

烧结工艺对镁铝尖晶石透明陶瓷物相、显微结构及光学性能的影响

郭立¹, 赵永田¹, 石红春¹, 曹波¹, 刘宇阳², 陈观通³, 郑安生¹, 马远飞¹, 林泉¹, 刘晓华¹

(1. 北京有色金属研究总院有研晶辉新材料有限公司, 河北 廊坊 065001; 2. 北京有色金属研究总院有研资源环境技术研究院(北京)有限公司, 北京 101407; 3. 北京有色金属研究总院有研稀土新材料股份有限公司, 河北 三河 065201)

摘 要: 镁铝尖晶石透明陶瓷是一种优异的中红外材料, 被广泛应用在军事领域和民用领域, 具有典型的军民通用特点。本工作研究了烧结工艺对镁铝尖晶石透明陶瓷物相、显微结构及光学性能的影响, 确定了适合高质量镁铝尖晶石透明陶瓷烧结工艺路线, 对加大大尺寸透明陶瓷装甲材料产业化具有重要意义。结果表明: 热压 MgAl_2O_4 透明陶瓷中 Li 离子可能以 LiAlO_2 形式存在; 热等静压 MgAl_2O_4 透明陶瓷的优先取向生长面为(311); 热压和热等静压工艺制备的 MgAl_2O_4 陶瓷中 Al 离子、Mg 离子偏离化学计量配比且 Al 和 Mg 摩尔比大于 2, 随着热等静压压力增大, 陶瓷内部小晶粒增多, 同时发现 MgAl_2O_4 陶瓷晶粒尺寸控制在 20~40 μm 有利于提升 3~5 μm 平均透过率, 处理温度 1 750 $^\circ\text{C}$ 、压力 170 MPa 条件下有利于提升 MgAl_2O_4 透明陶瓷 3~5 μm 波段的平均透过率, 平均透过率大于 85%。同时, 发现热等静压烧结时间对提升 MgAl_2O_4 透明陶瓷的红外透过率作用较小。

关键词: 镁铝尖晶石透明陶瓷; 热压; 热等静压; 物相分析; 显微结构; 光学性能

中图分类号: O78 文献标志码: A 文章编号: 0454-5648(2022)12-3230-06

网络出版时间: 2022-11-14



Effect of Sintering Process on Phase, Microstructure and Optical Properties of MgAl_2O_4 Transparent Ceramics

GUO Li¹, ZHAO Yongtian¹, SHI Hongchun¹, CAO Bo¹, LIU Yuyang², CHEN Guantong³, ZHENG Ansheng¹,
MA Yuanfei¹, LIN Quan¹, LIU Xiaohua¹

(1. GRIRNM Guojing Advanbcd Material Co., Ltd., Langfang 065001, Hebei, China; 2. GRINM Griret Resources and Environment Technology Research Institute (Beijing) Co., Ltd, Beijing 101407, China; 3. GRINM Grirem Advanced Materials Co., Ltd., Sanhe 065201, Hebei, China)

Abstract: MgAl_2O_4 transparent ceramic is a superior mid-infrared material, which is widely used in military and civil fields. In this paper, the effect of sintering process on the phase, microstructure and optical properties of magnesia alumina spinel transparent ceramics was investigated, and the sintering process route suitable for high-quality magnesia alumina spinel transparent ceramics was determined, which is of great significance for accelerating the industrialization of large-scale transparent ceramic armor materials. The results show that Li ions in hot pressed (HP) MgAl_2O_4 transparent ceramics may exist in the form of LiAlO_2 . The preferential growth surface of MgAl_2O_4 transparent ceramics obtained by hot isostatic pressing (HIP) sintering process is (311). Al and Mg ions of MgAl_2O_4 ceramics prepared by HP and HIP sintering deviate from the stoichiometric ratio, and Al/Mg ratio is greater than 2. The small grains in the ceramics increase with the increase of HIP pressure, and the grain size of MgAl_2O_4 ceramics is within 20–40 μm , which is conducive to improving the average transmittance of 3–5 μm . Based on the results by hot isostatic pressing test, the HIP sintering temperature of 1 750 $^\circ\text{C}$ and the pressure of 170 MPa are conducive to improving the average infrared transmittance (>85%). In addition, the HIP sintering time has little effect on improving the infrared transmittance of MgAl_2O_4 transparent ceramics.

Keywords: magnesia–alumina spinel transparent ceramic; hot pressing; hot isostatic pressing; phase analysis; microstructure; optical performance

收稿日期: 2022-06-11。 修订日期: 2022-08-11。

基金项目: 有研科技集团有限公司科技创新基金(2020TS0204); 有研新材料股份有限公司科技创新基金(G2021KC0202)。

第一作者: 郭立(1991—), 男, 硕士, 工程师。

通信作者: 石红春(1977—), 男, 硕士, 高级工程师。

Received date: 2022-06-11. Revised date: 2022-08-11.

First author: GUO Li (1991–), male, Master, Engineer.

E-mail: gsq7517@163.com

Correspondent author: SHI Hongchun (1977–), male, Master, Senior Engineer.

E-mail: shihc1977@126.com

镁铝尖晶石透明陶瓷作为一种优异的中红外材料^[1],不但具有陶瓷材料耐高温、耐腐蚀、耐磨损、抗冲击、高硬度、高强度以及良好的电绝缘性等性能^[2-3],又具有光学玻璃和光学晶体在红外波段优异的光学透射性能,被广泛应用于防弹窗、航天器防护窗和潜艇红外传感器等军事领域^[4-5],以及金属制品的陶瓷保护膜、精细陶瓷器皿等民用领域^[6-7]。

镁铝尖晶石粉体由于自身较慢的物质扩散速率,难以实现完全致密化,因此需要采用高温高压烧结方法制备透明陶瓷。随着烧结工艺技术的发展,目前镁铝尖晶石陶瓷烧结工艺已经相对成熟,常用的烧结方法包括无压烧结、热压烧结、热等静压烧结及放电等离子体烧结^[8]。无压烧结作为陶瓷制备工艺中最基本的烧结方法,具有简单易行、成本低、适于大尺寸和复杂形状样品批量化制备等优点,可以采用空气、真空和其他气体气氛进行烧结,适用的材料体系较广^[9];热压烧结是一种单向加压的压力烧结方法,常常在粉料受热膨胀软化时,对粉料施加一外力,促进了颗粒间的移动和有效接触,增加了传质动力,从而可以降低烧结温度、缩短烧结时间,并且可以抑制晶粒异常生长,从而获得具有良好性能的陶瓷制品^[10];与热压法不同,热等静压法采用高压惰性气体或氮气作为压力传递介质,压力均匀,能够使加工产品致密度高和均匀性好^[11];放电等离子体烧结又称为电场辅助烧结^[12],是一种新型的烧结技术,与传统的热压烧结有相似之处,将烧结物置于石墨磨具中,样品在加热过程中可以施加轴向压力等,但传统的烧结方法利用外部辐射热源加热的方式不同,放电等离子体烧结过程是利用直流脉冲电流直接通过磨具或样品进行加热,具有较高的热效率和升降温速率。

尽管当前烧结方法和烧结工艺技术趋于成熟,长期以来人们把研究热点主要聚焦在陶瓷粉体改性^[13-14],以及烧结助剂对镁铝尖晶石陶瓷致密化及其性能的影响和如何实现大尺寸陶瓷材料制备方面^[15-18],但不同烧结工艺下镁铝尖晶石透明陶瓷物相组成、组分占比、显微结构以及光学性能变化较少被系统介绍。

本工作以 S30CR 镁铝尖晶石粉体为原料,通过粉体改性处理,分析了不同烧结工艺下镁铝尖晶石透明陶瓷物相组成、组分占比、显微结构以及光学性能变化,阐释了热等静压烧结工艺下晶粒再生长机理,确定了适合高质量镁铝尖晶石透明陶瓷烧结工艺路线,为加快大尺寸透明陶瓷装甲材料产业化

进程具有重要意义。

1 实验

1.1 样品制备

以 S30CR 镁铝尖晶石粉体为原料、氟化锂(LiF,添加量 1%,质量分数)为烧结助剂、聚乙烯醇(添加量 20%)为黏结剂、水为分散剂,对充分混合后的料浆进行湿法球磨 12 h,然后干燥、球磨、过筛,即获得改性处理后的镁铝尖晶石粉体。使用改性处理后的粉体进行热压烧结(HP),热压烧结温度 1 680 ℃、压力 45 MPa、持续时间 4 h,热压镁铝尖晶石样品见图 1;然后将热压样品烧结加工后在氩气气氛下进行热等静压(HIP),未进行热等静压处理的样品记作样品 HP,热等静压烧结工艺参数见表 1。

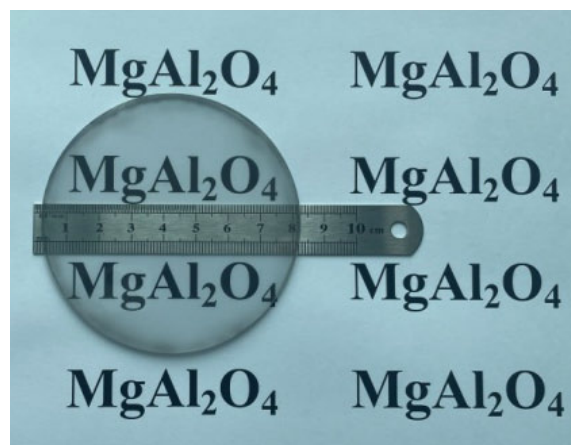


图 1 热压镁铝尖晶石样品(φ80 mm×2 mm)

Fig. 1 Hot pressed MgAl_2O_4 ceramic samples ($\phi 80 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$)

表 1 热等静压烧结工艺参数

Table 1 Process parameters of hot isostatic pressing sintering

Sample No.	Temperature/℃	Pressure/MPa	Time/h
HIP-1	1 750	170	2
HIP-2	1 750	180	2
HIP-3	1 750	190	2
HIP-4	1 750	170	4
HIP-5	1 750	180	4

1.2 样品表征

用 Rigaku 公司钴靶 X 射线衍射仪(XRD)进行 XRD 分析,扫描角度为 10°~80°,扫描步长 0.02°。用 Hitachi 公司 S-4800 型扫描电子显微镜(SEM)在 20 kV 电压下对热压样品和热等静压样品进行表面形貌观察及能谱分析(EDS),测试前样品由特定腐蚀液[浓度分别为 0.15 g/L 的 KOH 溶液与 0.15 g/L 的 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 溶液按质量比 1:1 配制]在 95 ℃温度下腐

蚀 15 min, 并对其表面进行喷金处理。用电感耦合等离子体(ICP)法测定了热压透明陶瓷中锂离子的含量。用 Fourier 变换红外分光光度计(Perkin Elmer LR-64912C)测量了抛光样品 HP 和样品 HIP (厚度为 2 mm)在 3~5 μm 波长范围内的平均透过性能。

2 结果与讨论

2.1 物相分析

图 2 为不同烧结方法样品的 XRD 谱以及 MgAl_2O_4 尖晶石和 LiAlO_2 的 JCPDS 标准卡片。由图 2 可见, 在 $2\theta=77.46^\circ$ 处, MgAl_2O_4 尖晶石相和 LiAlO_2 相都存在 1 个相同位置且不同强度的衍射峰, 相比于样品 HP, 样品 HIP 在此处的衍射峰较为明显, 该处衍射峰是由 LiAlO_2 相、 MgAl_2O_4 尖晶石相单个或者共同作用的结果。考虑到两者标准卡在 $2\theta=77.46^\circ$ 处都有衍射峰且 LiAlO_2 的衍射强度高于 MgAl_2O_4 尖晶石相, 表明陶瓷内部应有少量的 LiAlO_2 。为此, 使用 ICP 测试方法, 检测到了样品 HP 中的 Li_2O 含量约 0.56%, 换算成 LiF 的含量约为 0.98%, 与起始添加量 1.00% 较为接近, 损失量较少, 约 0.02%。此外, 对样品 HP 和样品 HIP 进行 EDS 能谱测试结果见表 2。由表 2 可知, $n(\text{Al}):n(\text{Mg})$ (n 为摩尔)均大于 2, 理论上 MgAl_2O_4 中的 $n(\text{Al}):n(\text{Mg})$ 等于 2, 表明铝(Al)离子以 MgAl_2O_4 以外的某种化合物形式存在, 考虑到前期粉体改性过程中, LiF 作为

烧结助剂被添加到 MgAl_2O_4 尖晶石粉体中, 由于 HP 烧结过程是在高温下进行的, 固态的 LiF 会转化成液态(LiF 熔点为 845°C), 会导致 MgAl_2O_4 粉体优先的与液相 LiF 发生反应形成 LiAlO_2 [$2\text{LiF}(\text{v})+\text{MgAl}_2\text{O}_4(\text{s})\rightarrow\text{MgF}_2(\text{v})+2\text{LiAlO}_2(\text{v})$], 这将导致 LiAlO_2 蒸汽在一个完全封闭的环境下不能完全排出, 也说明未能排除的 Li 离子应以 LiAlO_2 存在。由图 2 可以看出, 在 $2\theta=77.46^\circ$ 处样品 HIP 的衍射强度明显优于样品 HP, 出现这种现象的原因是在 HIP 阶段, 随高温高压热处理的进行, 材料内部 LiAlO_2 晶粒或者 MgAl_2O_4 晶粒和 LiAlO_2 晶粒发生了再结晶, 致使 HIP 处理后 $2\theta=77.46^\circ$ 处衍射峰增强。此外, MgAl_2O_4 在 $2\theta=36.9^\circ$ 发生了优先取向, 对应晶面为(311)。

根据图 3 中的热压和热等静压烧结后的透明陶瓷 EDS 能谱数据, 计算出 $n(\text{Al}):n(\text{Mg})$ (见表 2)。由表 2 可知, $n(\text{Al}):n(\text{Mg})$ 略大于 2, 理论上 MgAl_2O_4 中的 $n(\text{Al}):n(\text{Mg})$ 等于 2, 推测 Al 离子应以 MgAl_2O_4 以外的某种化合物形式存在, 考虑到 EDS 能谱检测的局限性(无法检测到 Li 离子), 结合前面对样品 HP 及样品 HIP 的 XRD 分析, 在 $2\theta=77.46^\circ$ 处 MgAl_2O_4 尖晶石和 LiAlO_2 有重叠峰, $n(\text{Al}):n(\text{Mg})$ 比略高更能说明在镁铝尖晶石透明陶瓷中不但有 MgAl_2O_4 尖晶石相存在, 也有少量含 Al 离子的化合物, 结合 ICP 检测结果证实, Li 离子的存在和高温下的 LiAlO_2 蒸汽在一个完全封闭的环境下不能完全排出, 说明含 Al 离子的化合物可能是 LiAlO_2 。此外, 陶瓷内部 Li 离子的存在与 Rozenburg^[19]随着温度升高, LiF 完全挥发的论述不一致。

2.2 显微结构分析

对经过 HP 和 HIP 烧结工艺的样品进行了 SEM 形貌观察如图 4 所示, 发现经过 HIP 烧结后的样品晶粒明显增大, 出现再结晶生长现象, 热压后的样品 HP 晶粒尺寸在 15~20 μm 范围内, 经过 HIP 烧结后的样品 HIP-1、样品 HIP-2、样品 HIP-4、样品 HIP-5 晶粒尺寸在 20~40 μm 范围内, 发现样品 HIP-3 晶粒(晶粒尺寸 5~20 μm)没有明显的长大, 反而出现了小晶粒, 导致这种现象的原因是高压 190 MPa 下抑制了晶粒再结晶生长, 使得部分晶粒处于局部高能量区域, 以多边化的亚晶为基础形核, 同时消耗了周围高能量区进而长大成为再结晶的有效核心, 随着形变程度增大, 会产生更多的亚晶而有利于再结晶形核, 促使着驱动形核与长大的储存能不断增大, 形核率增大加快, 使形核率与长大速率比值增大, 于是得到的再结晶晶粒越来越细化^[20]。

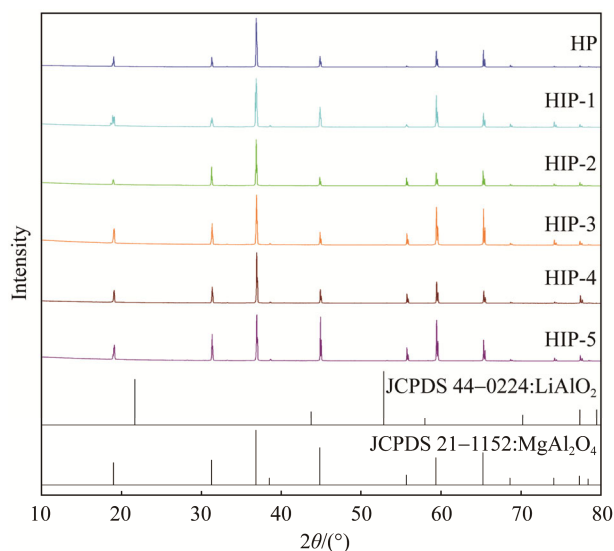
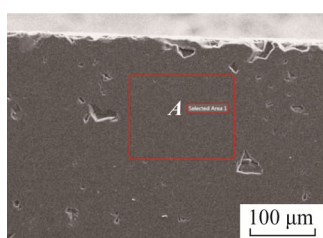
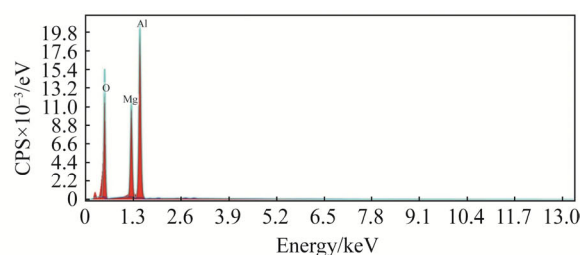


图 2 不同烧结方法样品的 XRD 谱以及 MgAl_2O_4 尖晶石和 LiAlO_2 的 JCPDS 标准卡片

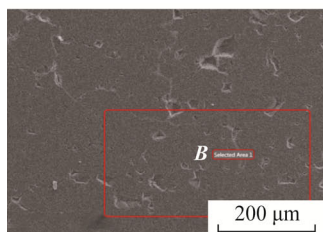
Fig. 2 XRD spectra of samples with different sintering methods and JCPDS standard cards of MgAl_2O_4 spinel and LiAlO_2



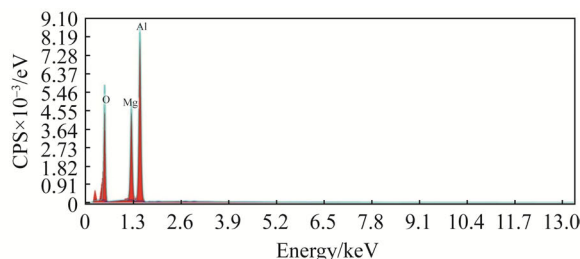
(a) SEM photograph of sample HP



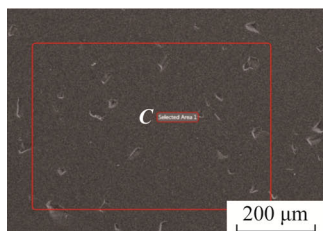
(b) EDS spectrum of area A in Fig. 3(a)



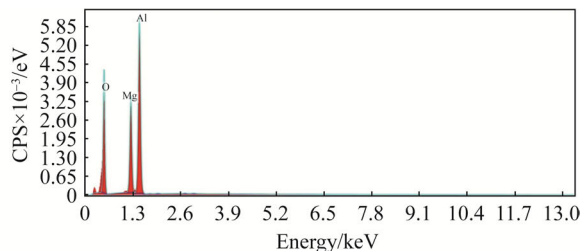
(c) SEM photograph of sample HIP-1



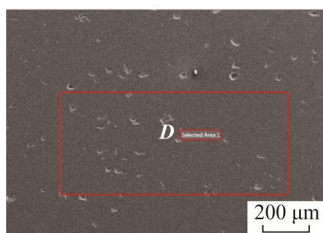
(d) EDS spectrum of area B in Fig. 3(c)



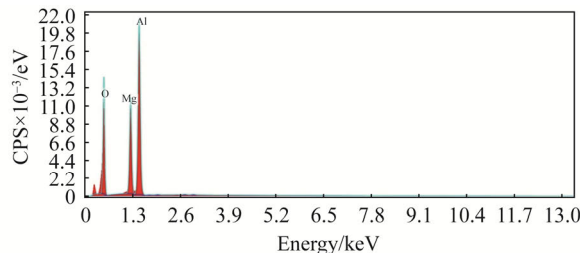
(e) SEM photograph of sample HIP-2



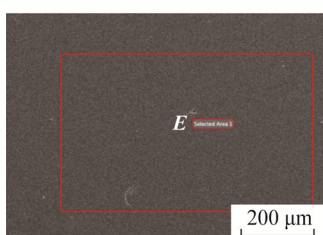
(f) EDS spectrum of area C in Fig. 3(e)



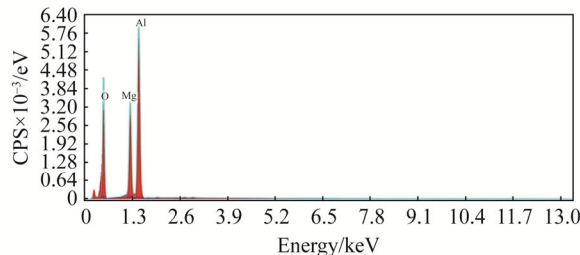
(g) SEM photograph of sample HIP-3



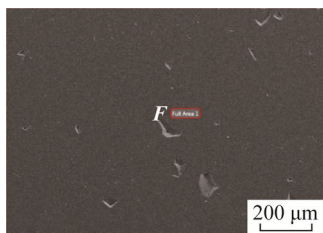
(h) EDS spectrum of area D in Fig. 3(g)



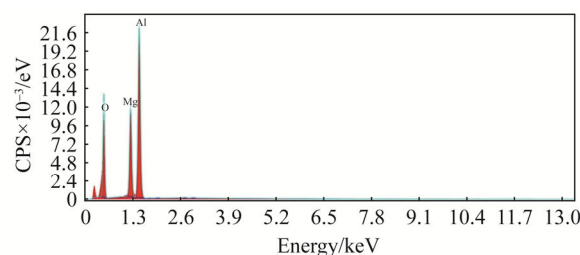
(i) SEM photograph of sample HIP-4



(j) EDS spectrum of area E in Fig. 3(i)



(k) SEM photograph of sample HIP-5



(l) EDS spectrum of area F in Fig. 3(k)

图 3 热压和热等静压烧结后的透明陶瓷 EDS 能谱

Fig. 3 EDS spectra of transparent ceramics sintered by HP and HIP

表 2 热压和热等静压烧结后陶瓷内部 Al 与 Mg 摩尔比

Table 2 $n(\text{Al}):n(\text{Mg})$ of ceramics after HP and HIP

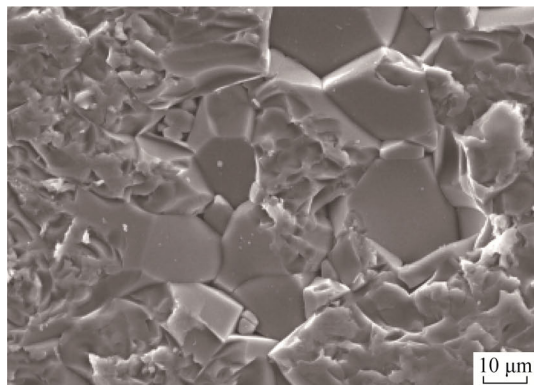
Sample No.	HP	HIP-1	HIP-2	HIP-3	HIP-4	HIP-5
$n(\text{Al}):n(\text{Mg})$	2.03	2.03	2.02	2.04	2.03	2.05

 n —Mole.

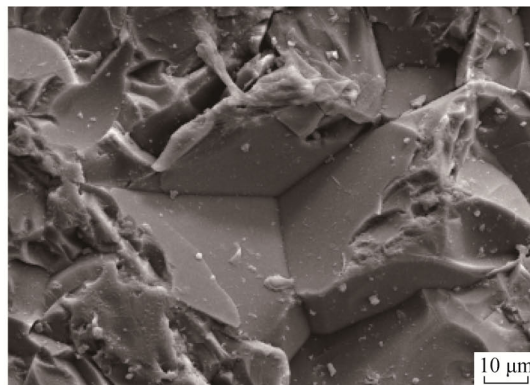
2.3 光学性能分析

图 5 为对 HP 烧结以及 HIP 烧结制备的 MgAl_2O_4 透明陶瓷光学性能测试结果。由图 5 可见, 样品 HIP-1~样品 HIP-5 在 3~5 μm 区间平均透过率分别为

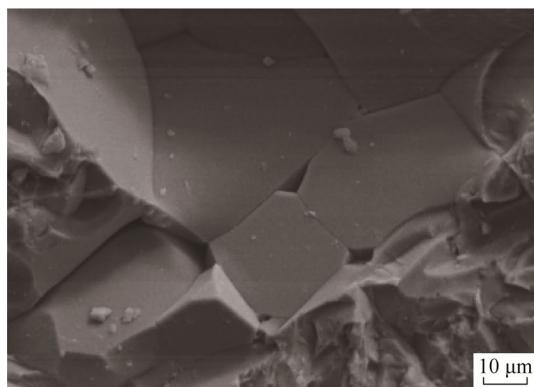
80.2%、85.2%、82.0%、77.46%、85.47%、82.16%, 与 HP 工艺相比, 合适的 HIP 工艺可以提升陶瓷透过性能。当 HIP 压力过大时, 样品 3 透过率出现明显下降, 平均透过率为 77.46%, 原因为过高的压力阻碍了晶界移动, 抑制了 MgAl_2O_4 晶粒生长, 产生了大量的小晶粒, 进而引起晶界相对数量增多, 随之导致了入射光在晶界处散射、折射的增加, 降低了材料透射性能。结合表 1 和图 5 可知, HIP 处理时间对 MgAl_2O_4 透明陶瓷的红外透过率提升较小。



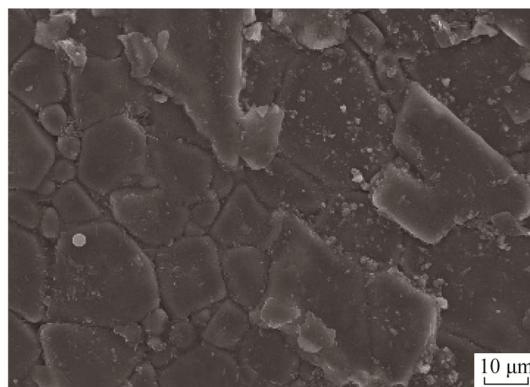
(a) Sample HP



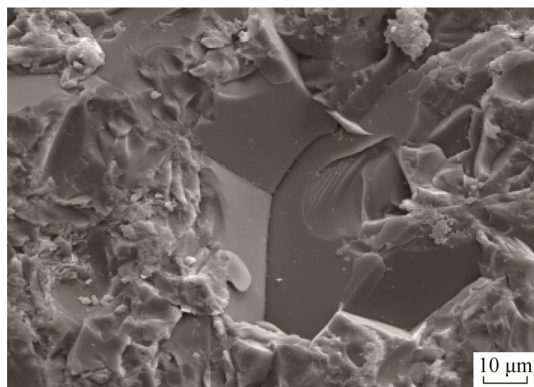
(b) Sample HIP-1



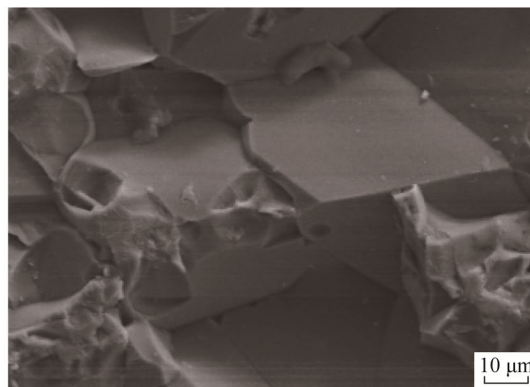
(c) Sample HIP-2



(d) Sample HIP-3



(e) Sample HIP-4



(f) Sample HIP-5

图 4 热压和热等静压烧结后的透明陶瓷 SEM 照片

Fig. 4 SEM images of transparent ceramics sintered by HP and HIP

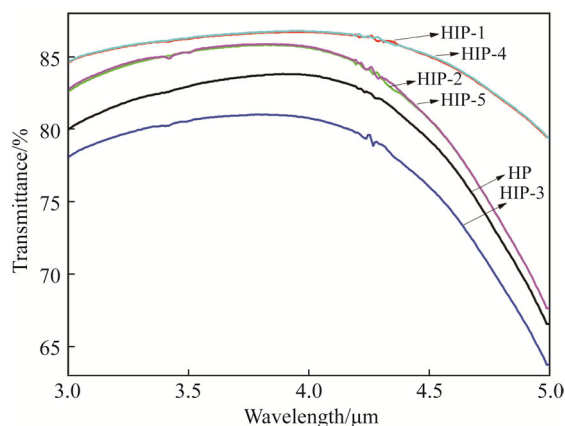


图 5 不同烧结工艺条件下获得 3~5 μm 透过曲线

Fig. 5 3~5 μm transmission curve obtained by different sintering processes

综合以上分析, HIP 处理温度 1750 $^{\circ}\text{C}$ 、压力 170 MPa 为 HIP 烧结最佳工艺, 平均透过率大于 85%, 接近 MgAl_2O_4 透明陶瓷红外平均透过率理论值 87%。

3 结论

1) HP 烧结工艺获得的 MgAl_2O_4 透明陶瓷内部的 Li 离子可能以 LiAlO_2 形式存在; HIP 烧结工艺获得的 MgAl_2O_4 透明陶瓷的优先取向生长面为 (311); HP 和 HIP 工艺制备的 MgAl_2O_4 陶瓷 Al 离子、Mg 离子偏离化学计量配比且 Al/Mg 大于 2。

2) 随着 HIP 压力增大, 陶瓷内部小晶粒增多, 这是由于 HIP 压力过高抑制了晶粒再结晶, 阻碍了晶粒长大。此外, 控制 MgAl_2O_4 陶瓷晶粒尺寸在 20~40 μm 有利于提升 3~5 μm 平均透过率。

3) 处理温度 1750 $^{\circ}\text{C}$ 、压力 170 MPa 条件下有利于提升 MgAl_2O_4 透明陶瓷 3~5 μm 波段的平均透过率, 平均透过率大于 85%。同时, 发现 HIP 烧结时间对提升 MgAl_2O_4 透明陶瓷的红外透过率作用较小。

参考文献:

- [1] 刘家希, 石晓东, 姜良宝, 等. 陶瓷基透明防弹装甲研究进展[J]. 材料工程, 2021, 49(11): 30–40.
LIU Jiayi, SHI Xiaodong, JIANG Liangbao, et al. Mater Eng (in Chinese), 2021, 49(11): 30–40.
- [2] HARRIS D C. History of development of polycrystalline optical spinel in the U.S.[J]. Proceed SPIE-Inter Soc Opt Eng, 2005: 1–22.
- [3] 雷牧云, 黄存新, 闻芳, 等. 透明尖晶石陶瓷的研究进展[J]. 人工晶体学报, 2007, 36(2): 319–322.
LEI Muyun, HUANG Cuxin, WEN Fang, et al. J Synth Cryst (in Chinese), 2007, 36(2): 319–322.
- [4] MROZ T J, ARTNETT T M, WAHL J M, et al. Recent advances in spinel optical ceramic[J]. Proc Spie, 2005, 5786: 64–70.
- [5] GILDE G, PATEL P, SANDS J, et al. Evaluation of hot isostatic

pressing parameters on the optical and ballistic properties of spinel for transparent armor[J]. Mater Sci, 2006, 88: 2747–2751.

- [6] RUBAT DU MERA C, KLEEBE H J, REIMANIS I E, et al. Fifty years of research and development coming to fruition; unraveling the complex interactions during processing of transparent magnesium aluminate (MgAl_2O_4) spinel[J]. J Am Ceram Soc, 2013, 96: 3341–3365.
- [7] BAUDIN C, PENA P. Influence of stoichiometry on fracture behavior of magnesium aluminate spinels at 1200 $^{\circ}\text{C}$ [J]. Eur Ceram Soc, 1997, 17: 1501–1511.
- [8] 韩丹. 镁铝尖晶石透明陶瓷的制备与性能研究[D]. 中国科学院大学(中国科学院上海硅酸盐研究所), 2018.
HAN Dan. Preparation and properties of transparent magnesia alumina spinel ceramics (in Chinese, dissertation). Shanghai: University of Chinese Academy of Sciences (Shanghai Institute of Silicate, Chinese Academy of Sciences), 2018.
- [9] 许顺祥, 寇华敏, 郭亚平, 等. 纳米陶瓷烧结技术研究进展与展望[J]. 硅酸盐学报, 2019, 47(12): 1768–1775.
XU Shunxiang, KOU Huamin, GUO Yaping, et al. J Chin Ceram Soc, 2019, 47(12): 1768–1775.
- [10] 李江, 潘裕柏, 刘珏, 等. 热压烧结细晶粒氧化铝陶瓷[J]. 硅酸盐学报, 2009, 2: 270–274.
LI Jiang, PAN Yubai, LIU Yu, et al. J Chin Ceram Soc, 2009, 2: 270–274.
- [11] 赫延明, 雷牧云, 杜洪兵, 等. 透明多晶尖晶石的制备研究[J]. 人工晶体学报, 2003, 32(2): 143–147.
HAO Yanming, LEI Muyun, DU Hongbing, et al. J Synth Cryst (in Chinese), 2003, 32(2): 143–147.
- [12] STOCKY R, BOEHLER J, LEMONNIER S, et al. Effect of spray drying treatment on the optical properties of Mg–Al spinel ceramics[J]. Open Ceramics, 2021, 6: 1–10.
- [13] 武小娟, 王明远, 张翼飞, 等. MgAl_2O_4 透明陶瓷粉体的研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2016(1): 137–140.
WU Xiaojuan, WANG Mingyuan, ZHANG Yifei, et al. Bull Chin Ceram Soc (in Chinese), 2016(1): 137–140.
- [14] 商青琳, 杨勇, 李特, 等. 镁铝尖晶石透明陶瓷纳米粉体改性处理[C]//全国高技术陶瓷学术年会, 2014.
SHANG Qinglin, YANG Yong, LI Te, et al. Guangdong: National High-tech Ceramics Academic Annual Conference (in Chinese), 2014, 38.
- [15] 李法荟, 林红, 李俊峰, 等. LiF 对镁铝尖晶石透明陶瓷红外透过率的影响[J]. 无机材料学报, 2012, 27(4): 417–421.
LI Fahui, LIN Hong, LI Junfeng, et al. J Inorg Mater (in Chinese), 2012, 27(4): 417–421.
- [16] REIMANIS I E, KLEEBE H J. Reactions in the sintering of MgAl_2O_4 spinel doped with LiF[J]. Inter J Mater Res, 2007, 98(12): 1273–1278.
- [17] SHI Z, ZHAO Q, GUO B, et al. A review on processing polycrystalline magnesium aluminate spinel (MgAl_2O_4): Sintering techniques, material properties and machinability[J]. Mater Des, 2020, 193: 108858.
- [18] SEPULVEDA J L, LOUTFY R O, IBRAHIM S, et al. Large-size spinel windows and domes[C]//Window & Dome Technologies & Materials XIII. International Society for Optics and Photonics, Maryland, United States, 2013: 870806.1–870806.15.
- [19] ROZENBURG K, REIMANIS I E, KLEEBE H J, et al. Chemical interaction between LiF and MgAl_2O_4 spinel during sintering[J]. J Am Ceram Soc, 2007, 90(7): 2038–2042.
- [20] 余怀之. 红外光学材料第二版[M]. 北京: 国防工业出版社, 2015: 122–128.