

## Оптические измерения усадки и распределения температуры в ходе микроволнового спекания

© С.В. Егоров, А.Г. Еремеев, К.И. Рыбаков, А.А. Сорокин, В.В. Холопцев

Институт прикладной физики им. А.В. Гапонова-Грехова РАН,  
603950 Нижний Новгород, Россия  
e-mail: rybakov@ipfran.ru

Поступило в Редакцию 9 июля 2025 г.

В окончательной редакции 18 сентября 2025 г.

Принято к публикации 21 ноября 2025 г.

Описан комбинированный метод оптической диагностики для процессов высокотемпературной микроволновой обработки материалов, который позволяет оперативно получать информацию об изменении размеров и формы объекта и о распределении температуры на его поверхности на основе обработки инфракрасных цифровых изображений. Рассмотрено применение данного метода в ходе высокоскоростных процессов реакционного спекания композиционных керамических материалов  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$  при микроволновом нагреве. Описана конструкция разработанного устройства вывода оптического излучения из рабочей камеры, обеспечивающего защиту чувствительных элементов оптической системы от интенсивного микроволнового излучения.

**Ключевые слова:** высокотемпературная микроволновая обработка материалов, оптическая дилатометрия, иттрий-алюминиевый гранат, гиротрон.

DOI: 10.61011/JTF.2026.03.62546.176-25

### Введение

Спекание с использованием нагрева микроволновым излучением является перспективным методом консолидации материалов, отличающимся высокой энергетической эффективностью, позволяющим существенно сократить продолжительность высокотемпературных процессов и получать материалы с улучшенной микроструктурой и свойствами [1].

В процессах микроволнового спекания важная роль принадлежит развитию методов диагностики, необходимых для реализации автоматического управления оборудованием и выработки оптимальных режимов микроволновой обработки. С развитием высокоскоростных методов спекания [2] повышаются требования к быстроте действия и точности диагностических методов. Традиционный метод получения кривых уплотнения, использующий нагрев идентичных образцов до различных температур, весьма трудоемок. Для измерения усадки в ходе процессов микроволнового нагрева было предложено использовать метод контактной дилатометрии, в котором диэлектрический (керамический) стержень, приведенный в контакт с уплотняющимся образцом, связан с индуктивным датчиком перемещения [3]. Недостатком этого метода является возможное искажение результатов измерений, связанное с деформацией стержня при его микроволновом нагреве.

Более эффективными в условиях нагрева интенсивным микроволновым излучением являются бесконтактные оптические методы диагностики. В работе [4] было предложено использовать для бесконтактной дилатометрии при микроволновом спекании метод оптической

триангуляции. Положение лазерного луча, отраженного от поверхности уплотняющегося образца, фиксировалось позиционно-чувствительным детектором. Очевидно, точность этого метода зависит от сохранения плоскостности поверхностей образца. Кроме того, необходимо принимать меры по отстройке детектора от теплового излучения нагретого образца. Позднее были предложены методы, основанные на наблюдении за нагреваемыми образцами при помощи оптических цифровых камер и дальнейшей обработке получаемых изображений. Так, например, в работе [5] для дилатометрии в процессах микроволнового нагрева в многомодовом резонаторе диапазона 2.45 GHz использовалась 12-битная CCD-камера, имеющая максимум чувствительности в области видимого света, с длиннофокусным объективом. При использовании совместно с оптическим пирометром данная система позволяла получать информацию о температуре наблюдаемого объекта. Аналогичная система с 8-битной камерой и зеркальной развязкой между пирометром и камерой использовалась в работе [6] для дилатометрии при микроволновом спекании оксида алюминия. Восстановление распределения температуры по поверхности образца по данным оптических измерений при микроволновом спекании гидроксипатита кратко описано в работе [7].

В настоящей работе развит комбинированный метод оптической диагностики, который позволяет оперативно получать информацию об изменении размеров и формы образца и о распределении температуры на его поверхности на основе обработки инфракрасных цифровых изображений. Предлагаемый метод позволяет осуществлять бесконтактные измерения усадки образцов

при спекании и перепада температур по поверхности образца, однако требует калибровки абсолютного значения температуры, которая в описываемой реализации выполняется при помощи термодатчиков. Описана конструкция разработанного устройства вывода оптического излучения из рабочей камеры, обеспечивающего защиту чувствительных элементов оптической системы от интенсивного микроволнового излучения. Рассмотрено применение данного метода в ходе высокоскоростных процессов спекания композиционных керамических материалов при микроволновом нагреве.

## 1. Экспериментальные методы

Эксперименты по спеканию проводились на специализированном гиротронном комплексе для высокотемпературной микроволновой обработки материалов [8]. Микроволновое излучение, генерируемое гиротроном с максимальной мощностью около 6 kW, работающим на частоте 24 GHz, поступает в рабочую камеру объемом около 0.1 м<sup>3</sup>, которая представляет собой сверхразмерный многомодовый резонатор. Для повышения однородности распределения электромагнитного поля в камере используется подвижный размешиватель мод.

В экспериментах использовали образцы в форме таблеток диаметром 10 mm и толщиной около 2.5 mm, полученные прессованием смеси наноразмерных порошков Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, легированного CeO<sub>2</sub>. Массовое соотношение между компонентами смеси было подобрано так, чтобы получить в результате реакционного спекания композицию 70 mass % Ce:YAG (0.2 at.% Ce<sup>3+</sup>) + 30 mass % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [9]. Относительная плотность спрессованных образцов составляла около 30 % от теоретического значения.

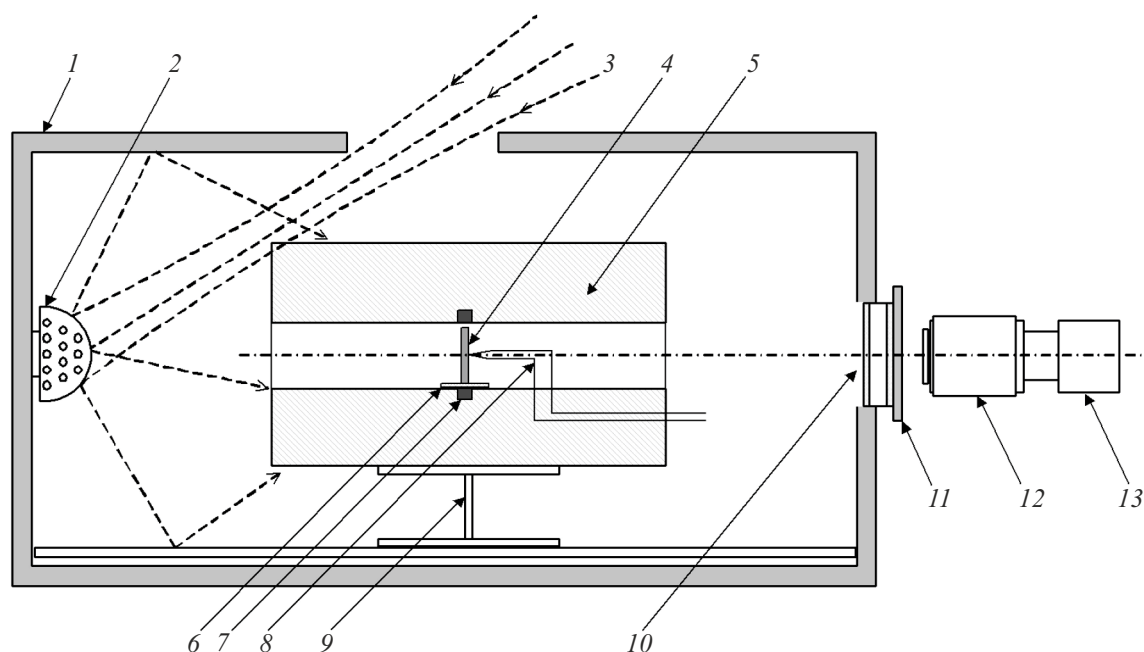
Нагреваемый образец размещали в рабочей камере гиротронного комплекса в теплоизолирующем контейнере размером 150 × 50 × 25 mm с просверленным в горизонтальной плоскости сквозным каналом диаметром 11 mm. В качестве теплоизолирующего использовался материал AL-30 (Zircar Ceramics, США) на основе высокопористого оксида алюминия, характеризующийся малой теплопроводностью и малым коэффициентом поглощения электромагнитного излучения. Для дополнительного выравнивания температуры образец помещали внутрь кольца из спеченного оксида алюминия, встроенного в теплоизоляционный контейнер. Температура образца измерялась платиново-родиевой (тип В) термопарой. Головка термопары располагалась в канале диаметром около 1.5 mm, просверленном до середины образца. Точность термодатчиков измерений температуры, определенная в отдельных калибровочных экспериментах по микроволновому нагреву образцов из металлов и неорганических соединений до известных температур плавления, составляла не хуже ±0.7 %. Показания температуры, полученные при помощи термопары, использовались на протяжении всего процесса

для автоматического регулирования мощности источника микроволнового излучения — гиротрона в соответствии с заданным температурно-временным режимом нагрева, а также для калибровки оптических измерений температуры, как описано ниже. Исследуемый образец располагался вертикально в средней части канала, что позволяло осуществлять его визуальное наблюдение *in situ* с помощью системы оптической дилатометрии.

В описанных ниже экспериментах использовался режим нагрева с постоянной скоростью 10 °C/min до температуры 1650 °C, включающий промежуточную выдержку 10 min при температуре 600 °C для удаления связанной воды. Скорость нагрева выбиралась из условия получения целостных спеченных образцов Ce:YAG + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> за минимальное время процесса. При исследованиях микроволнового спекания в зависимости от исследуемого материала использовались различные скорости нагрева, достигающие на высокотемпературной стадии сотен °C/min [2]. Увеличение скорости микроволнового нагрева позволяет существенно сократить продолжительность процесса спекания, однако требует повышенной плотности мощности объемного энерговыделения, что приводит к увеличению неоднородности распределения температуры в объеме образца и накладывает повышенные требования к обеспечению устойчивости процесса нагрева.

Основными элементами системы оптической дилатометрии являются цифровая монохромная камера с повышенной чувствительностью в ближнем инфракрасном диапазоне и оптический объектив, позволяющий с высоким разрешением регистрировать малые пространственные изменения образца при его уплотнении. Примененная монохромная камера NET 3iCube с CMOS-сенсором размером 1/2 inches (NET GmbH, Германия) имеет разрешение по горизонтали и вертикали 1280 × 1024 пикселей, максимальную частоту кадров 60 fps и максимальную скорость передачи данных 5 Gbit/s. Объектив VSZ-0745 с фронтальной линзой-конвертором VSZ-0.3X (VS Technology, Япония) позволяет осуществлять фокусировку на объект размером 10–15 mm на расстоянии до 337 mm, что соответствует геометрическим условиям проведения экспериментов по микроволновому нагреву образцов. Такая оптическая система позволяет развернуть изображение образца диаметром около 10 mm во весь размер кадра и проводить измерения малых усадок в реальном времени. Автоматическое управление яркостью изображений с камеры, передача и запись последовательности изображений в компьютер, отображение на экране монитора осуществлялось с помощью программного обеспечения Stream Pix 7 (Norpix, Канада).

Важным элементом оптической системы является окно вывода оптического излучения из рабочей камеры гиротронного комплекса, изготовленное в виде сэндвича из двух кварцевых стекол, между которыми циркулирует проточная дистиллированная вода. Окно имеет вакуумную герметичность с рабочей камерой и обеспечивает



**Рис. 1.** Схема экспериментальной установки для высокоскоростного микроволнового спекания с системой оптической диагностики: 1 — рабочая камера, 2 — размещиватель мод, 3 — пучок микроволнового излучения от гиротрона, 4 — нагреваемый образец, 5 — теплоизолирующий контейнер, 6 — сапфировый держатель, 7 — кольцо из спекленного оксида алюминия, 8 — термопара, 9 — регулируемый столик, 10 — окно вывода оптического излучения, 11 — инфракрасный светофильтр, 12 — объектив, 13 — инфракрасная камера.

надежную защиту от попадания интенсивного микроволнового излучения на элементы оптической системы. В системе вывода оптического излучения предусмотрен инфракрасный светофильтр типа ИКС3 или ИКС5. Для измерения размеров холодного образца до и после микроволнового нагрева в оптической системе использована коаксиальная оптоволоконная подсветка.

Схематическое изображение рабочей камеры с теплоизолирующим контейнером и оптической системы приведено на рис. 1.

Обработка данных, получаемых с помощью системы, позволяет получать информацию о ходе усадки образцов в течение всего процесса микроволнового спекания, а также оценивать неоднородность температуры и наблюдать развитие тепловых不устойчивостей. Для определения усадки форму образца на изображениях, полученных с помощью инфракрасной камеры, аппроксимировали эллипсом, и в качестве эквивалентного диаметра образца брали среднее геометрическое его полуосей.

Распределение температуры по поверхности образца определяли на основе данных о яркости элементов изображений, полученных с помощью инфракрасной камеры. В соответствии с формулой Планка спектральная плотность излучения нагретого тела:

$$I_{\lambda} = \varepsilon_{\lambda} I_{\lambda}^0 = \varepsilon_{\lambda} \frac{C_1}{\lambda^5 [\exp(\frac{C_2}{\lambda T}) - 1]},$$

где  $\varepsilon_{\lambda}$  — спектральная излучательная способность тела,  $I_{\lambda}^0$  — спектральная плотность излучения черного тела,

$C_1 = 3.7405 \cdot 10^{-16} \text{ W} \cdot \text{m}^2$  и  $C_2 = 1.43879 \cdot 10^{-2} \text{ m} \cdot \text{K}$  — первая и вторая радиационные постоянные соответственно,  $\lambda$  — длина волны излучения,  $T$  — абсолютная температура.

Так как излучение принимается оптической камерой, перед которой, как правило, располагается инфракрасный (ИК) фильтр, величина яркости изображения определяется не только интенсивностью излучения тела, но и спектральными свойствами камеры и используемого ИК фильтра. Величина яркости изображения  $B_{image}$  вычисляется по следующей формуле:

$$B_{image} = \int_0^{\infty} \varepsilon_{\lambda} I_{\lambda}^0 S_{\lambda} T_f d\lambda,$$

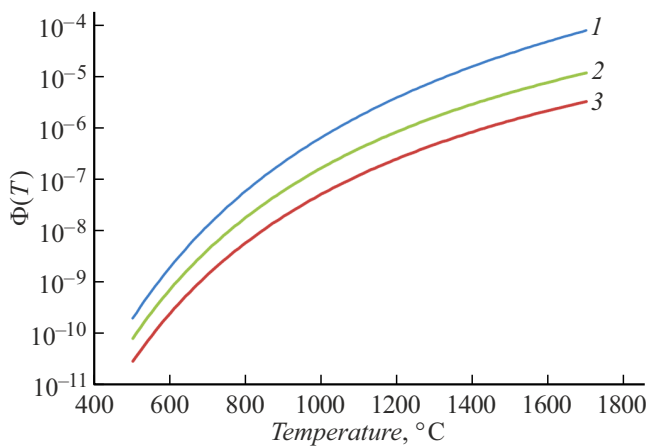
где  $S_{\lambda}$  — спектральная чувствительность камеры,  $T_f$  — коэффициент пропускания фильтра. Предполагая, что в пределах полос пропускания камеры и фильтра величина  $\varepsilon_{\lambda}$  меняется не сильно, можно записать

$$B_{image} = \varepsilon \int_0^{\infty} I_{\lambda}^0 S_{\lambda} T_f d\lambda = \varepsilon \Phi(T),$$

где

$$\Phi(T) = \int_0^{\infty} I_{\lambda}^0 S_{\lambda} T_f d\lambda.$$

Функция  $\Phi(T)$  для камеры без фильтров и с фильтрами ИКС3 и ИКС5 приведена на рис. 2.



**Рис. 2.** Функция  $\Phi(T)$  для случаев: 1 — камеры без фильтров, 2 — камеры с фильтром ИКС5, 3 — камеры с фильтром ИКС3.

В ходе эксперимента камера работает в режиме автоматического поддержания постоянной величины средней яркости изображения за счет изменения времени экспозиции каждого кадра. Поэтому абсолютная величина яркости не несет информации о величине температуры образца. Для определения температуры производилось сравнение яркости изображения и величины температуры, измеренной термопарой, находящейся в центре образца. Сопоставляя яркость изображения  $B_{th}$  в точках, близких к головке термопары, и измеренную термопарой величину температуры  $T_{meas}$ , можно определить коэффициент пропорциональности  $c_b$  между яркостью изображения и значениями функции  $\Phi(T)$ :

$$c_b = \Phi(T_{meas})/B_{th}.$$

Используя данный коэффициент, можно пересчитать яркость каждой точки изображения в величины  $\Phi$ , после чего, используя обратную функцию  $T(\Phi)$ , определить температуру каждой точки поверхности образца.

Образцы, полученные при различных температурах микроволнового нагрева, исследовали методами рентгенофазового анализа с использованием рентгеновского дифрактометра Ultima IV (Rigaku, Япония) с целью установления соответствия между температурой, изменением плотности (усадкой) и фазовым составом.

## 2. Результаты и обсуждение

Характер микроволнового нагрева образцов иллюстрируется изображениями с инфракрасной камеры системы оптической дилатометрии, примеры которых приведены на рис. 3. Начиная с момента, когда температура центра образца достигает примерно  $750^\circ\text{C}$ , наблюдается характерная картина объемного нагрева — внутренняя область образца (видимая в отверстии для термопары) ярче (т.е. горячее), чем поверхность (рис. 3,а). В интервале температур  $800^\circ\text{C}$ – $860^\circ\text{C}$  наблюдается заметная неоднородность нагрева (небольшие более яркие

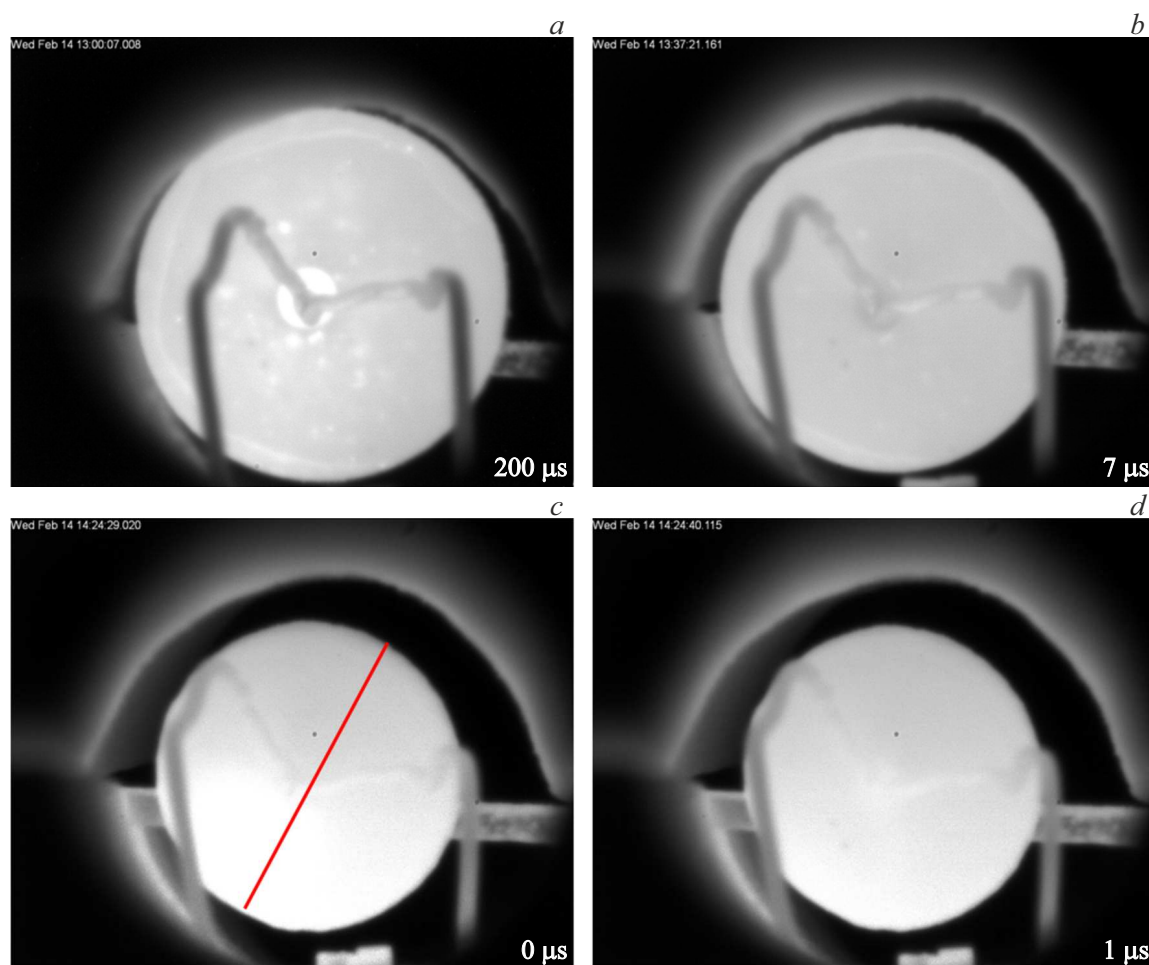
области на поверхности). Это, возможно, связано с происходящими в материале фазовыми превращениями и различным поглощением микроволнового излучения в областях, соответствующих различным кристаллическим фазам. В это время наблюдается первый этап усадки образца (см. ниже). Начиная с температуры примерно  $1150^\circ\text{C}$  объемный характер нагрева больше не наблюдается, что, по-видимому, связано с увеличением поглощения в кольце из спеченного оксида алюминия, окружающем образец. На соответствующем изображении яркость всего образца приблизительно однородна (рис. 3,б). На заключительном этапе нагрева, при температуре около  $1650^\circ\text{C}$  наблюдается неоднородность нагрева, проявляющая себя ярким пятном, локализованным в данной реализации со смещением влево и вниз от центра образца (вдоль линии на рис. 3,с). При этом наблюдается интенсивная усадка. После достижения максимальной температуры и отключения источника микроволнового излучения усадка образца завершается, а неоднородность распределения температуры постепенно ослабевает (рис. 3,д).

В качестве примера результатов исследования усадки образцов  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$  при микроволновом спекании с использованием оптической дилатометрической системы на рис. 4 приведены графики линейной усадки и хода автоматически регулируемой мощности в процессе микроволнового нагрева.

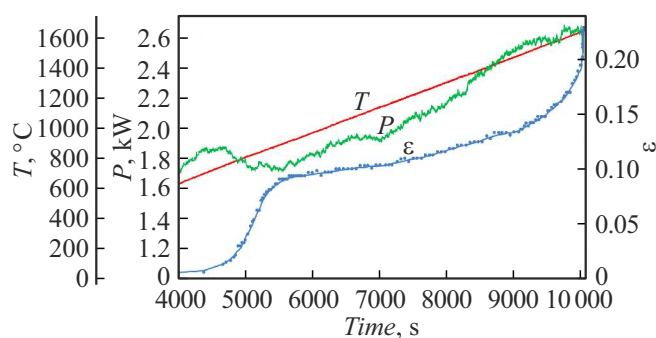
Как следует из рис. 4, скорость усадки имеет два максимума. Первый максимум наблюдается при температуре около  $800^\circ\text{C}$ , и ему соответствует спад автоматически регулируемой микроволновой мощности. После прохождения этого максимума скорость усадки падает более чем на порядок. В дальнейшем заметное возрастание скорости усадки наблюдается лишь при температуре около  $1500^\circ\text{C}$ .

На основании рентгеноструктурных исследований было установлено [9], что первый максимум скорости усадки соответствует трансформации оксида алюминия из исходной низкотемпературной метастабильной  $\eta$ -фазы в стабильную  $\alpha$ -фазу, обладающую более высокой плотностью. Повышение плотности приводит к увеличению микроволнового поглощения в материале, что вызывает снижение автоматически регулируемой микроволновой мощности, необходимой для поддержания заданного темпа нагрева. Аналогичное ускорение усадки в интервале температур, соответствующем данной фазовой трансформации, наблюдалось при микроволновом спекании керамических композитов  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{YSZ}$  (YSZ — оксид циркония, стабилизированный оксидом иттрия) [10].

Второй максимум скорости усадки достигается на заключительной стадии процесса спекания. Поскольку распределение температуры к этому времени характеризуется неоднородностью (см. ниже), усадка происходит не вполне однородно по образцу. На рис. 3,с можно заметить некоторое отличие наблюдаемой формы образца



**Рис. 3.** Инфракрасные изображения образца  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$  в процессе микроволнового нагрева со скоростью  $10^\circ\text{C/min}$ , полученные при температуре центра образца: *a* —  $800^\circ\text{C}$ , *b* —  $1150^\circ\text{C}$ , *c* —  $1650^\circ\text{C}$ , *d* —  $1625^\circ\text{C}$  (стадия охлаждения).



**Рис. 4.** Температура ( $T$ ), автоматически регулируемая микроволновая мощность ( $P$ ) и относительная линейная усадка ( $\varepsilon$ ), зарегистрированные в ходе высокотемпературной стадии процесса микроволнового нагрева образца  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$  со скоростью  $10^\circ\text{C/min}$ .

от круга, которое возникает из-за более быстрой усадки в области максимума температуры. В дальнейшем, однако, происходит выравнивание усадки, и спеченные

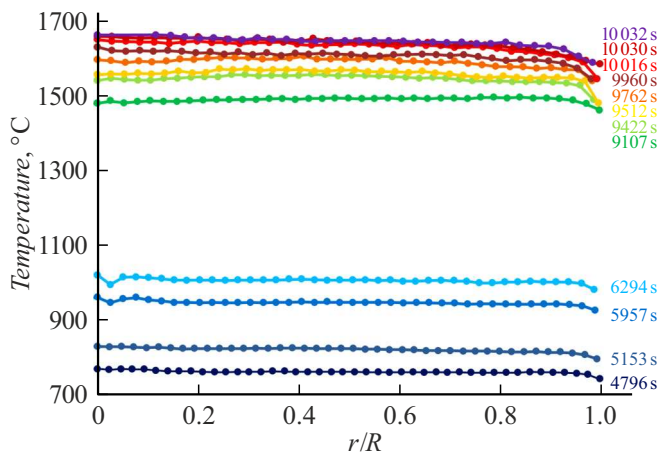
образцы имеют форму, достаточно близкую к круговому цилиндру.

Результаты исследования распределения температур по поверхности образца приведены на рис. 5, 6. На рис. 5 приведены усредненные по угловой координате распределения температуры вдоль радиуса, измеренные в различные моменты времени в ходе процесса микроволнового спекания. Нетрудно видеть, что микроволновый нагрев рассматриваемого материала является в среднем достаточно равномерным на протяжении всей высокотемпературной стадии спекания. Незначительный спад температуры вдоль края образца обусловлен потерями тепла с боковой поверхности образца, прилегающей к теплоизоляционной сборке.

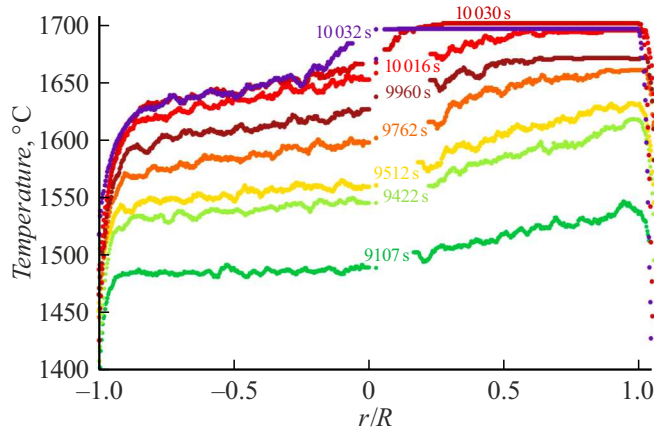
При этом распределение температуры по угловой координате на поздних стадиях процесса микроволнового спекания не является полностью равномерным. На рис. 6 приведены распределения температуры вдоль диаметра образца, обозначенного линией на рис. 3, *c*. Как следует из приведенных данных, в области температур центра образца  $1550^\circ\text{C}$ – $1650^\circ\text{C}$  перепад температуры вдоль

данного диаметра достигает примерно  $80^\circ\text{C}$ . При более высоких температурах достоверные данные о максимальной температуре отсутствуют, так как система автоматической регулировки экспозиции, обеспечивающая постоянную среднюю яркость кадра, оставляет наиболее яркую область кадра пересвеченной (на рис. 6 эти области отображаются прямыми горизонтальными отрезками, соответствующими максимальным значениям яркости, а при построении распределений, показанных на рис. 5, эти области исключали из процедуры усреднения).

Неоднородность распределения температуры при микроволновом нагреве может быть связана с различными факторами: объемным тепловыделением, неоднородным пространственным распределением интенсивности микроволнового электромагнитного поля, неравномерным теплоотводом из-за неточности центровки образца в



**Рис. 5.** Распределения температуры вдоль радиуса образца  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$ , усредненные по угловой координате, в различные моменты времени в ходе процесса микроволнового нагрева со скоростью  $10^\circ\text{C/min}$ .

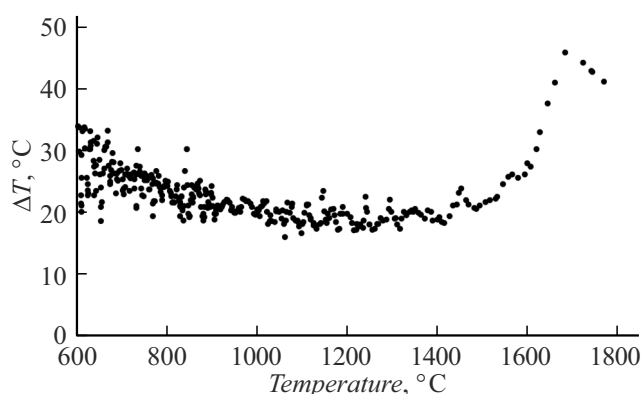


**Рис. 6.** Распределения температуры вдоль диаметра образца  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$ , показанного линией на рис. 3, в, в различные моменты времени в ходе процесса микроволнового нагрева со скоростью  $10^\circ\text{C/min}$ . Кривые прерываются в области расположения термпары.

теплоизоляционной сборке и т.д. Известно, что при определенных соотношениях между плотностью объемно выделяемой тепловой мощности, температурной зависимостью коэффициента микроволнового поглощения в нагреваемом материале и условиями теплоотвода при микроволновом нагреве возможно возникновение тепловой неустойчивости [11].

Оценка удельной мощности объемного тепловыделения в процессе микроволнового нагрева образца  $\text{Ce:YAG} + 30 \text{ mass \% } \text{Al}_2\text{O}_3$  была получена по скорости остывания образца после отключения источника микроволнового излучения. В момент, когда температура центра образца составляла  $1625^\circ\text{C}$  (рис. 3, *d*, 11 s после отключения), скорость остывания, обусловленная потерями тепла от образца, была равна  $10.4^\circ\text{C/s}$ . Поскольку мощность  $P$ , выделяемая в образце при микроволновом нагреве, должна компенсировать потери тепла, ее нетрудно оценить по формуле  $P = c_p m |dT/dt|$ . Для вычисления удельной теплоемкости  $c_p$  композиции  $70 \text{ mass \% } \text{YAG} + 30 \text{ mass \% } \text{Al}_2\text{O}_3$  в интервале температур  $1400^\circ\text{C} - 1700^\circ\text{C}$  использовали данные об удельной теплоемкости оксида алюминия из [12], а иттрий-алюминиевого граната — из [13]. Полученная оценка мощности  $P$  оказалась на уровне около  $3.0 \text{ W}$ . Поскольку объем образцов после спекания составляет примерно  $0.1 \text{ cm}^3$ , удельная мощность объемного тепловыделения при микроволновом нагреве на высокотемпературной стадии рассматриваемого процесса составляет примерно  $30 \text{ W/cm}^3$  (в предположении, что потери тепла на стадиях нагрева и остывания при одинаковых температурах одинаковы).

Объемное тепловыделение в сочетании с теплоотводом с поверхности образца с необходимостью порождает неоднородное распределение температуры внутри него. В рассматриваемом случае имеются два различных масштаба неоднородности: больший — вдоль радиуса образца и меньший — вдоль его толщины. Оценки с использованием восстановленных усредненных по углу распределений температуры вдоль радиуса дают для радиального градиента температуры  $dT/dr$  величину около  $37^\circ\text{C/cm}$ . Оценки интегральной мощности потоков тепла вдоль радиуса и толщины, выполненные по формулам  $P_r = \lambda \pi d h dT/dr$  и  $P_t = P - P_r = 2\lambda \pi d^2 \Delta T_t / h$  соответственно (где  $\lambda$  — коэффициент теплопроводности материала,  $d$  и  $h$  — диаметр и высота образца,  $\Delta T_t$  — перепад температуры по толщине между средней плоскостью и поверхностью образца) показывают, что поток тепла вдоль радиуса отводит около 25% выделяемой в образце тепловой мощности, а поток вдоль толщины — около 75%, при этом величина перепада температуры по толщине образца  $\Delta T_t$  не превышает  $1.1^\circ\text{C}$ . Для данных оценок величина коэффициента теплопроводности композиционного материала  $\lambda$  рассчитывалась методом приближения эффективной среды с использованием данных для оксида алюминия из [12], а для иттрий-алюминиевого граната — из [14]; уменьшение коэффициента теплопроводности в не полностью спекленном



**Рис. 7.** Разность температур между поверхностью образца  $\text{Ce:YAG} + 30 \text{ mass \% Al}_2\text{O}_3$  и обращенной к нему цилиндрической поверхностью сквозного канала в теплоизоляционной сборке в зависимости от температуры центра образца.

материале по сравнению с плотным учитывалось в соответствии с результатами работы [15].

Следует отметить, что одним из факторов, стабилизирующих процесс микроволнового нагрева, является неполная радиопрозрачность материала, используемого в теплоизоляционной сборке. Если материал теплоизоляции в определенной мере поглощает микроволновое излучение, мощность тепловыделения внутри образца, требуемая для нагрева с заданной скоростью, уменьшается. Частичный нагрев теплоизоляции ограничивает тепловой поток от образца и стабилизирует его температуру.

Оценка перепада температур между поверхностью образца и обращенной к нему цилиндрической поверхностью сквозного канала в теплоизоляционной сборке была выполнена на основе данных о скорости остывания образца на стадии охлаждения, по которым оценивались потери тепла в зависимости от температуры. Температура материала теплоизоляции оценивалась в предположении, что потери имеют радиационную природу. Результаты оценок приведены на рис. 7. Нетрудно видеть, что на протяжении большей части интервала температур, при котором осуществляется процесс микроволнового спекания, разность температур между образцом и теплоизоляцией составляет около  $20^\circ\text{C}$ , и лишь на коротком заключительном этапе она превышает  $40^\circ\text{C}$ .

## Заключение

В работе развит комбинированный оптический метод регистрации инфракрасных изображений, позволяющий одновременно измерять усадку образцов и распределение температуры в них в ходе высокоскоростных процессов микроволнового спекания. Для получения инфракрасных изображений применена высокоскоростная монохромная камера с CMOS-сенсором и прецизионная оптическая система.

Определение усадки образца выполнялось путем аппроксимации наблюдаемой формы спекаемого образца эллипсом, измерения его полуосей и использования диаметра эквивалентного круга в качестве меры текущего линейного размера образца.

Определение распределений температуры выполнялось на основе информации об уровне яркости элементов цифрового изображения с учетом спектральных характеристик применяемой камеры и оптических фильтров. Калибровка полученных значений температуры осуществлялась путем сравнения с данными термометрических измерений. Экспериментально определяемые характеристики полученных распределений поля температур сопоставляются с оценками неоднородностей температуры в нагреваемых материалах. Предложенный подход позволяет регистрировать и оценивать степень однородности распределения температуры в нагреваемых образцах, а также исследовать развитие тепловых неустойчивостей, возникающих при определенных условиях в процессах микроволнового нагрева.

Совместное измерение усадки образцов, динамики температурного профиля и автоматически регулируемой микроволновой мощности *in situ* позволило детально исследовать особенности процесса получения образцов  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$  в высокоскоростных процессах реакционного спекания при нагреве интенсивным микроволновым излучением. Установлено, что процесс усадки образцов проходит в несколько этапов: вначале в области температур  $700^\circ\text{C}$ – $900^\circ\text{C}$  относительно быстро достигается линейная усадка около 9 %, что связано с протеканием фазовой трансформации в оксиде алюминия. После этого усадка замедляется, а затем вновь ускоряется в области температур  $1500^\circ\text{C}$ – $1650^\circ\text{C}$ , достигая к окончанию процесса величин около 23 %. На заключительной стадии процесса микроволнового спекания образцов  $\text{Ce:YAG} + \text{Al}_2\text{O}_3$  при скорости нагрева  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  перепад температуры вдоль диаметра образца достигает  $80^\circ\text{C}$ , при этом оценка плотности мощности объемного тепловыделения составляет примерно  $30 \text{ W}/\text{cm}^3$ .

## Благодарность

Авторы благодарны С.С. Балабанову, Т.О. Евстропову и Е.Е. Росточкиной за изготовление образцов, использованных в настоящей работе.

## Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-19-00363, <https://rscf.ru/project/23-19-00363/>

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] Yu.V. Bykov, K.I. Rybakov, V.E. Semenov. J. Phys. D: Appl. Phys., **34**, R55 (2001). DOI: 10.1088/0022-3727/34/13/201
- [2] Ю.В. Быков, С.В. Егоров, А.Г. Еремеев, И.В. Плотников, К.И. Рыбаков, А.А. Сорокин, В.В. Холопцев. ЖТФ, **88** (3), 402 (2018). DOI: 10.21883/JTF.2018.03.45598.2398 [Yu.V. Bykov, S.V. Egorov, A.G. Ereemeev, I.V. Plotnikov, K.I. Rybakov, A.A. Sorokin, V.V. Kholoptsev. Tech. Phys., **63** (3), 391 (2018). DOI: 10.1134/S1063784218030052]
- [3] G. Link, M. Thumm. In: *Microwave and Radio Frequency Applications* (Proceedings of the Third World Congress on Microwave and Radio Frequency Applications), ed. by D.C. Folz, J.H. Booske, D.E. Clark, J.F. Gerling. (Westerville: The American Ceramic Society, 2004), p. 301.
- [4] S. Marinel, E. Savary. J. Mater. Process. Technol., **209**, 4784 (2009). DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2008.12.005
- [5] D. Zymelka, S. Saunier, J. Molimard, D. Goeuriot. Adv. Eng. Mater., **13** (9), 901 (2011). DOI: 10.1002/adem.201000354
- [6] J. Croquesel, D. Bouvard, J.-M. Chaix, C.P. Carry, S. Saunier. Mater. Des., **88**, 98 (2015). DOI: 10.1016/j.matdes.2015.08.122
- [7] S.V. Egorov, A.G. Ereemeev, V.V. Kholoptsev, I.V. Plotnikov, K.I. Rybakov, A.A. Sorokin. Mater. Today: Proc., **25**, 349 (2020). DOI: 10.1016/j.matpr.2019.12.081
- [8] Ю.В. Быков, А.Г. Еремеев, М.Ю. Глявин, Г.Г. Денисов, Г.И. Калынова, Е.А. Копелович, А.Г. Лучинин, И.В. Плотников, М.Д. Проявин, М.М. Троицкий, В.В. Холопцев. Изв. вузов. Радиофизика, **61** (10), 843 (2018). [Yu.V. Bykov, A.G. Ereemeev, M.Yu. Glyavin, G.G. Denisov, G.I. Kalynova, E.A. Kopelovich, A.G. Luchinin, I.V. Plotnikov, M.D. Proyavin, M.M. Troitskiy, V.V. Kholoptsev. Radiophys. Quant. Electron., **61** (10), 752 (2019). DOI: 10.1007/s11141-019-09933-6]
- [9] С.В. Егоров, А.Г. Еремеев, К.И. Рыбаков, А.А. Сорокин, В.В. Холопцев, С.С. Балабанов, Т.О. Евстропов. Изв. вузов. Радиофизика, **67** (11–12), 939 (2024). DOI: 10.52452/00213462\_2024\_67\_11\_939 [S.V. Egorov, A.G. Ereemeev, K.I. Rybakov, A.A. Sorokin, V.V. Kholoptsev, S.S. Balabanov, T.O. Evstropov. Peculiarities of phase transformations during microwave reactive sintering of Ce:YAG–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites // Radiophys. Quant. Electron. **67** (11–12), 848 (2025). DOI: 10.1007/s11141-025-10423-1]
- [10] S.V. Egorov, A.G. Ereemeev, V.V. Kholoptsev, I.V. Plotnikov, K.I. Rybakov, A.A. Sorokin, S.S. Balabanov, E.Ye. Rostokina. J. Eur. Ceram. Soc., **45**, 117006 (2025). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2024.117006
- [11] V.E. Semenov, N.A. Zharova. In: *Advances in Microwave and Radio Frequency Processing* (Proc. 8th International Conference on Microwave and High-Frequency Heating) ed. by M. Willert-Porada (Springer, Berlin, 2006), p. 482.
- [12] *Физико-химические свойства окислов*, под ред. Г.В. Самсонова (Металлургия, М., 1978), 472 с.
- [13] S. Sagi, S. Hayun. J. Chem. Thermodynamics., **93**, 123 (2016). DOI: 10.1016/j.jct.2015.09.035
- [14] J. Hostaša, J. Matějček, B. Nait-Ali, D.S. Smith, W. Pabst, L. Esposito. J. American Ceramic Society, **97** (8), 2602 (2014). DOI: 10.1111/jace.13015
- [15] D.S. Smith, A. Alzina, J. Bourret, B. Nait-Ali, F. Pennec, N. Tessier-Doyen. J. Mater. Res., **28**, 2260 (2013). DOI: 10.1557/jmr.2013.179