

**СИНТЕЗ БЕСПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ ПРОЗРАЧНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ZrO_2
МЕТОДОМ СПЕКАНИЯ В ПЛАЗМЕ ИСКРОВОГО РАЗРЯДА**

В.Д. Пайгин

Научный руководитель: А.А. Качаев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: vpaygin@mail.ru

**SYNTHESIS OF NONPOROUS TRANSPARENT STRUCTURE ZrO_2 BASED CERAMICS BY
SINTERING SPARK PLASMA**

V.D. Paygin

Scientific Supervisor: A.A. Kachaev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: vpaygin@mail.ru

Examination of the structure and properties of transparent ceramics based on cubic zirconia (ZrO_2) stabilized with 10 mol. % yttrium oxide (Y_2O_3) prepared by spark plasma sintering at temperatures of 1300-1400 °C. Synthesized ceramic samples have zones with varying opacity, due to uneven heating and transmit the light in the visible and infrared wavelengths.

Наноструктурированная керамика на основе диоксида циркония является одним из самых востребованных в современной технике материалов, качестве конструкционного заменителя металлов и сплавов. Прежде всего, это обусловлено её высокой твёрдостью и рекордной трещиностойкостью при относительно низких значениях коэффициентов трения и теплопроводности. Благодаря этим свойствам интенсивно исследуются методы и способы получения наноструктурированной керамики на основе диоксида циркония в том числе прозрачной. Актуальность разработки оптически прозрачной керамики на основе диоксида циркония обусловлена ещё одним замечательным свойством – аномально высоким среди материалов подобного класса коэффициентом преломления (2,2). Основной проблемой при получении прозрачной керамики является получение её в беспористом состоянии и с субмикронным размером зёрен. Одним из способов сохранения наноструктуры в керамике является метод спекания в плазме искрового разряда (Spark Plasma Sintering - SPS).

Цель настоящей работы – анализ влияния параметров SPS синтеза, таких как время спекания на оптические свойства прозрачной керамики на основе ZrO_2 .

Материал и методика исследования Для изготовления образцов прозрачной керамики, в работе, был использован коммерческий порошок кубического иттрий стабилизированного диоксида циркония (ZrO_2 10 мол.л% Y_2O_3 , TZ-10YS) фирмы TOSOH (Япония). Спекание образцов производилось методом спекания в плазме искрового разряда на установке SPS-515S, Sumitomo (Япония).

По литературным данным [1, 2] спекание прозрачной керамики на основе иттрий стабилизированного диоксида циркония проводилось при температурах 1000-1350 °C. В данных работах использовался диоксид титана (TiO_2) в качестве добавки улучшающий оптические свойства керамики. При этом отмечается, что прозрачные образцы были получены при температуре 1300 °C и выше.

В настоящей работе был выбран диапазон температур процесса синтеза 1300-1400 °С. После синтеза, образцы были отполированы, была измерена их плотность и оптические характеристики. Режимы спекания образцов и результаты измерения плотности приведены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики полученных прозрачных керамических образцов

Номер образца	Температура спекания, °С	Скорость нагрева, °С/мин.	Время выдержки при макс. температуре, мин.	Давление прессования, МПа	Усилие прессования, кН	Абсолютная плотность, г/см ³	Относительная плотность, %
1	1300	93	10	72	22,6	5,81	98,27
2	1300	50	10	72	22,6	5,83	98,68
3	1300	200	10	72	22,6	5,83	98,59
4	1300	25	10	72	22,6	5,88	99,49
5	1300	10	10	72	22,6	5,88	99,51
6	1400	93	10	72	22,6	5,77	97,65
7	1300	93	10	72	22,6	5,83	96,65
8	1300	10	10	72	22,6	5,86	99,10

При синтезе данной керамики было замечено, что при высоких скоростях нагрева и малом времени синтеза в образце образуются зоны с разной прозрачностью.

На рисунке 1 изображен скан на просвет синтезированной керамики. Выделенная центральная область, имеет большую прозрачность. Она всегда смещена к противоположному краю от технологических отверстий в пресс-форме и теплоизоляции для замера температуры пирометром. Возможно, такое распределение обусловлено неравномерностью нагрева. Поскольку при повышении температуры возрастает проводимость ZrO₂, что усиливает SPS-эффект. Со стороны отверстия происходят потери тепла, а значит, уменьшается температура и SPS-эффект. Для устранения этого эффекта было проведено спекание в режиме ручного задания температуры мощностью без использования пирометра. Это позволило выровнять тепловое поле в внутри пресс-формы и минимизировать перепад прозрачности по диаметру таблетки.

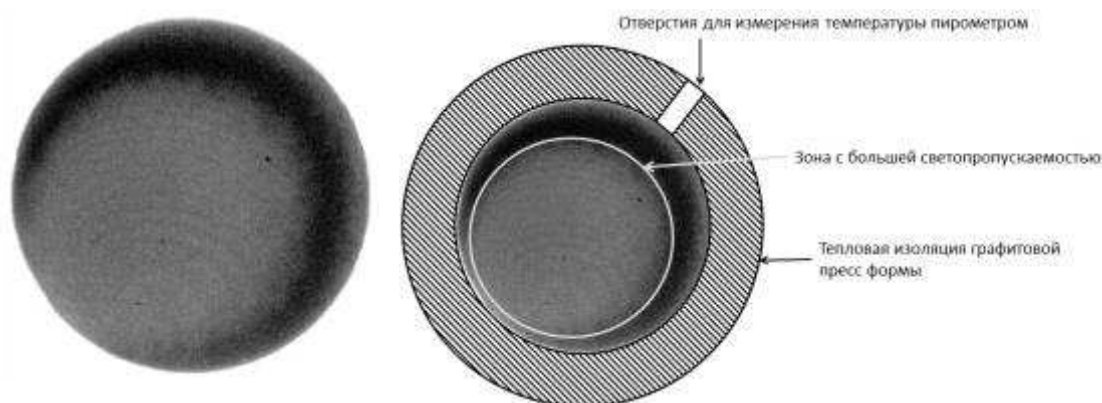


Рис. 1. Скан изображения прозрачной керамики на основе ZrO₂ стабилизированного 10% мол. Y₂O₃

Оптические характеристики, полученных образцов, были измерены в видимом и инфракрасном диапазонах длин волн. Оптические характеристики приведены в таблице 2. На рисунке 2 изображен график светопропускания полученных образцов.

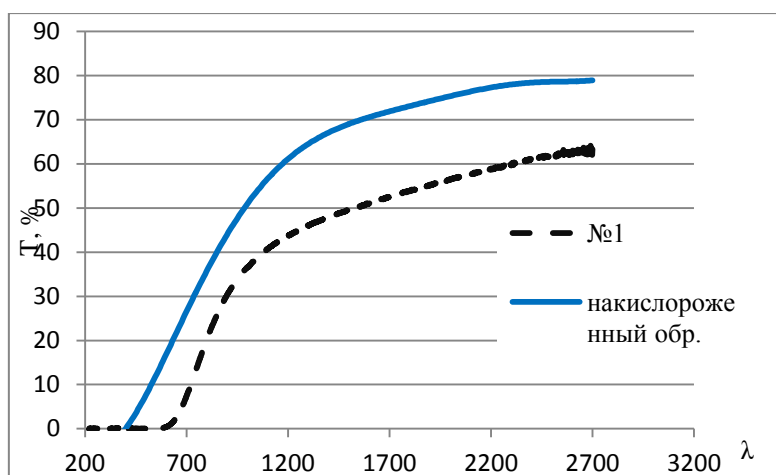


Рис. 2. коэффициент светопропускания полученных образцов

Из графика видно, что светопропускание полученной прозрачной керамики в видимом диапазоне длин волн незначительно, а в середине коротковолновой области инфракрасного диапазона составляет примерно 50%. После чего один из образцов был подвержен термическому отжигу в атмосфере кислорода, его показатель светопропускание в видимом диапазоне длин волн составил 11,91%.

Таблица 2. Оптические характеристики полученных образцов

Номер образца	Светопропускание на длине волны 555 нм, %	Светопропускание на длине волны 1620 нм, %	Оптическая плотность на длине волны 1620 нм	Оптическая плотность на 1 мм толщины на длине волны 1620 нм
1	0,01	51,30	0,29	0,22
2	0,00	46,00	0,33	0,26
3	0,00	44,76	0,35	0,27
4	0,03	47,24	0,32	0,25
5	0,00	42,48	0,37	0,28
6	0,10	23,79	0,82	0,63
7	0,02	48,26	0,31	0,24
8	0,44	44,76	0,40	0,32
Наислороженный образец	11,91	59	-	-

Закключение В результате работы получены прозрачные керамические образцы из иттрий-стабилизированного диоксида циркония. Полученные образцы пропускают свет в видимом и инфракрасном диапазонах длин волн 11,91 % и 59 % соответственно. В ходе работы была разработана методика изготовления прозрачной керамики позволяющая минимизировать перепад прозрачности по диаметру таблетки.

Автор выражает свою благодарность инженеру каф. НМНТ А.О. Хасанову за помощь в работе на установке SPS-515S.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lei L.W.; Fu Z.Y., Wang H., Lee S.W., Nihara, K. Transparent yttria stabilized zirconia from glycine-nitrate process by spark plasma sintering // *Ceramics International*. – 2012. – № 38. – С. 23–28.
2. Zhang H.B., Kim B.N., Morita K., Hiraga H.Y. Effect of sintering emperature on optical properties and microstructure of translucent zirconia prepared by high pressure spark plasma sintering // *Science and Technology of Advanced Materials*. – 2011. – Т. 5. – № 12. – С. 34–36.