

**ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ZrO_2 ,
АРМИРОВАННЫХ ОДНОСТЕННЫМИ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ**

В.А. Цуканов, А.А. Леонов

Научный руководитель: профессор, д.т.н., О.Л. Хасанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: vladimir.tsukanov95@gmail.com

**PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF ZrO_2 / SINGLE WALL CARBON NANOTUBES
NANOCOMPOSITES**

V.A. Tsukanov, A.A. Leonov

Scientific supervisor: Prof., Dr. O.L. Khasanov

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

E-mail: vladimir.tsukanov95@gmail.com

***Abstract.** Zirconia ceramics reinforced with 0, 0.1, 0.5, and 1 wt.% single wall carbon nanotubes were fabricated by spark plasma sintering. The sintering was performed at 1500 °C with a dwell time of 10 min, with heating and cooling rates of 100 °C/min, and uniaxial pressure of 40 MPa was applied. Relative densities of the obtained pellets were calculated by weighing the pellets and measuring their dimensions. The highest value for microhardness was obtained for the pure ZrO_2 (14.72 GPa), and it decreased with the increase in the content of carbon nanotubes. On the other hand, fracture toughness of the obtained composites increased with the increase in carbon content. The highest value for fracture toughness was obtained for the composite with 1 wt.% of CNT (6.97 MPa·m^{1/2}).*

Введение. Научно-технический прогресс требует создания новых материалов с уникальными свойствами. Высокая термическая и химическая стойкость нанокерамики позволяют использовать ее в механизмах, работающих при экстремально высоких температурах, открывая новые перспективы для изготовления деталей ракетных двигателей, элементов и покрытий космических аппаратов, термоядерных двигателей, конструкций, работающих в агрессивных средах [1]. Тем не менее, нанокерамика обладает рядом недостатков, главными из которых принято считать хрупкость и низкая трещиностойкость. Это значительно ограничивает возможности ее использование в промышленных целях. Одним из методов улучшения прочностных характеристик керамических изделий является создание композиционных материалов, например с помощью армирования углеродными нанотрубками (УНТ) или волокнами. УНТ способны в несколько раз повысить показания трещиностойкости композита по сравнению с неармированной керамической матрицей. В последнее десятилетие написано множество работ, описывающих керамические наноконпозиты с добавлением одностенных и многостенных углеродных нанотрубок. Авторами работ исследовались механические и электрические характеристики композитов, полученных различными методами. Многообразие используемых методов изготовления наноконпозитов приводит к неоднозначным результатам. Некоторые авторы показали, что добавление УНТ приводит к увеличению трещиностойкости [2, 3]. Авторы работы [4] получили уменьшение

трещиностойкости ZrO_2 при добавлении УНТ. Целью данной работы является исследование влияния относительного содержания одностенных УНТ на механические свойства композитов на основе ZrO_2 , полученных методом SPS.

Материалы и методы исследования. Для приготовления композитов использовался порошок ZrO_2 , частично стабилизированный оксидом иттрия, 3 мол.% (Tosoh, Япония), и одностенные УНТ Tuball (0,1; 0,5 и 1 масс.%) (OCSiAl, Новосибирск, Россия). Проводилось диспергирование суспензии УНТ в этиловом спирте с помощью ультразвука в течение 30 минут, затем добавлялся порошок ZrO_2 , и полученная суспензия обрабатывалась еще в течение 30 минут в ультразвуковой ванне. После ультразвуковой обработки суспензия перемешивалась в магнитной мешалке в течение 30 минут, а затем сушилась в течение 3 часов. Полученные композитные порошки спекали методом искрового плазменного спекания (SPS) при температуре 1500 °С с временем выдержки 10 минут при скорости нагрева 100 °С/мин и одноосном давлении 40 МПа.

Полученные образцы обрабатывались на шлифовальном станке EcoMet™ 300 Pro (Buehler). Были рассчитаны теоретические плотности образцов с учетом плотности исходного порошка ZrO_2 и плотности УНТ. Затем измерялись геометрические размеры таблеток, взвешивались и получали экспериментальные значения образцов. Используя теоретические и экспериментальные значения, рассчитывались относительные плотности образцов. Микротвердость измеряли с помощью микротвердомера ПМТ-3М (ЛОМО, Россия) методом Виккерса при нагрузке 500 г. Трещиностойкость определяли на твердомере ТП-7Р-1 при нагрузке 5 кг и оценивали по методу Niihara [5]. Для анализа микроструктуры образцов использовались сканирующая электронная микроскопия (СЭМ, JSM 7500FA, JEOL, Япония).

Результаты. На рисунке 1 приведены изображения, полученные с помощью СЭМ для образцов с разным содержанием УНТ.

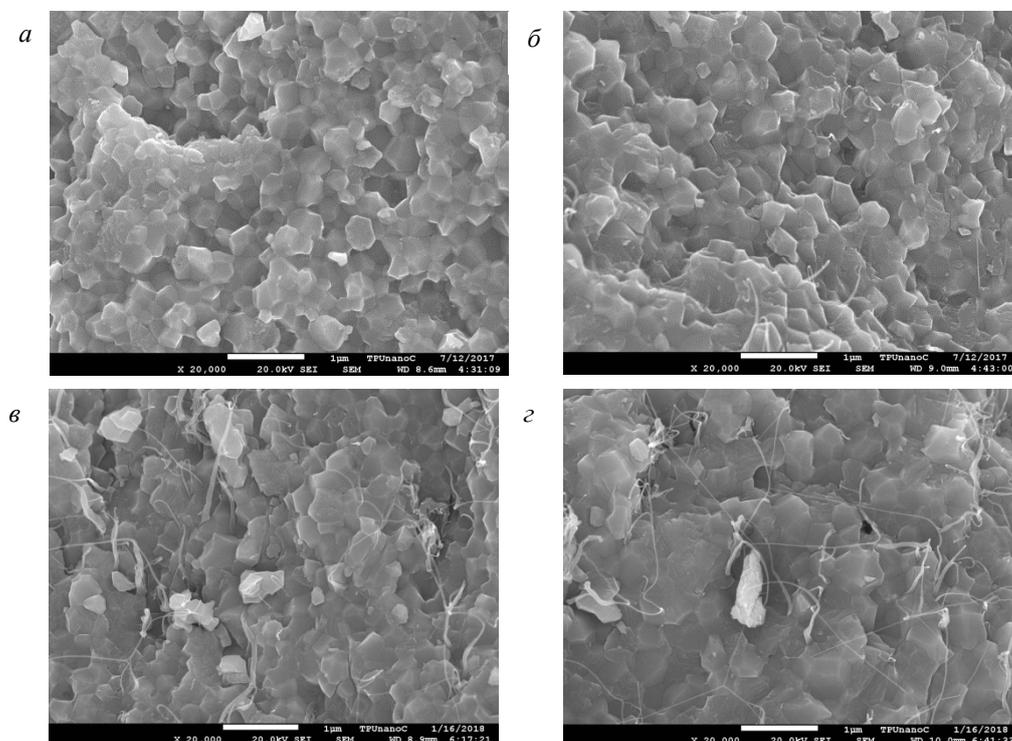


Рис.1. Изображения СЭМ образцов с разным содержанием УНТ: а) 0; б) 0,1 масс.%; в) 0,5 масс.%; г) 1 масс.%

Из рисунков 1в и 1г видно, что УНТ в виде длинных изгибающихся нитей довольно равномерно распределились на границах зерен при содержании УНТ 0,5 и 1 масс.%.

В таблице 1 приведены значения относительной плотности, а также микротвердости полученных образцов. Для «чистого» ZrO₂ микротвердость составила 14,72 ГПа. Из таблицы видно, что при увеличении концентрации УНТ значения микротвердости уменьшаются, что может быть связано со слабой связью на границе между УНТ и матрицей ZrO₂. Полученные значения трещиностойкости увеличиваются при увеличении концентрации УНТ. Наибольшее значение трещиностойкости наблюдается при добавлении 1 масс.% УНТ (6,97 МПа·м^{1/2}). Относительная плотность образцов находится в пределах 98-99%. Как было показано другими авторами, увеличение концентрации УНТ замедляет уплотнение композита [1].

Таблица 1

Относительная плотность и микротвердость полученных образцов

	масс. %	$\rho_{\text{отн}}, \%$	$H_V, \text{ГПа}$	$K_{\text{IC}}, \text{МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$
Чистый 3YS	0	99,30	14,72	5,84
0,1 SWCNT	0,1	98,97	13,97	6,18
0,5 SWCNT	0,5	99,51	13,60	6,75
1 SWCNT	1	98,73	11,95	6,97

Заключение. Были получены композиты на основе ZrO₂ с добавлением одностенных углеродных нанотрубок методом SPS. При увеличении концентрации УНТ значения микротвердости уменьшаются, а трещиностойкость увеличивается. При добавлении 1 масс.% УНТ трещиностойкость составила 6,97 МПа·м^{1/2}. Таким образом, добавление УНТ позволяет улучшить трещиностойкость композита на основе ZrO₂.

Авторы выражают благодарность Егорову Юрию Петровичу, к.т.н., заведующему лабораторией Механических испытаний и металлографического анализа материалов (ТПУ) за помощь в проведении исследований трещиностойкости образцов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ritchie R.O. The quest for stronger tougher materials // Science. – 2008. – Т. 320. – № 5875. – С. 448–452.
2. Wang J., Kou H.M., Liu X.J., Pan Y.B., Guo J.K.. Reinforcement of mullite matrix with multi-walled carbon nanotubes // Ceram. Int. – 2007. – Т. 33. – № 5. – С. 719–722.
3. Corral E.L., Cesarano J., Shyam A., Lara-Curzio E., Bell N., Stuecker J., et al. Engineered nanostructures for multifunctional single-walled carbon nanotube reinforced silicon nitride nanocomposites // J. Am. Ceram. Soc. – 2008. – Т.91. – № 10. – С. 3129–3137.
4. Kasperski A., Weibel A., Alkattan D., Estournès C., Laurent Ch., Peigney A.. Double-walled carbon nanotube/zirconia composites: Preparation by spark plasma sintering, electrical conductivity and mechanical properties // Ceram. Int. – 2015. – Т. 41. – № 10. – С. 13731–13738.
5. Niihara K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics // J. Mater. Sci. Lett. – 1983. – Т. 2. – С. 221–223.