

Эффекты мощного ультразвукового воздействия при прессовании на структурные и люминесцентные свойства YAG:Ce³⁺ керамики

© Д. Валиев, О. Хасанов, Э. Двилис, В. Пайгин, С. Степанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
634050 Томск, Россия

e-mail: rubinfo@tpu.ru

Поступила в редакцию 25.10.2022 г.

В окончательной редакции 13.01.2023 г.

Принята к публикации 16.01.2023 г.

Керамика на основе иттрий-алюминиевого граната, активированная ионами Ce³⁺ (YAG:Ce³⁺), была получена методом одноосного прессования в сочетании с мощным ультразвуковым воздействием и последующим спеканием в воздушной атмосфере. Исследованы структура и люминесцентные свойства спеченной керамики. Показано, что мощное ультразвуковое воздействие на стадии одноосного прессования положительно влияет на структурно-люминесцентные характеристики керамики YAG:Ce³⁺. Консолидация спеченного материала протекает очень интенсивно, сопровождаясь уменьшением количества пор и ростом зерна при температуре спекания 1650 °С. Эффективность преобразования люминесценции образцов YAG:Ce³⁺ керамики варьирует от 120 до 219 lm/W (без ультразвукового воздействия) и от 120 до 250 lm/W (при ультразвуковом воздействии), что может быть связано с фазовой чистотой и косвенно с температурой спекания. Продемонстрировано влияние ультразвукового воздействия на термические свойства керамики.

Ключевые слова: керамика YAG:Ce, мощное ультразвуковое компактирование, люминесцентные свойства, упругопластические свойства.

DOI: 10.21883/OS.2023.05.55714.71-22

1. Введение

Одним из последних направлений в области светотехнической инженерии и светодиодных источников света является применение люминесцентной керамики в качестве преобразователя излучения [1–5]. Преимущества люминесцентной керамики как твердотельного преобразователя излучения в белых светодиодах основаны на возможности варьирования тепловых, оптических и механических свойств. Это важно для экстремальных условий эксплуатации: большие потоки накачки, высокие температуры при длительном сроке службы [6,7]. Теплопроводность плотной керамики составляет почти 100% от теоретической, что значительно выше, чем у преобразователей на основе порошков люминофора, растворенных в эпоксидной смоле или силиконовой матрице [8,9]. Обозначенные свойства позволяют быстрее и эффективнее преобразовывать падающее излучение с минимальным рассеиванием энергии в материале [10,11].

Наиболее распространенным оптическим материалом, применяемым в белых светодиодах, является YAG керамика, активированная ионами Ce³⁺, благодаря ее превосходным механическим, термическим и химическим свойствам [12–15]. Керамика YAG:Ce³⁺ может быть получена традиционными методами прессования с последующим спеканием в атмосфере воздуха или в вакууме [16–18]. Выбор подходящей технологии прессования под давлением имеет решающее значение для спекания люминесцентной керамики. Широко используемые

„традиционные“ методы прессования керамики имеют проблемы со сложностью процесса, низким качеством готовой продукции и загрязнением окружающей среды. По мере улучшения качества керамики дальнейшее повышение физико-химических свойств становится все более трудоемким. К настоящему времени практически исчерпаны все возможности повышения эффективности синтеза люминофорной керамики путем эмпирического подбора сочетаний исходных материалов и технологических приемов. Существующее понимание процессов в керамике на основе люминофоров при преобразовании УФ излучения светодиодного чипа в видимый свет также недостаточно для прогнозирования направлений совершенствования.

Подробному описанию исследований люминесцентных характеристик в зависимости от состава исходной керамики или описанию результатов, достигаемых при выбранных технологических режимах спекания, посвящено большое количество публикаций. Практически во всех опубликованных работах в качестве основного центра свечения рассматриваются ионы церия, иногда с соактиваторами-ионами редкоземельных элементов. Таким образом, можно предположить, что люминесцентные характеристики люминофорной керамики для белых светодиодов определяются не только исходным составом спекаемых компонентов, но и технологическими условиями и режимами спекания. Необходима разработка новых подходов к изучению люминофоров для светодиодов.

Значения относительной плотности и пористости YAG:Ce³⁺ керамики

Схема пресования	<i>T</i> спекания, °С	Плотность, g/cm ³	Отн. плотность, %	Отн. пористость, %
без УЗ	1550	3.74	82.1	17.9
	1600	4.11	90.1	9.9
	1650	4.47	98.1	1.9
	1700	4.44	97.5	2.5
УЗ	1550	3.78	82.9	17.1
	1600	4.21	92.3	7.7
	1650	4.54	99.6	0.4
	1700	4.41	96.8	3.2

В связи с этим актуальным является использование методов, не требующих больших затрат, не использующих потенциально загрязняющих пластификаторов и позволяющих получать керамику с однородной плотностью и минимальной остаточной пористостью. К таким методам относится, в частности, мощная ультразвуковая (УЗ) обработка при компактировании с последующим процессом спекания [19–22]. Суммарное напряжение деформируемого порошкового материала равномерно перераспределяется в матрице. В процессе пресования используется мощное УЗ воздействие для равномерного перераспределения частиц порошка люминофора. Распределение давления и плотности по объему пресования становится равномерным за счет снижения пристеночного трения при УЗ обработке. Плотность упаковки частиц порошка и, как следствие, более высокая плотность пресования даже сложной геометрии достигаются за счет уменьшения трения между частицами. Фазовый состав и структура пресованной керамики УЗ методом зависят от таких условий и параметров, как давление, мощность и продолжительность обработки. Установлено, что использование УЗ воздействия при пресовании порошковых смесей существенно повлияло на размер зерна и фазовый состав спеченной керамики. В процессе УЗ воздействия формируется однородная структура с сохранением наноразмерных зерен и субзерен со стабилизацией высокотемпературной фазы [21].

Существует всего несколько работ, посвященных влиянию УЗ воздействия на структурные и люминесцентные свойства. Однако этот подход ограничивается обработкой только по процедуре приготовления люминофора. В [23] было продемонстрировано положительное влияние УЗ обработки на люминесцентные характеристики люминофоров Y₂SiO₅:Ce. Интенсивность излучения люминофоров была улучшена со 105% (без УЗ обработки) до 151% при использовании УЗ обработки, что, возможно, связано с фазовой чистотой и косвенно с температурой отжига.

Настоящая работа посвящена исследованию влияния мощного УЗ воздействия на структурные и люминесцентные свойства керамик на основе иттрий-алюминиевого граната, активированного ионами церия.

В работе использована технология УЗ пресования порошка люминофора. Технология пресования порошка мощным УЗ в осевом и поперечном направлениях позволяет производить керамику с оптимальными характеристиками и улучшенной светоотдачей. Использование условий УЗ воздействия при пресовании порошка люминофора позволило уменьшить трение между частицами порошка и стенкой формы, снизить градиент остаточных напряжений и добиться отсутствия коробления и равномерной усадки в процессе спекания. Все обозначенные факторы приводят к повышению относительной плотности и светоотдачи YAG:Ce керамики.

2. Исследуемые образцы и методика эксперимента

2.1. Изготовление YAG:Ce³⁺ керамики

В качестве исходных порошков использовали гомогенную механическую смесь химически чистых реагентов Al₂O₃ (99.99%), Y₂O₃ (99.99%), CeO₂ (99.99%) (ЧУИН, Китай). Размеры структурных элементов исходного порошка прекурсора YAG:Ce составляют от 271 nm до 31.0 μm. Средний размер структурных элементов 2.01 μm. Процедура синтеза и морфология порошков люминофоров более подробно описана в [24–26]. Содержание церия в порошке YAG составляло 0.06 wt.%. Порошок люминофора формовали методом холодного статического одноосного пресования в стальной пресс-форме при одновременном воздействии ультразвуковых колебаний при давлении 400 МПа на автоматическом прессе ИП-500 АВТО (ЗИПО, Россия) [20]. Мощность ультразвуковых волн задающего генератора составляла 800 W. Спекание керамики YAG:Ce³⁺ проводили в высокотемпературной печи ЛНТ 02/18 (Nabertherm, Германия) в воздушной атмосфере при температурах 1550–1700 °С с регулируемой скоростью нагрева и охлаждения 200 °С/min. Время выдержки при заданной температуре спекания составило 8 h. Цилиндрическая YAG:Ce керамика была получена высотой около 1.5 mm и диаметром около 8.5 mm. Значения плотности оцени-

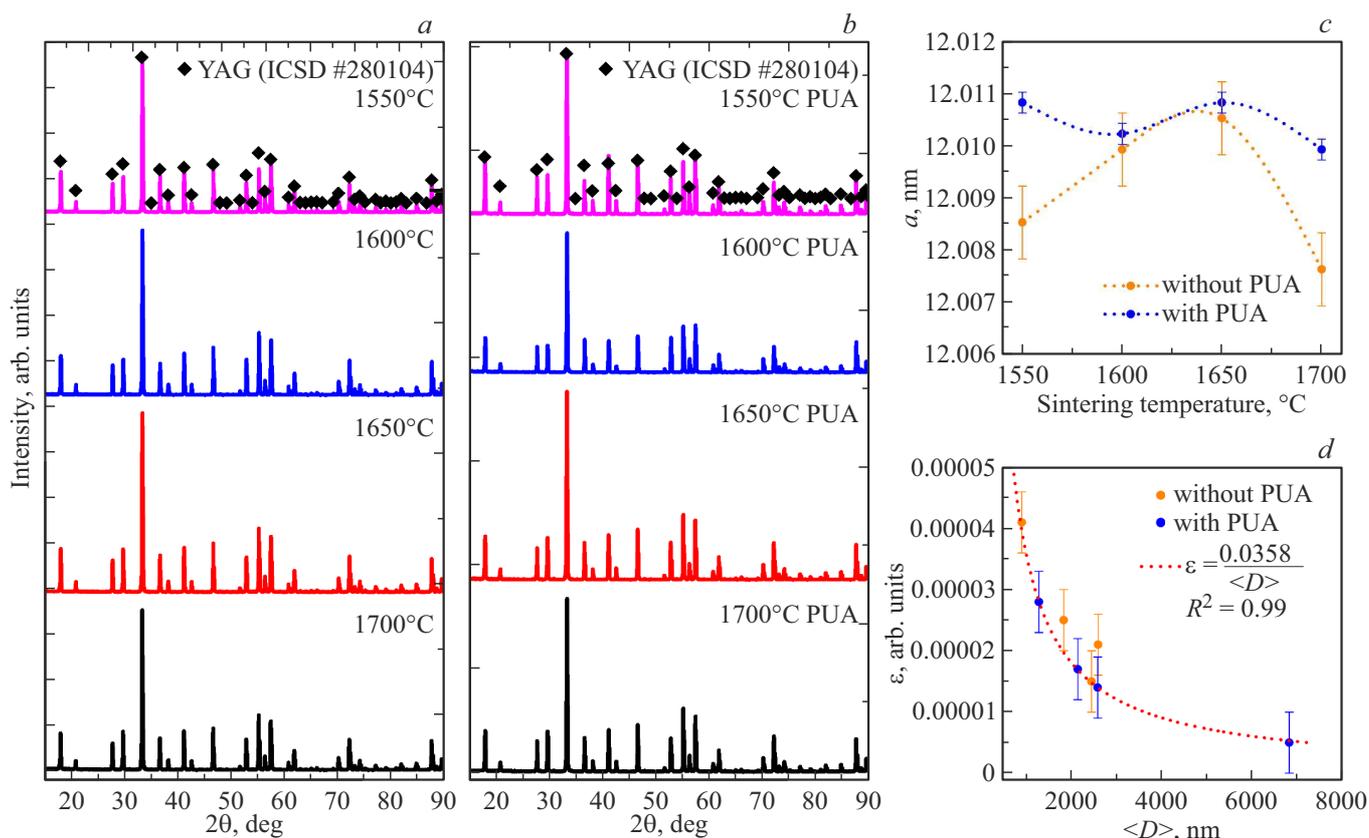


Рис. 1. Рентгенограммы YAG:Ce керамик без (a) и с (b) УЗ воздействием при различной температуре спекания; зависимости параметра элементарной ячейки a от температуры спекания (c) и значений относительных микродеформаций ε от среднего размера областей когерентного рассеяния (размера кристаллитов D) (d).

вали путем измерения массы и линейных размеров керамики. Дальнейшие исследования керамики проводили после механической полировки торцевых поверхностей на шлифовально-полировальном комплексе EcoMet 300 Pro (Buehler, Германия) с использованием алмазных суспензий Kemix (Кемика, Россия). Параметры полученных керамических образцов приведены в таблице.

2.2. Экспериментальные методы

Рентгенофазовый анализ (РФА) выполнен на рентгеновском дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония). Интерпретацию результатов рентгеноструктурного анализа проводили с использованием бесплатного программного обеспечения „PowderCell“ и международной кристаллографической базы данных „PDF 4“. Спектры фотолюминесценции (ФЛ) регистрировали на волоконно-оптическом спектрометре AvaSpec-3648 (спектральный диапазон 200–1100 nm). Для возбуждения люминесценции использовался чип синего светодиода ($\lambda_{\text{ex}} = 447 \text{ nm}$, FWHM 20 nm, поток энергии 16 mW/cm^2). Регистрация спектров ФЛ образцов керамики проводилась в геометрии на отражение. Время интегрирования составляло 1 s. Также были измерены

кинетические характеристики затухания люминесценции керамики YAG:Ce³⁺ при возбуждении светодиодным чипом ($\lambda_{\text{ex}} = 452 \text{ nm}$, $\tau_{1/2} \sim 15 \text{ ns}$). Свечение регистрировали через монохроматор МДР-204, ФЭУ Hamamatsu 10720-20 с помощью цифрового осциллографа Tektronix DPO-3033 (300 MHz). Временное разрешение системы составляло 2 ns.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Рентгеноструктурный анализ и морфология

РФА подтвердил, что керамические образцы имеют стехиометрический иттрий-алюминиевый гранат с кубической структурой. Вторичные посторонние фазы не обнаружены. Все рефлексы, присутствующие на дифрактограммах, являются фазовыми характеристиками иттрий-алюминиевого граната. На рис. 1 *a, b* представлены экспериментальные и справочные (ICSD № 280104) данные.

Оценка параметров кристаллической структуры не выявила существенных различий между керамикой YAG:Ce³⁺, полученной в разных условиях, и стабильной

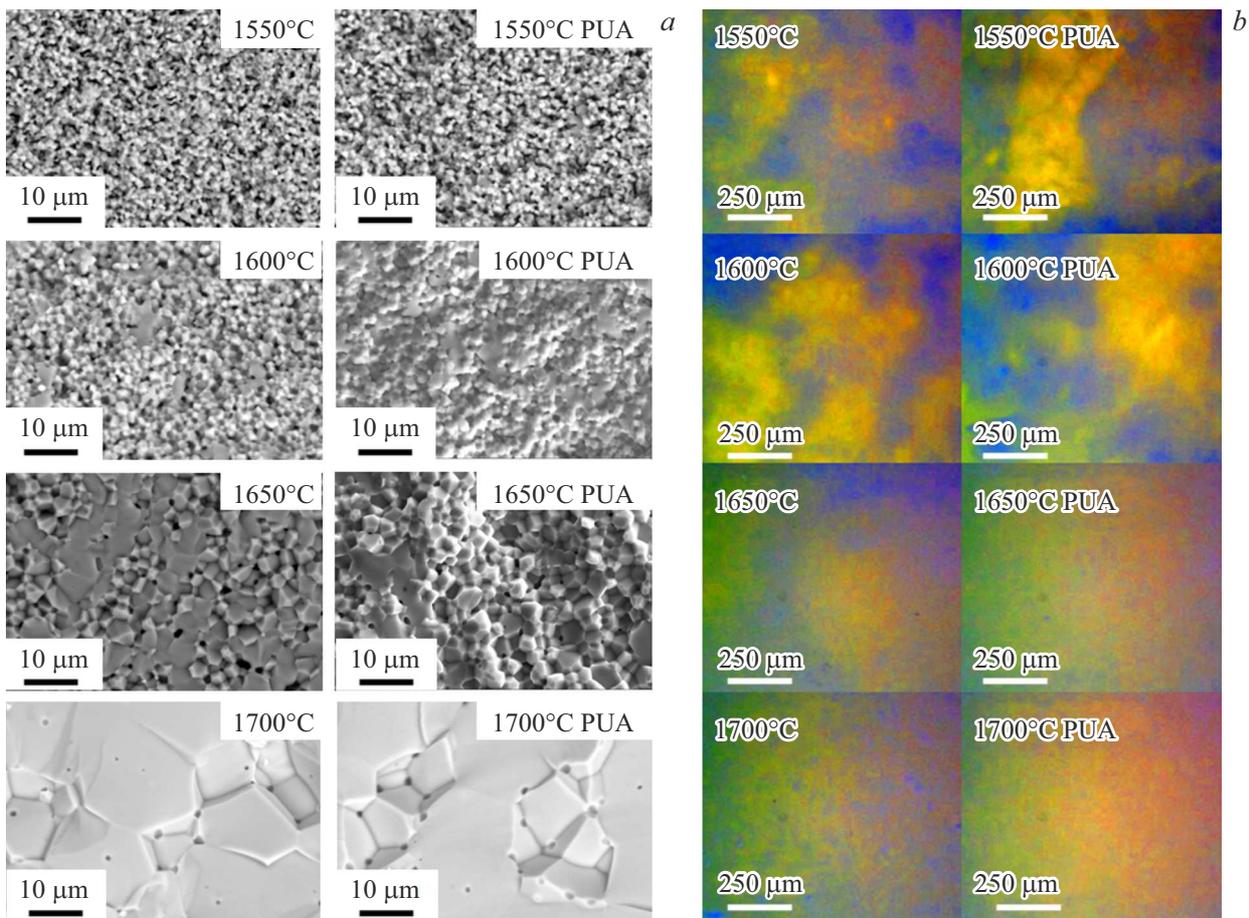


Рис. 2. Изображения спеченных при разных температурах образцов керамик $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$, изготовленных в условиях УЗ воздействия и без него: полученные с помощью СЭМ (*a*) и оптического микроскопа при возбуждении излучением синего светодиода, $\lambda_{\text{ex}} = 447 \text{ nm}$ (*b*).

связи с режимами изготовления. Параметр элементарной ячейки a для всех исследованных образцов керамики находится в диапазоне от 12.0076 до 12.0108 nm (рис. 1, *c*). Однако разброс значений параметров по разным режимам спекания оказался меньше без существенных отклонений для образцов, приготовленных в условиях УЗ воздействия.

Параметры областей когерентного рассеяния кристаллической структуры керамики, изготовленной в условиях УЗ воздействия, оцененные методом Холла-Вильямсона, обратно пропорциональны с постоянным коэффициентом $D = 0.0358 \text{ nm}$ и высокой точностью аппроксимации (не менее 99.9%). Это косвенно подтверждает релаксационное УЗ воздействие на керамику и находится в состоянии энергетического равновесия при любом режиме спекания (рис. 1, *d*). Керамика, изготовленная без УЗ, показала некоторое отклонение от этой зависимости в сторону увеличения микронапряжений, что свидетельствует о сохранении в этих образцах остаточных (после прессования) или наведенных (в процессе синтеза $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$) механических напряжений даже после высокотемпературной обработки в течение 8 h.

Анализ структурной морфологии образцов $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$ по результатам сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) показывает смешанный характер разрушения спеченной керамики (рис. 2, *a*).

При повышении заданной температуры спекания от 1550 °C до 1700 °C межкристаллитное разрушение уменьшается, а транскристаллитное увеличивается. Для керамики $\text{YAG}:\text{Ce}$ формирование плотной структуры не наблюдается при температурах консолидации 1550 °C и 1600 °C. Спеченная керамика имеет большое количество пор, а размеры зерен остаются на уровне нескольких микрометров, что соответствует среднему размеру частиц исходного порошка. Консолидация спеченной керамики протекает очень интенсивно, сопровождаясь уменьшением количества пор и ростом зерен при температуре 1650 °C. Процесс уплотнения спеченной керамики $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$ резко замедляется при температуре 1700 °C. Происходит значительный рост зерен, приводящий к переходу межзеренных остаточных пор в объем зерен.

Однородность распределения центров люминесценции оценена по представленным на рис. 2, *b* люминесцент-

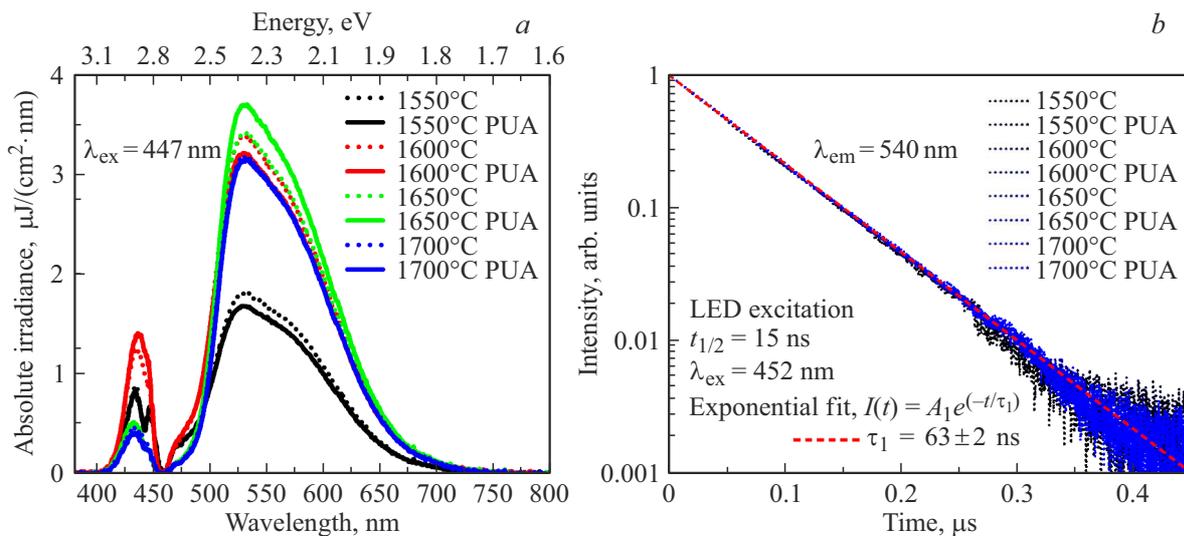


Рис. 3. Спектры ФЛ (а) керамики YAG:Ce при возбуждении излучением синего светодиода ($\lambda_{\text{ex}} = 447 \text{ nm}$). Кинетика затухания люминесценции YAG:Ce керамики (б).

ным изображениям, полученным с помощью оптического микроскопа при прямом возбуждении керамики YAG:Ce светодиодным излучением ($\lambda_{\text{ex}} = 447 \text{ nm}$). При повышении температуры спекания однородность излучения с поверхности керамики YAG:Ce³⁺ увеличивается за счет уменьшения количества областей синего цвета, связанных с отраженным излучением. Положительный эффект наблюдается при сравнении изображений керамики, приготовленной в условиях УЗ и без него при одинаковой температуре спекания. Видна лишь небольшая площадь отражающих зон. Более равномерное распределение ионов церия в керамике YAG:Ce³⁺ напрямую связано с УЗ влиянием.

3.2. Спектрально-кинетические характеристики

На рис. 3,а представлены спектры люминесценции в спектральной области 375–800 nm. YAG:Ce³⁺ керамики без и с использованием предварительной УЗ обработки возбуждались светодиодным чипом с длиной волны 447 nm. В спектрах ФЛ регистрируются несколько полос излучения.

Основная широкая полоса люминесценции приходится на спектральный диапазон 460–750 nm с максимумом полосы люминесценции $\lambda_{\text{em}} = 540 \text{ nm}$. Природа полосы излучения соответствует излучательным переходам $5d-4f$ в ионе церия [27–30]. Слабые полосы люминесценции YAG:Ce³⁺ керамики в спектральном диапазоне 400–470 nm с максимумом полосы люминесценции $\lambda_{\text{em}} \sim 440 \text{ nm}$, возможно, обусловлены антиузельными дефектами YAl и заряженными кислородными вакансиями (F^+ - и F -центры) [31]. Положение основной полосы люминесценции находится в диапазоне от 515 до 560 nm во всех наблюдаемых YAG:Ce керамиках. Полуширины полос люминесценции всех исследованных

керамик близки и мало различаются в зависимости от температуры спекания.

Исследованы кинетические кривые затухания люминесценции керамики YAG:Ce³⁺ при возбуждении излучением светодиодного чипа ($\lambda_{\text{ex}} = 452 \text{ nm}$) (рис. 3,б). Видно, что кинетика затухания может быть аппроксимирована моноэкспоненциальной функцией. Характерные времена затухания для всех образцов керамики находятся в пределах $63 \pm 2 \text{ ns}$.

Как следует из представленных результатов, люминесценция при фотовозбуждении имеет короткоживущую составляющую. Однако характерные времена затухания люминесценции в пределах погрешности различаются незначительно. Возможно, это означает, что во всех керамиках YAG:Ce³⁺ центры люминесценции одинаковы. Излучение происходит при радиационном переходе из одного и того же возбужденного состояния.

Световая эффективность преобразования возбуждения в видимый свет является основной характеристикой люминофорной керамики, необходимой для ее использования в источнике света. Оценку светоотдачи проводили по измерениям энергетических спектров люминесценции ($F_e(\lambda)$) [24,32]. Расчеты проводились по следующему уравнению:

$$\eta = 6831 \text{ lm/W} \frac{\int_{400}^{760} F_e(\lambda) \nu(\lambda) d\lambda [\text{W}]}{P_{\text{LED}} [\text{W}]},$$

где P_{LED} — электрическая мощность светодиода, $F_e(\lambda)$ — энергетические спектры люминесценции керамики YAG:Ce³⁺, $\nu(\lambda)$ — относительная спектральная эффективность.

Светоотдача керамики YAG:Ce³⁺ в условиях УЗ воздействия и без него измерялась с помощью интегрирующей сферы. Источником возбуждающего люминесценцию излучения служил светодиод с длиной волны

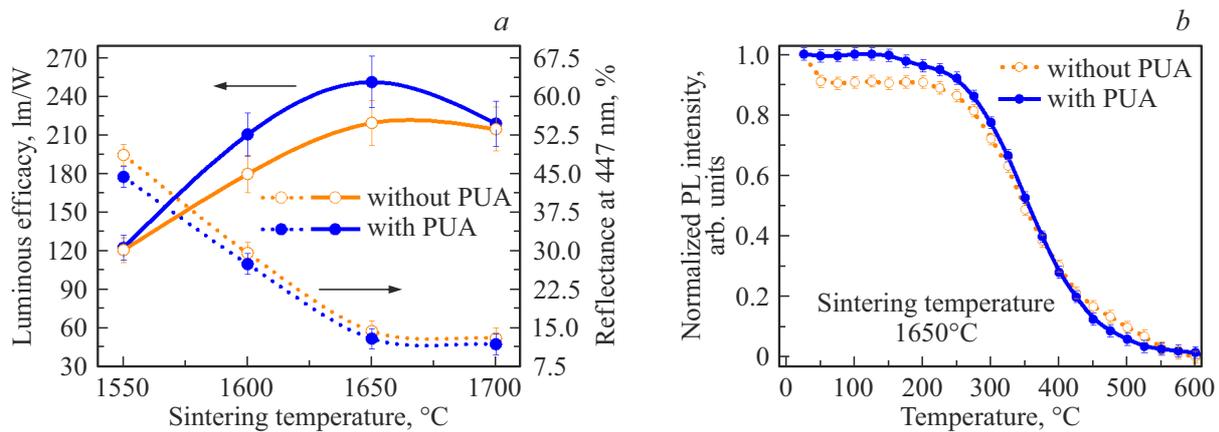


Рис. 4. Зависимости коэффициента отражения и светоотдачи от температуры спекания YAG:Ce³⁺ керамики (а). Температурная зависимость интенсивности ФЛ YAG:Ce³⁺ керамики в условиях УЗ воздействия и без него (б).

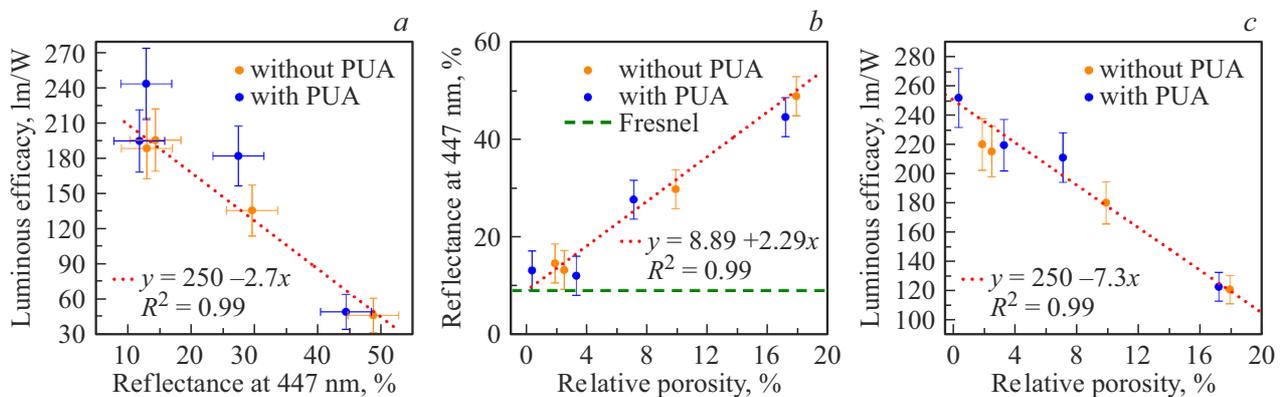


Рис. 5. Зависимости светоотдачи от значения коэффициента отражения на длине волны 447 nm (а), коэффициент отражения при 447 nm (б) и светоотдача (с) в зависимости от относительной пористости.

$\lambda_{\max} = 447$ nm. Максимальное значение светоотдачи при температуре 1650 °C выше для керамики, приготовленной в условиях УЗ воздействия, и составляет около 250 lm/W (рис. 4, а).

Для оценки температурно-зависимых люминесцентных свойств спеченной YAG:Ce³⁺ керамики образцы подвергались нагреву до полного температурного тушения ФЛ путем непосредственного измерения люминесценции в процессе нагрева. Для возбуждения ФЛ использовался светодиод с излучением на длине волны 447 nm. На рис. 4, б представлены амплитудные зависимости интенсивности ФЛ, измеренные в процессе нагрева в интервале температур от 23 °C до 600 °C образцов YAG:Ce³⁺ керамик, изготовленных с УЗ воздействием и без него при температуре спекания 1650 °C. Полученные образцы при обозначенных условиях синтеза имеют максимальную эффективность преобразования люминесценции (рис. 4, а). Из полученных результатов видно, что керамика может эксплуатироваться до температур около 500 °C. Также следует отметить положительное влияние УЗ воздействия при спекании керамики на температурную стабильность лю-

минесценции. Так, для керамики YAG:Ce, подвергнутой УЗ обработке, температурное тушение люминесценции начинается только после 150 °C в отличие от образцов YAG:Ce³⁺ керамики, изготовленных без УЗ воздействия, для которых тушение люминесценции регистрируется уже при 50 °C. После охлаждения параметры свечения для исследуемых образцов керамики вернулись к исходным. В диапазоне рабочих температур температурной деградации люминесцентных свойств не наблюдалось.

Между эффективностью люминесценции и отражением имеется отрицательная линейная зависимость на длине волны 447 nm, наиболее достоверная для образцов, изготовленных без УЗ обработки (рис. 5, а). Это позволяет предположить существование зависимости указанных величин от остаточной пористости керамики. Действительно, их сравнение показало, что отражение с высокой достоверностью (не менее 99%) линейно зависит от остаточной пористости (рис. 5, б). Минимальное значение коэффициента отражения для непористого материала (8.89%) равно рассчитанному по формуле Френеля коэффициенту отражения на границе

воздух-YAG:Ce³⁺. Зависимость светоотдачи YAG:Ce³⁺ керамик, приготовленных без УЗ воздействия, от их пористости с высокой достоверностью (не менее 99%) линейна (рис. 5, с).

Заключение

Люминофоры YAG:Ce были получены методом твердофазной реакции. Интенсивный ультразвук, применяемый при сухом прессовании порошка YAG:Ce, приводит к увеличению относительной плотности и размера зерна, уменьшению размера пор традиционно спеченной YAG:Ce-керамики.

Выявлено положительное влияние УЗ обработки на люминесцентные свойства керамики. В структуре керамики YAG:Ce, спеченной с УЗ обработкой и без нее, не наблюдалось каких-либо изменений после анализа данных РФА. Термическая обработка при температурах от 1650 °С до 1700 °С приводит к уменьшению пористости керамики и образованию расплавов. В спектрах ФЛ регистрируются две полосы в синей (300–400 nm) и желто-зеленой областях спектра (500–700 nm). Природа полос излучения связана с собственными дефектами YAG:Ce керамики и излучательным переходом в ионах Ce³⁺. Время затухания люминесценции YAG:Ce керамики с УЗ обработкой и без нее практически не меняется и описывается моноэкспоненциальной функцией ($\tau_1 \sim 63 \pm 2$ ns). Эффективность преобразования люминесценции YAG:Ce керамики варьирует от 120 до 219 lm/W (без УЗ обработки) и от 120 до 250 lm/W (с УЗ обработкой), что тесно связано с фазовой чистотой и косвенно с температурой спекания. Показано положительное влияние УЗ обработки на термические свойства керамики. Интенсивность ФЛ практически не меняется при температуре отжига до 250 °С. Установлено, что коэффициент отражения в основной полосе возбуждения и светоотдача керамики YAG:Ce напрямую зависят от остаточной пористости керамики.

Применение метода одноосного прессования в сочетании с мощным УЗ воздействием и последующем спеканием люминесцентной керамики может быть полезным для улучшения излучательных свойств керамики.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Научного Фонда № 21-73-10100. В работе применялось оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] L. Zhang, B. Sun, L. Gu, W. Bu, X. Fu, R. Sun, T. Zhou, F.A. Selim, C. Wong, H. Chen. *J. Alloys Compd.*, **455**, 425–432 (2018). DOI: 10.1016/j.apsusc.2018.05.133
- [2] X. Li, C. Zhang, J. Chen, Q. Liu, Z. Bai, X. Liu, X. Mi, Cer. Int., **49**, 5489–5495 (2023). DOI: 10.1016/j.ceramint.2022.02.190
- [3] Q.Q. Zhu, S. Li, Q. Yuan, H. Zhang, L. Wang. *J. of the European Ceramic Society*, **41** (1), 735–740 (2021). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.09.006
- [4] M. Raukas, J. Kelso, Y. Zheng, K. Bergenek, D. Eisert, A. Linkov, F. Jermann. *ECS J. Solid State Sc. and Technol.*, **2** (2), 3168–3176 (2013). DOI: 10.1149/2.023302jss
- [5] T. Ji, T. Wang, H. Li, Q. Peng, H. Tang, S. Hu, A. Yakovlev, Y. Zhong, X. Xu, *Adv. Opt. Mater.*, **10**, 2102056 (2022). DOI: 10.1002/adom.202102056
- [6] X. Liu, H. Zhou, Z. Hu, X. Chen, Y. Shi, J. Zou, J. Li. *Opt. Mater.*, **88**, 97–102 (2019). DOI: 10.1016/j.optmat.2018.11.031
- [7] C. Cozzan, G. Lheureux, N. O’dea, E.E. Levin, J. Graser, T.D. Sparks. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **10**, 5673–5681 (2018). DOI: 10.1021/acsami.8b00074
- [8] M. Kottaisamy, P. Thiyagarajan, J. Mishra, M.S. Ramachandra Rao. *Mater. Res. Bull.*, **43** (7), 1657–1663 (2008). DOI: 10.1016/j.materresbull.2007.09.005
- [9] G.H. Liu, Z.Z. Zhou, Y. Shi, Q. Liu, J.Q. Wan, Y.B. Pan. *Mater. Lett.*, **139**, 480–482 (2015). DOI: 10.1016/j.matlet.2014.10.114
- [10] C. Basu, M. Meinhardt-Wollweber, B. Roth. *Adv. Opt. Tech.*, **2** (4), 213–321 (2013). DOI: 10.1515/aot-2013-0031
- [11] S. Li, Q. Zhu, D. Tang, X. Liu, G. Ouyang, L. Cao. *J. Mater. Chem. C*, **4** (37), 32–36 (2016). DOI: 10.1039/C6TC03215J
- [12] S. Nishiura, S. Tanabe, K. Fujioka, Y. Fujimoto. *Opt. Mater.*, **33** (5), 688–691 (2011). DOI: 10.1016/j.optmat.2010.06.005
- [13] Q. Liu, J. Liu, J. Li, M. Ivanov, A. Medvedev, Y.P. Zeng, G.X. Jin, X.W. Ba, W.B. Liu, B.X. Jiang, Y.B. Pan, J.K. Guo. *J. Alloys Compd.*, **616**, 81–88 (2014). DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.06.013
- [14] Y.R. Tang, S.M. Zhou, C. Chen, X.Z. Yi, Y. Feng, H. Lin, S. Zhang. *Opt. Express*, **23** (14), 17923–17928 (2015). DOI: 10.1364/OE.23.017923
- [15] G.H. Liu, Z.Z. Zhou, Y. Shi, Q. Liu, J.Q. Wan, Y.B. Pan. *Mater. Lett.*, **139**, 480–482 (2015). DOI: 10.1016/j.matlet.2014.10.114
- [16] K. Liu, D. He, H. Wang, T. Lu, F. Li, X. Zhou. *Scripta Mater.*, **66** (6), 319–322 (2012). DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.11.012
- [17] R. Chaima, M. Kalina, James Z. Shen. *J. Eur. Ceram. Soc.*, **27** (11), 3331–3337 (2007). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.02.193
- [18] V.S. Kortov, S.V. Zvonarev, A.N. Kiryakov, D.V. Ananchenko. *Radiation Measurements*, **90**, 196–200 (2016). DOI: 10.1016/j.radmeas.2016.02.015
- [19] O.L. Khasanov, E.S. Dvilis. *Advances in Applied Ceramics*, **107**, 135–141 (2008). DOI: 10.1179/174367508X297830
- [20] E.S. Dvilis, O.L. Khasanov, V.M. Sokolov, Yu.P. Pokholkov. Method for compacting powder materials into articles and a mold for implementing the method U.S. Patent No. 6919041 B2 19 (2005).

- [21] V.V. Osipov, O.L. Khasanov, V.A. Shitov, E.S. Dvilis, M.G. Ivanov, A.N. Orlov, V.V. Platonov, I.V. Vyukhina, A.A. Kachaev, V.M. Sokolov. *Nanotech. Russia*, **3** (7), 474–480 (2008). DOI: 10.1134/S1995078008070100
- [22] O.L. Khasanov, E.S. Dvilis, E.F. Polisadova, S.A. Stepanov, D.T. Valiev, V.D. Paygin, D.V. Dudina. *Ultrasonics Sonochem.*, **50**, 166–171 (2019). DOI: 10.1016/j.ultsonch.2018.09.013
- [23] L.E. Muresan, A.I. Cadis, I. Perhaita, D.T. Silipas, L. Barbu Tudoran. *Mater. Res. Bull.*, **68**, 295–301 (2015). DOI: 10.1016/j.materresbull.2015.03.063
- [24] D. Valiev, T. Han, V. Vaganov, S. Stepanov. *J. Phys. Chem. Solids*, **116**, 1–6 (2018). DOI: 10.1016/j.jpcs.2018.01.007
- [25] D. Valiev, T. Han, S. Stepanov, V. Vaganov, V. Paygin. *Mater. Res. Express*, **5**, 096201 (2018). DOI: 10.1088/2053-1591/aad609
- [26] V.D. Paygin, S.A. Stepanov, D.T. Valiev, E.S. Dvilis, O.L. Khasanov, V.A. Vaganov, T.R. Alishin, M.P. Kalashnikov, A.E. Iela. *Nanotech. Russia*, **14**, 113–117 (2019). DOI: 10.1134/S1995078019020113
- [27] Y. Pan, M. Wu, Q. Su. *Mater. Sci. Eng. B*, **106**, 251–256 (2004). DOI: 10.1016/j.mseb.2003.09.031
- [28] Y. Zorenko, T. Zorenko, V.V. Gorbenko, T. Voznyak, V. Savchyn, P. Bilski, A. Twardak. *Opt. Mater.*, **34** (8), 1314–1319 (2012). DOI: 10.1016/j.optmat.2012.02.007
- [29] A. Wiatrowska, W. Keur, C. Ronda. *J. Lumin.*, **189**, 9–18 (2017). DOI: 10.1016/j.jlumin.2016.11.001
- [30] J. Tang, Y. He, L. Hao, X. Xu et al. *J. Mater. Res.*, **28** (18), 2598–2604 (2013). DOI: 10.1557/jmr.2013.228
- [31] X. Wang, J. Li, P. Shi, W. Guan, H. Zhang. *Opt. Mater.*, **46**, 432–437 (2015). DOI: 10.1016/j.optmat.2015.04.060