

**ВЛИЯНИЕ МОЩНОГО УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ В ПРОЦЕССЕ
ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ КЕРАМИКИ ИЗ ОКСИДА ЦИНКА**

Т.Р. Алишин, О.С. Толкачёв

Научный руководитель: д.ф.-м.н. наук Э.С. Двилис

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 2, 634028

**THE INFLUENCE OF POWERFUL ULTRASONIC ACTION DURING COMPACTION ON
STRUCTURE ZINC OXIDE CERAMICS**

T.P. Alishin, O.S. Tolkachev

Scientific Supervisor: Dr. Sci. in Physics and Mathematics E.S. Dvilis

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 2, 634028

E-mail: alishin.95@mail.ru

***Abstract.** This paper reports an investigation of the influence of powerful ultrasonic action during compaction on porosity and pore size distribution in ZnO ceramics. Ceramic samples were obtained with a porosity of ~ 1%. It was established that ultrasonic action, without significantly changing the integral value of the porosity of sintered samples, leads to decrease in the relative content of large pores (macrodefects).*

Введение. Прозрачные проводящие покрытия используются при производстве различных оптоэлектронных приборов и устройств: органических светодиодов, жидкокристаллических дисплеев, сенсорных экранов и др. В качестве основных материалов для производства таких покрытий используются оксиды металлов (InO₂:Sn, SnO₂:F, ZnO), нановолокна серебра, металлические микросетки (медь, серебро, золото), графен, проводящие полимеры и углеродные нанотрубки. [1]. Одним из перспективных материалов для создания прозрачных проводящих покрытий является оксид цинка, обладающий низким удельным электрическим сопротивлением, удовлетворительными оптическими свойствами [2].

В производстве прозрачных проводящих покрытий из оксида цинка широко применяются методы распыления. Для формирования качественной микроструктуры и свойств таких покрытий критичным являются параметры пористости и однородности мишени, используемой для распыления, поэтому их изготавливают с применением дорогих и сложных технологических процессов (многостадийная консолидация с использованием холодного и горячего изостатического прессования, электроимпульсного плазменного спекания и т.п.), обеспечивающих высокую плотность и однородность структуры [3].

Более экономичными, но не утратившими потенциал развития, являются методы холодного прессования в закрытых жёстких пресс-формах с усовершенствованными кинематическими схемами перемещения формообразующих элементов, а также используемых в сочетании с внешним энергетическим воздействием. Таковыми являются разработанные нами рациональные методы и приёмы консолидации: коллекторное и ультразвуковое прессование, реализация которых позволяет минимизировать перепады плотности по объёму порошковой прессовки [4].

Цель данной работы – оценить влияние ультразвукового воздействия (УЗВ) в процессе коллекторного прессования порошка ZnO на пористость и распределение пор по размерам в спечённой керамике.

Материал и методики экспериментов. В качестве исходного материала использовали порошок ZnO высокой чистоты (Leshan KaiYaDa Photoelectric Technology Co., Ltd., Китай, содержание основного компонента 99,999 %). По данным производителя, средний размер частиц порошка составляет 0,3 мкм. Исходный порошок характеризуется низкой насыпной плотностью (0,5 г/см³, что составляет ~9 % от теоретической плотности 5,606 г/см³) и, соответственно, высоким коэффициентом упрессовки. Для эффективного прессования порошка в коллекторной пресс-форме (КП) провели в оптимизированных условиях его сухую грануляцию, которая позволила повысить насыпную плотность до ~25 %. Для изготовления прессовок использовали комбинированную ультразвуковую коллекторную пресс-форму (КП+УЗ), колебания частотой около 18 кГц в которой возбуждали магнитострикционными преобразователями типа ПМС-15. Для возбуждения колебаний использовали ультразвуковой генератор УЗГ-2-4М (Россия); прессование проводили в испытательном прессе ИП-500М-авто (ЗИПО, Россия) давлением 75 МПа, выбранном на основе серии экспериментов по критерию достижения максимальной плотности керамики. Спекание спрессованных образцов проводили в высокотемпературной атмосферной печи ЛНТ 08/18/P310 (Nobertherm, Германия) с выдержкой в течении 5 ч при температуре 1150 °С и скоростью изменения температуры 200 °/ч. Распределение пор по размерам оценивали методом ртутной порометрии на приборе Poremaster 33 (Quantachrome, США) с диапазоном измеряемых значений размеров пор от 7 нм до 1000 мкм.

Результаты исследования и их обсуждение. Результаты определения плотности образцов методом взвешивания и геометрического измерения объёма показали, что ультразвуковое воздействие в процессе прессования способствует снижению пористости на 1,4 % (с 45,2 до 43,9 %). После спекания пористость озвученных образцов оказалась в среднем на 0,4 % выше, однако находится в достаточно узком диапазоне значений (от 0,1 до 1,5 % в обоих случаях).

На поверхности скола керамики (рис. 1 а) наблюдается незначительное количество остаточных пор, а также смешанный характер разрушения (около половины зёрен на изображении обнаруживают транскристаллитное разрушение). На полированной поверхности возникают углубления от зерен, вырванных абразивом. Эти углубления в совокупности со смешанным характером разрушения материала на сколе (рис. 1, а) свидетельствуют о прочности межзёренных связей, сопоставимой с прочностью самих зерен.

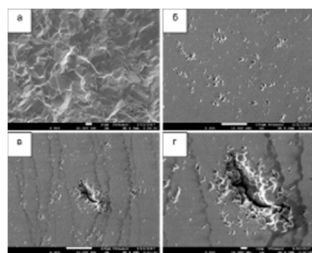


Рис. 1. – Структурные элементы и морфологические особенности на поверхностях скола (а) и на полированных поверхностях (б, в, г) керамики ZnO, изготовленной обычным статическим прессованием (в, г) и прессованием под действием УЗ-колебаний (а, б)

Результаты ртутной порометрии спеченных образцов (рис. 2) показали, что ультразвуковое воздействие в процессе прессования, не оказывая существенного влияния на интегральное значение плотности, приводит к изменению характера распределения пор по размерам. В керамике, изготовленной с применением УЗВ, наблюдается меньшее содержание пор микронных размеров и существенное увеличение содержания нанопор, чем в неозвученном материале.

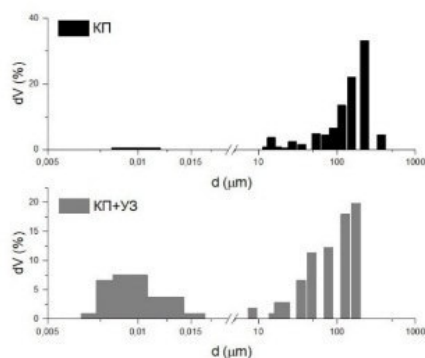


Рис. 2. – Относительное объёмное распределение пор по размерам в образцах керамики ZnO, изготовленной обычным статическим прессованием (КП) и прессованием под действием УЗ-колебаний (КП+УЗ)

Заключение. В результате исследований установлено, что ультразвуковое воздействие, существенно не меняя интегрального значения пористости спеченных изделий, приводит к уменьшению относительного содержания крупных пор (макродфектов). Обнаруженная особенность позволяет рассматривать используемые нами методы консолидации для повышения качества керамических мишеней не столько за счёт снижения интегральной пористости, сколько путём смещения размеров пор в не критичную для технологии напыления область (в наноразмерный диапазон).

Работа выполнена в рамках Госзадания “Наука” (проект № 11.7700.2017/БЧ) при частичной поддержке проекта РФФИ № 16-08-00831.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Т.Н. Патрушева, Н.Ю. Снежко, Ф.В. Барон. Прозрачные проводящие пленки для СВЧ электроники // Электроника и микроэлектроника СВЧ. – 2015. - №1-2, - С. 73-76.
2. Вакулов Д.Е., Вакулов З.Е., Замбург Е.Г., Ивонин М.Н., Шумов А.В. Получение прозрачных проводящих нанокристаллических пленок оксида цинка методом импульсного лазерного осаждения // Фундаментальные исследования. – 2012. – № 11-2. – С. 373-376;
3. Е.К. Папынов, О.О. Шичалин, В.Ю. Майоров. Технология искрового плазменного спекания как перспективное решение для создания функциональных наноструктурированных керамик // Химия. Перспективные материалы и методы. – 2016. - № 6. – С. 15-30.
4. Метод коллекторного компактирования нано- и полидисперсных порошков: учебное пособие / О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, А.А. Качаев; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2009. – 99 с.