

последовательности:  $6,6 \cdot 10^{-9}$  с (0%) >  $7,1 \cdot 10^{-9}$  с (1%) >  $8,8 \cdot 10^{-9}$  с (3%) >  $9,0 \cdot 10^{-9}$  с (5%), что объясняется ростом степени кристалличности ПГБ в волокнах.

Кинетические профили высвобождения ДПД из волокон ПГБ характеризуются начальным нелинейным во времени участком и завершающим участком, где концентрация десорбируемого из волокна ДПД возрастает линейно. Нелинейный участок кинетического профиля высвобождения ДПД определяется процессом диффузии. Резкое изменение значений коэффициента диффузии соответствует структурному переходу от геометрии веретеноподобных частиц к цилиндрическим. В то время как скорость деструктивного процесса экспоненциально уменьшается с ростом ЛВ, что коррелирует с предыдущими данными. Проявление двух процессов высвобождения (диффузионного и кинетического) позволяет предположить, что ДПД существует в волокнах ПГБ в двух формах. Одна форма представляет данное ДПД в «свободной форме» и, что очень важно, только эта форма способна к десорбции ДПД из волокон ПГБ по диффузионному механизму. Другая форма ДПД, в полимере находится в иммобилизованном состоянии и характеризуется крайне низкой диффузионной подвижностью, однако ее выход из полимера обеспечивается частичной деградацией ПГБ (потерей массы с включенной в нее иммобилизованной формой ДПД) по уравнению нулевого порядка.

#### Список литературы

1. Martinho N., Damg e C., Reis C.P. Recent advances in drug delivery systems // Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology, 2011, 2, 510-526
2. Карпова С.Г., Ольхов А.А., Иорданский А.Л., Ломакин С.М., Шилкина Н.С., Попов А.А., Гумаргалиева К.З., Берлин А.А. Нетканые смесевые композиции на основе ультратонких волокон поли(3-гидроксibuтирата) с хитозаном, полученные электроформованием // Высокомолекулярные соединения. Серия А. 2016. Т. 58. № 1. С. 61-72
3. Филатов Ю.Н. Электроформование волокнистых материалов (ЭФВ-процесс). / Под ред. В.Н. Кириченко. М.: Нефть и газ, 1997.

### ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ ПРЕССОВАНИЯ НА ПЛОТНОСТЬ СВЕТОПРОПУСКАЮЩЕЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ КУБИЧЕСКОГО $ZrO_2$

*В.Д. ПАЙГИН, Э.С. ДВИЛИС, О.С. ТОЛКАЧЁВ*

Национальный Исследовательский Томский Политехнический Университет

E-mail: [vpaygin@mail.ru](mailto:vpaygin@mail.ru)

**Введение.** Керамика на основе диоксида циркония является перспективным материалом, сочетающим в себе относительно высокие механические свойства такие, как твёрдость и трещиностойкость, обладает аномальным значением коэффициента преломления и низкой теплопроводностью. В силу перечисленных выше свойств такая керамика весьма востребована в аэрокосмической технике, в оборонной промышленности, в оптоэлектронике и квантовой оптике. Наличие кислородных вакансий в этом материале обеспечивает ионную проводимость, делая возможным его использование в качестве электролита для твердооксидных топливных элементов [1, 2].

Особый интерес представляет керамика на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия в высокотемпературной кубической модификации, прозрачная в видимой и инфракрасной области спектра электромагнитного излучения [2, 3].

Как известно, для получения керамики с высокими оптическими свойствами, необходимо обеспечить сохранение исходного фазового состава, структуры и чистоты материала в процессе прессования, что не может быть в полной мере обеспечено

традиционными методами компактирования нанопорошка. Использование методов, способных обеспечить выполнение этих требований, таких как горячее прессование или электроимпульсное плазменное спекание весьма дорого из-за высокой стоимости оборудования. В связи с этим, актуальным является использование методов, не требующих больших затрат и позволяющих получить керамику с равномерной плотностью и минимальной остаточной пористостью, к таким методам относятся ультразвуковое и коллекторное прессование с последующим спеканием.

Целью настоящей работы является определение оптимального давления прессования коммерческих нанопорошков иттрий-стабилизированного диоксида циркония кубической модификации (YSZ).

**Материалы и методы исследования.** YSZ-керамика была изготовлена из коммерческого гранулированного нанопорошка  $ZrO_2$  стабилизированного 10 мол. %  $Y_2O_3$  (TZ-10YS, TOSOH, Япония). Гранулометрический состав нанопорошка был определен методом лазерной дифракции на установке SALD-7101, (Shimadzu, Япония). Площадь удельной поверхности была измерена методом БЭТ на приборе Sorbi-M (МЕТА, Россия). Анализ морфологии частиц порошка был проведен методом сканирующей электронной микроскопии на приборе JSM-7500FA (JEOL, Япония).

Порошковые компакты были изготовлены методом холодного одноосного статического прессования при давлениях от 70 до 800 МПа. Формование осуществляли на автоматическом прессе ИП-500М-авто (ЗАО ЗИПО, Россия). Спекание полученных компактов проводили в высокотемпературной печи ЛНТ 02/18 (Nabertherm, Германия) в воздушной атмосфере при температуре 1650°C с выдержкой 2 часа. Скорость изменения температуры в ходе нагрева и остывания составляла 200°C/час. В результате были получены светопропускающие керамические образцы 1,7 – 1,9 мм, диаметром 7,8 – 8,5 мм. Плотность определяли путем измерения массы и линейных размеров.

Рентгенофазовый анализ исходного нанопорошка и полученной керамики проводился на дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu).

#### **Результаты и обсуждения.**

Анализ СЭМ-изображений, показал, что исходный порошок состоит из первичных частиц, средний размер которых около 93 нм, объединённых в агломераты размером до нескольких сотен нанометров. Исследование гранулометрического состава, проведенное по методу лазерной дифракции, показало, что средний размер агломератов нанопорошка равен 0,478 мкм. Значение удельной поверхности, рассчитанное по методу БЭТ -  $5,61 \pm 0,04$  м<sup>2</sup>/г. Рентгенофазовый анализ (РФА) показал содержание кубической фазы  $ZrO_2$  > 99%.

На рисунке 1 представлены зависимости плотности керамических образцов до и после спекания от давления прессования. С увеличением давления прессования плотность порошкового компакта возрастает по логарифмическому закону, [4, 5]. Так повышение давления прессования с 70 до 800 МПа плотность порошкового компакта возрастает с 46,76% до 61,79%. При этом с увеличением давления прессования наблюдалось понижение плотности спеченной керамики с 98,6% до 91,02%. Это может быть вызвано неравномерным распределением плотности по объему порошкового тела во время прессования, которое могло привести к накоплению остаточных напряжений и к образованию дефектов, таких как трещины, в процессе спекания керамики.

В керамических образцах, полученных при давлениях выше 300 МПа, трещины видны невооруженным глазом, а в некоторых порошковых компактах, полученных при аналогичных давлениях, наблюдались расслоения.

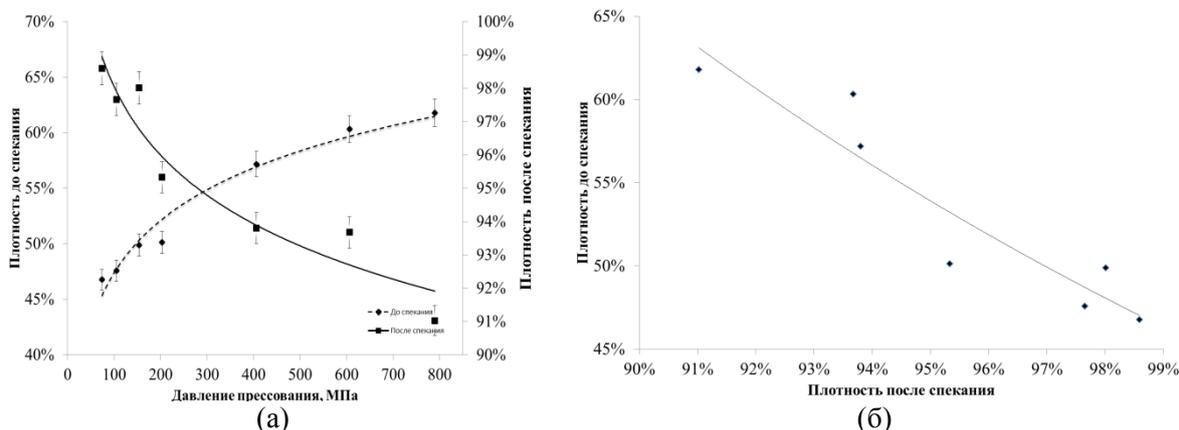


Рисунок 1 – (а) Зависимость плотности YSZ-керамики до и после спекания от давления прессования; (б) Зависимость

**Заключение.** В результате работы получены образцы светопропускающей YSZ-керамики. Установлено, что плотность спеченной YSZ-керамики имеет обратную зависимость от плотности порошковых компактов. С увеличением давления прессования с 70 до 800 МПа плотность керамики уменьшается с 98,6% до 91,02%. Одноосное статическое прессование YSZ-керамики целесообразно проводить в диапазоне давлений от 70 до 200 МПа.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФ № 17-13-01233.*

#### Список литературы

1. Khasanov O.L., Dvilis E.S., Bikbaeva Z.G., Paygin V.D., Khasanov A.O. Relationship of optical and elastoplastic characteristics of transparent spark-plasma-sintered YSZ ceramics // *Journal of Ceramic Science and Technology*. – 2017. – Т. 8. - № 1. – С. 161 – 168.
2. Wang S. F., Zhang J., Luo D. W., Gu F., Tang D. Y., Dong Z. L., Tan G. E. B., Que W. X., Zhang T. S., Li S., Kong L. B. Transparent Ceramics: Processing, Materials and Applications // *Progress in Solid State Chemistry*. - 2013. - Т. 41. -С. 20—54.
3. Качаев А.А., Гращенко Д.В., Лебедева Ю.Е., Солнцев С.Ст., Хасанов О.Л. Оптически прозрачная керамика (обзор) // *Стекло и Керамика*. – 2016. - №4. – С. 3 – 10.
4. Khasanov O.L., Dvilis O.S., Sokolov V.M. Compressibility of the structural and functional ceramics nanopowders // *Journal of European Ceramic Society*. – 2007. – Т. 27. – С. 749 – 752.
5. Laberty-Robert C., Ansart F., Deloget C., Gaudon M., Rousset A. Dense yttria stabilized zirconia: sintering and microstructure // *Ceramic International*. – 2003. – Т. 29. – С. 889 – 894.