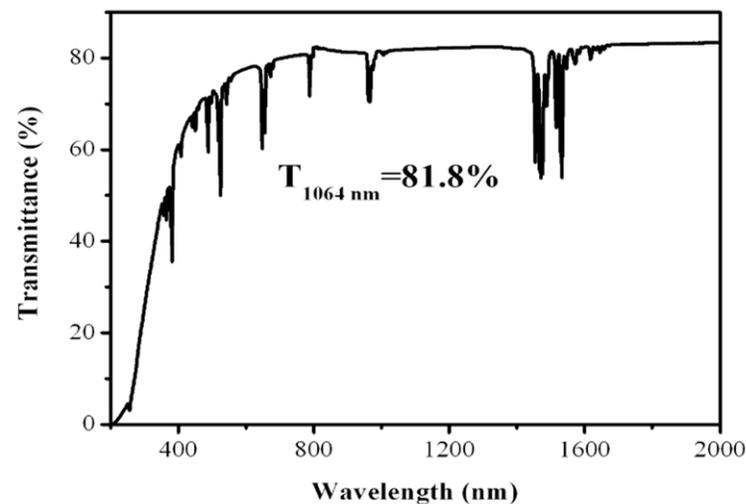
透明陶瓷照片



XRD图



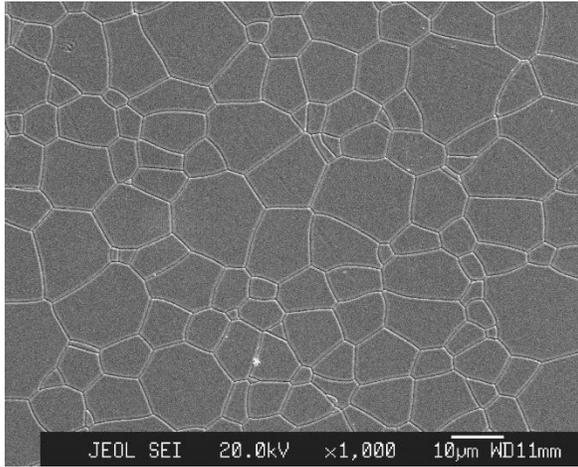
实物照片



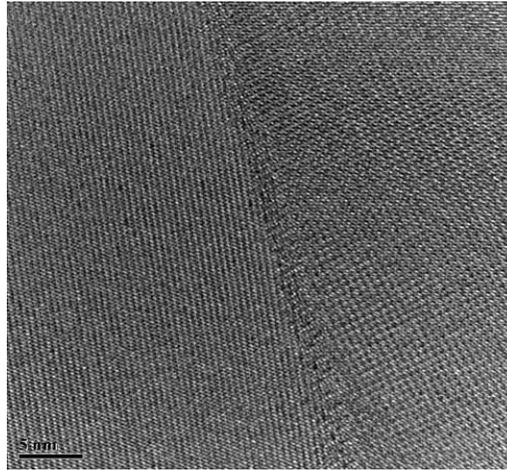
透过光谱图

- 1760°C真空烧结，获得YAG:Er纯相。
- 1 mm厚的透明陶瓷 在1064 nm处透过率达到81.8%，接近YAG的理论透过率83.8%。

透明陶瓷显微结构



表面形貌



高分辨照片

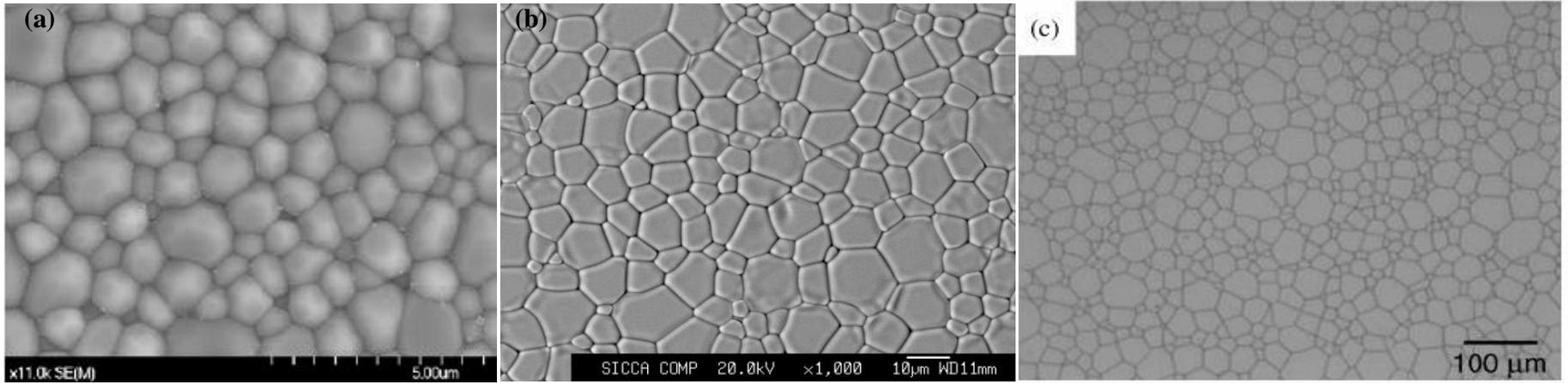
元素	Y	Al
晶粒内 (wt%)	57.2	42.8
晶界 (wt%)	56.9	43.1
理论值(wt%)	57.0	43.0

EDS分析

- 陶瓷的晶粒尺寸大小均匀，约为 $10\ \mu\text{m}$ 。表面基本看不到气孔。
- 晶界为 $2\ \text{nm}$ 左右，极为干净，几乎观察不到晶界相的存在,这对于获得透明陶瓷是极为有利的。
- 晶粒内和晶界上元素组成基本一致，没有明显的组成偏析。

陶瓷透过率影响因素：晶粒大小

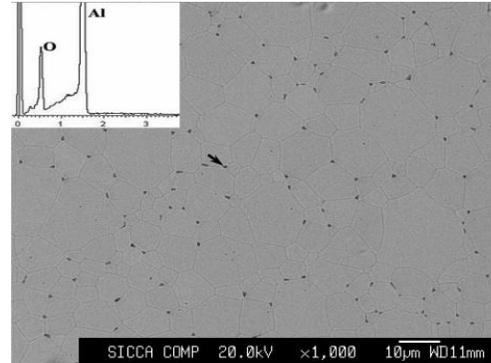
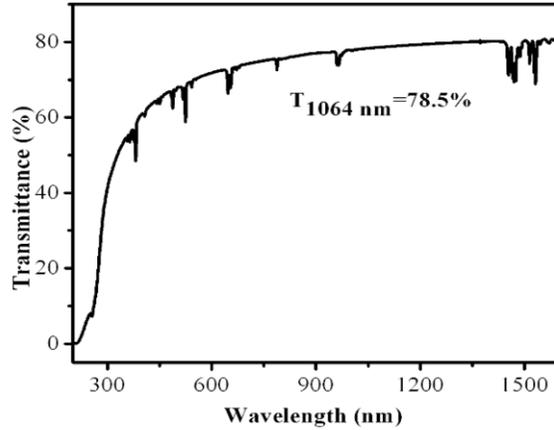
一般认为，影响陶瓷透过率的主要因素有三：即气孔、晶界散射和晶粒尺寸。



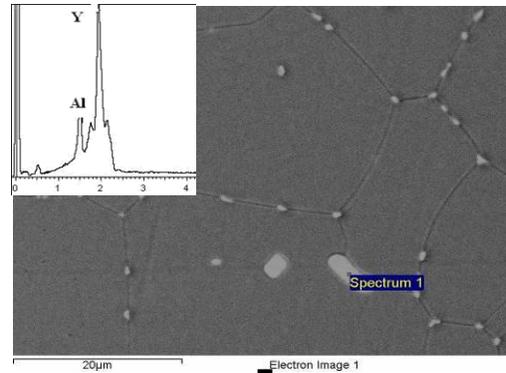
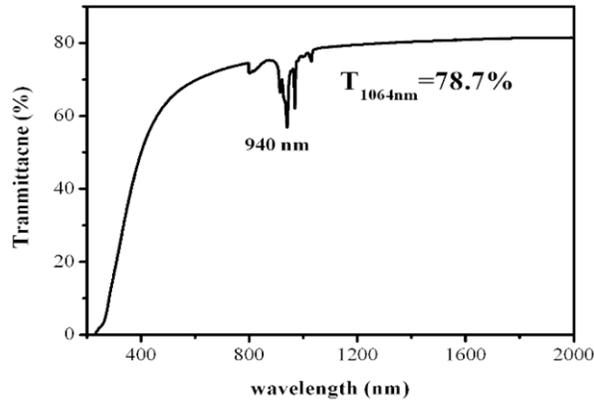
显微结构(a) Konishima Company (b)SICCAS(c) Ikesue

日本神岛公司、上海硅酸盐所以及Ikesue均获得了透过率在80%以上的YAG透明陶瓷，其晶粒尺寸分别为1.5 μm, 10 μm和50 μm，范围比较宽。所以我们认为，晶粒尺寸对透过率的影响不大。个人认为，在保证晶界干净的情况下，晶粒大小对透过率影响不大。但是，如果晶界上有杂质存在，则晶粒越小，晶界越多，从而导致更多的光散射，透过率下降。

陶瓷透过率影响因素：晶界相



a) Al_2O_3 晶界相



(b) 晶界上 Y_2O_3 富集

- 在存在晶界相的情况下，仍然得到透明陶瓷，主要是因为 Al_2O_3 、 Y_2O_3 和YAG基质的折射率差别不大。
- 晶界相对透过率的影响程度取决于它和基质的折射率差别大小。

元素	Y	Al
晶界 (wt%)	75.0	25.0
理论值(wt%)	57.0	43.0

∩ 晶粒尺寸对透过率影响不大。

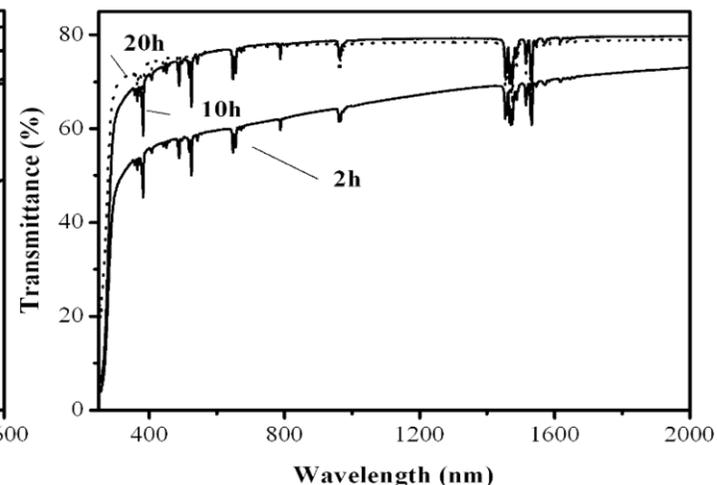
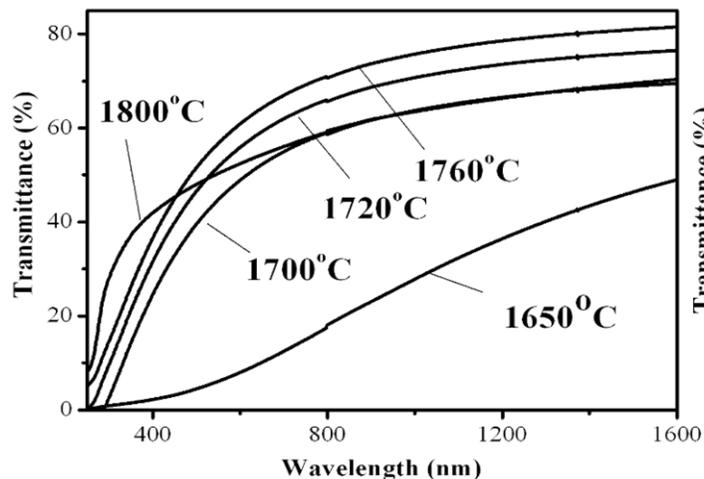
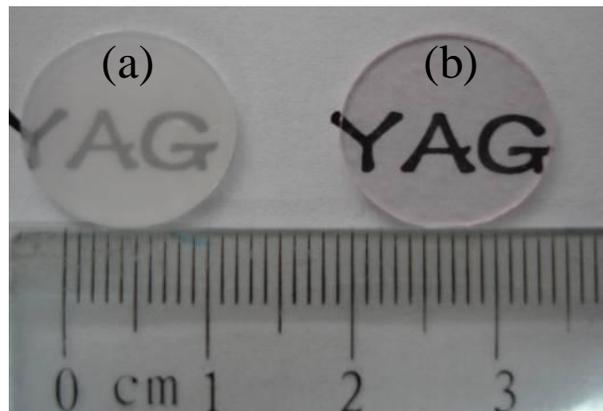
∩ 少量晶界相和基质折射率差别越大，对透过率影响越大

∩ 对YAG陶瓷来说，**气孔和晶界散射为其透过率主要影响因素**。而气孔对透过率的影响更大。在气孔降低到一定程度时，比如，ppm级，少量晶界相对透过率的影响才凸现出来。

不成功样品照片：



影响透过率的实验因素



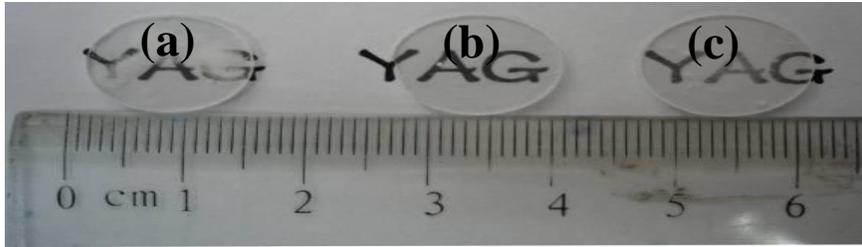
Y₂O₃粉体处理(a)前(b)后陶瓷照片

不同烧结温度样品的透过率曲线

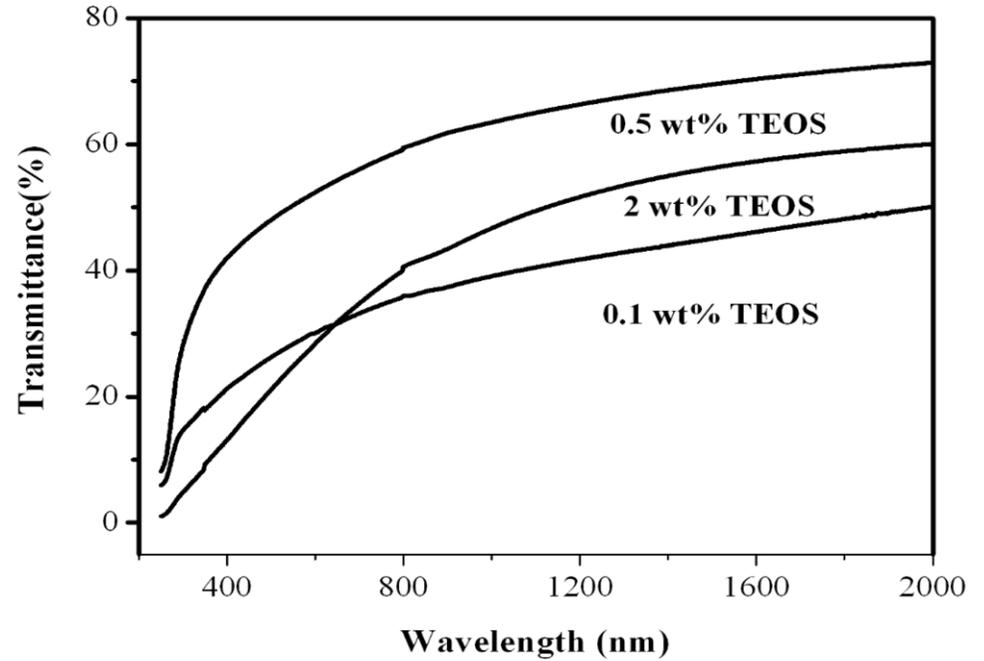
不同保温时间的透过率曲线

- ✓ 商业Y₂O₃粉体不利于YAG透明陶瓷的烧结，需要进行处理。
- ✓ 1760°C 为合适的烧结温度。
- ✓ 延长时间可以提高透过率，但是，当保温时间延长到一定时间后，再继续延长，对提高透过率的效果不明显。

影响透过率的实验因素



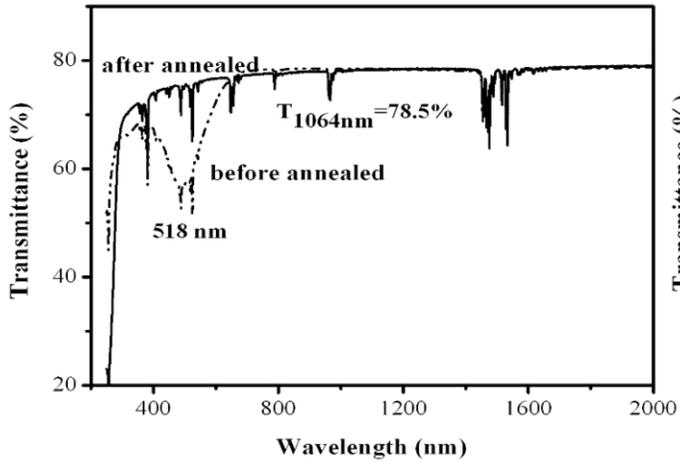
掺杂不同含量TEOS的透明陶瓷照片
(a) 0.1 wt% (b) 0.5 wt% (c) 2 wt% TEOS



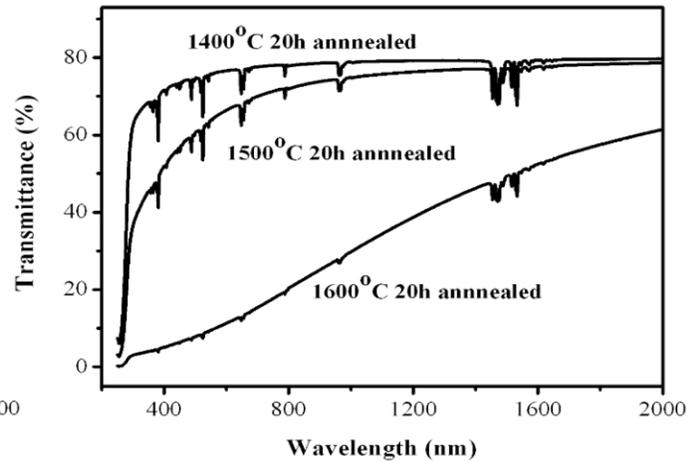
掺杂不同含量TEOS的YAG透明陶瓷的透过率曲线

烧结助剂TEOS最佳掺杂量为0.5 wt%。

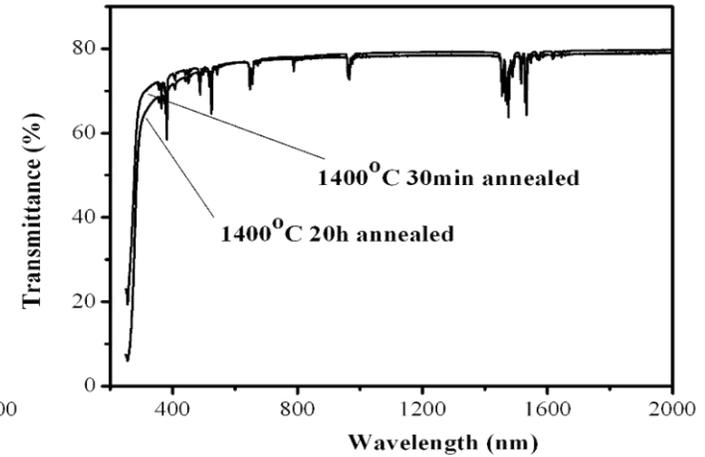
影响透过率的实验因素



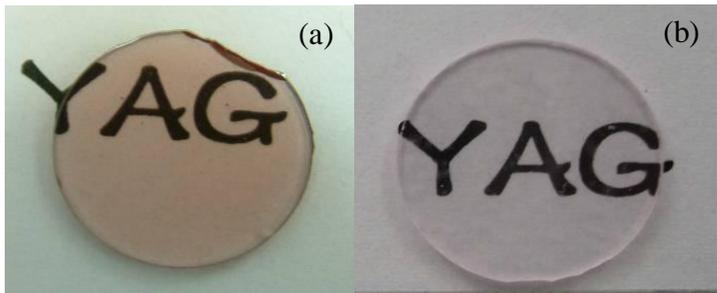
退火前后陶瓷透过率曲线



退火温度对陶瓷透过率的影响



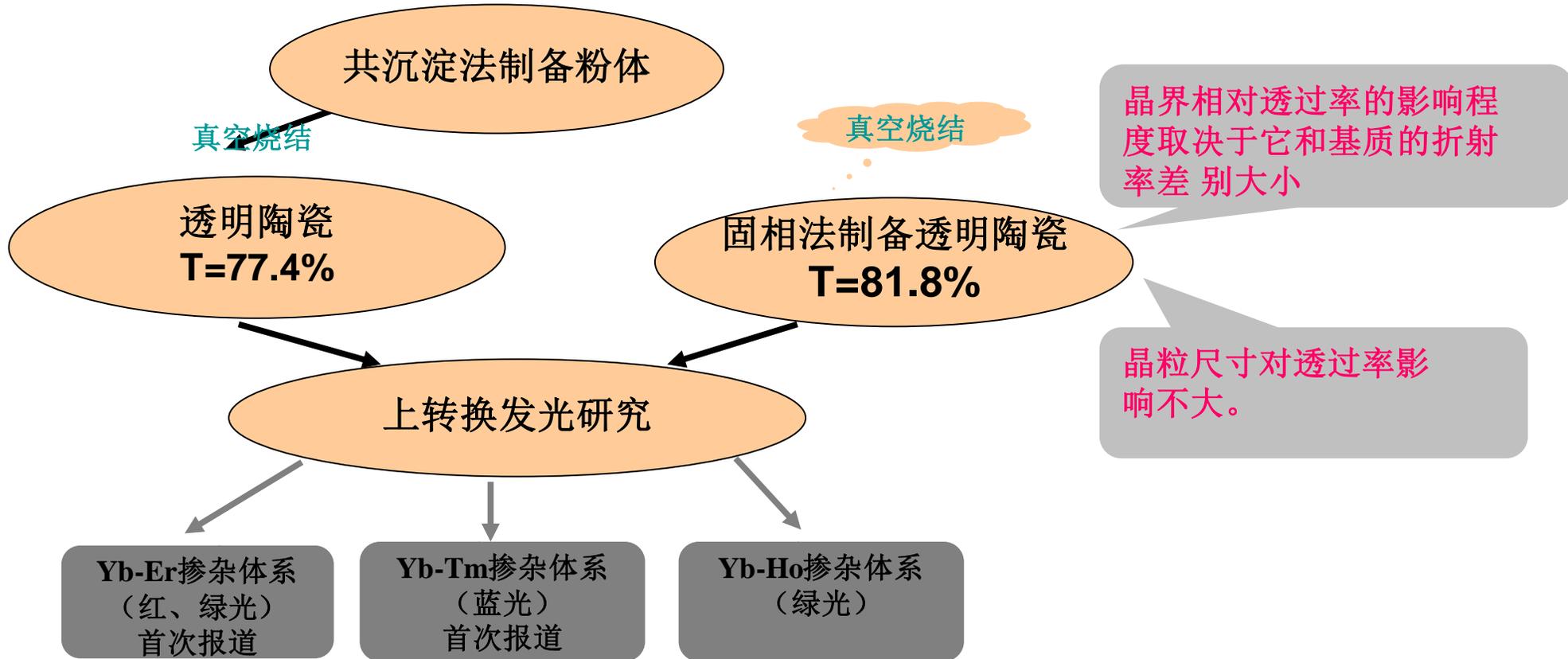
退火时间对陶瓷透过率的影响



退火前后透明陶瓷照片: (a)退火前; (b)退火后

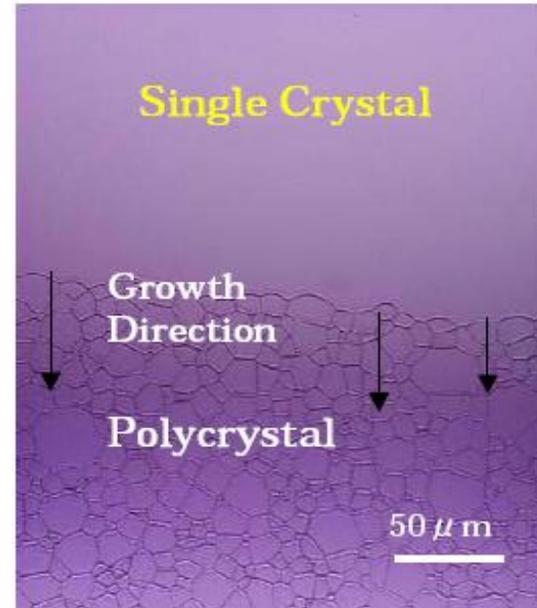
1400-30min为适宜的退火制度。

全文总结

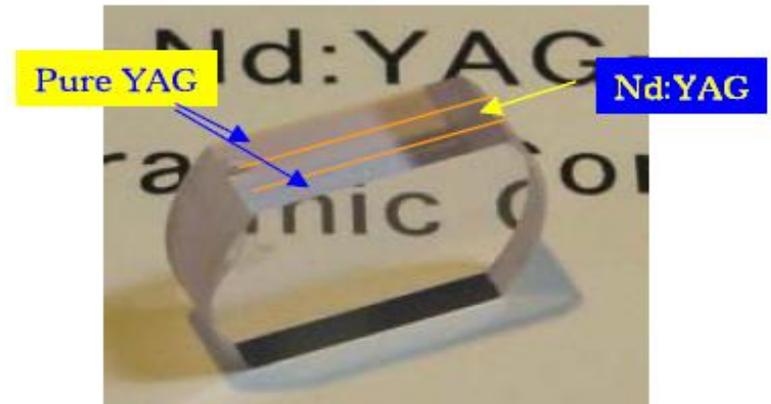


透明陶瓷展望

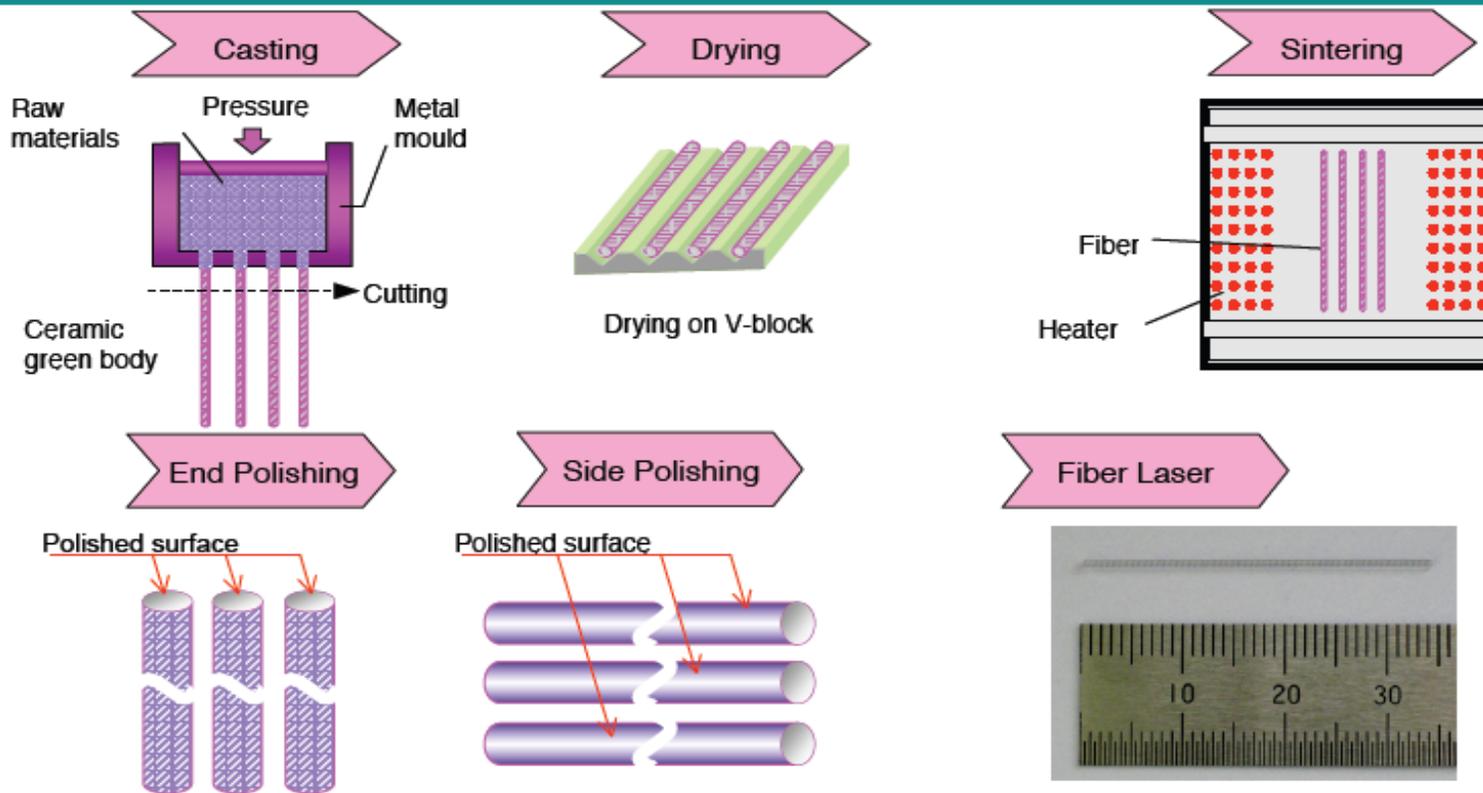
Prepare single crystal by ceramic method



Composite with multi-layer structure

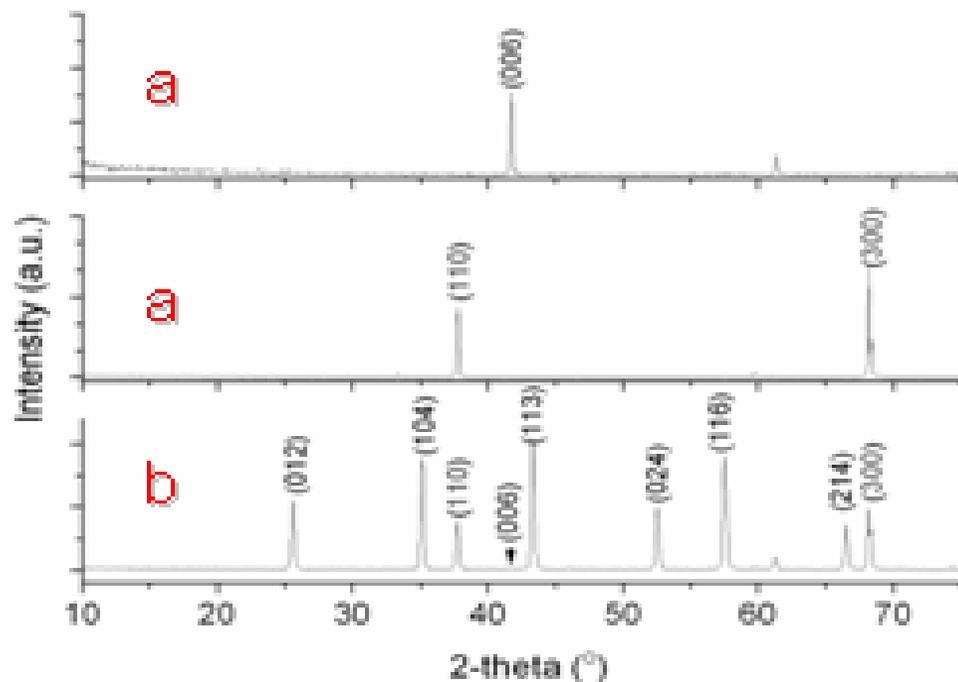


Fabrication Process for Ceramic Fiber Laser — Similar to the making of European Pasta —



The raw material Nd:YAG was put into a metal mould, and it was pushed out by a pressure to get a ceramic green body. Then the straight line parts were cut and dried on a V-block plate. After drying, these fiber shaped powder compacts were sintered in a furnace. After sintering process, the end surface and side surface of the fiber element were optical-polished.

七、其它透明陶瓷



透明氧化铝陶瓷:

➤灯管已经产业化: 上海硅酸盐所和浙江平湖市合办公司——产业化方面

➤用做陶瓷的办法长出单晶。——————学术上

七、其它透明陶瓷



YAG, Y_2O_3 , Lu_2O_3 , AlON, 钪酸盐等。。



✓其它透明陶瓷: MgO , $Mg_2Al_4O_{12}$, PLZT, PMN-PT