

**ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА ПРОЦЕССЫ КОНСОЛИДАЦИИ
КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДА ИНДИЯ-ОЛОВА**

Т.Р. Алишин, О.С. Толкачев

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

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: alishin.95@mail.ru

**INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS ON THE CONSOLIDATION PROCESSES OF
INDIUM TIN OXIDE CERAMIC MATERIALS**

T.R. Alishin, O.S. Tolkachev

Scientific Supervisor: Dr. E.S. Dvilis

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

E-mail: alishin.95@mail.ru

***Abstract.** This work is devoted to optimization of technological processes for the production of ceramics from indium-indium oxide powder. The influence of granulation and pressure in uniaxial one-sided pressing in rigid cylindrical mold of powder materials based on indium-tin oxide on the density of sintered ceramics is studied.*

Введение. Для формирования качественной микроструктуры и требуемых свойств прозрачных проводящих покрытий из оксида индия-олова (ИТО) критичным являются параметры пористости и однородности мишеней, используемых для распыления, поэтому мишени изготавливают с применением дорогих и сложных технологических процессов (горячего изостатического прессования, электроимпульсного плазменного спекания и т.п.), обеспечивающих высокую плотность и однородность структуры. Более экономичными являются методы холодного прессования в закрытых жёстких пресс-формах. Главной проблемой этой группы методов является разрушение компактов из непластичных порошков (оксиды, шпинели, титанаты и др.) при извлечении их из пресс-формы. Одним из решений проблемы является введение в порошок веществ (пластификаторов/связующих), придающих пластичность порошковому телу и обеспечивающих более прочную связь между частицами. В качестве пластификаторов, чаще всего, используют органические вещества (поливиниловый спирт, поливинилбутираль и др.), так как их можно полностью удалить из керамики при отжиге.

Цель данной работы – количественная оценка влияния технологических параметров и условий подготовки порошка на процессы консолидации керамических материалов на основе оксида индия-олова.

Материал и методика эксперимента. В качестве исходного материала использовали нанопорошок оксида индия-олова (ИТО) высокой чистоты (Changsha Santech Materials Co., Lt, Китай, содержание основного компонента 99,99 %). По данным производителя, средний размер частиц порошка составляет 30 нм. Теоретическая плотность материала равна 7,2 г/см³.

Гранулирование порошка ИТО проводили следующим образом: исходный порошок смешивали с 10 масс. % раствором поливинилбутираля (PVB) в этаноле в массовом соотношении порошок ИТО – PVB 100/2; после смешивания порошок сушили и просеивали через сито. Для повышения значения насыпной

плотности полученный порошок прессовали при давлении 50 МПа с последующим разломом прессовки в агатовой ступке и просеиванием через сито. Прессование порошков проводили по схеме одноосного одностороннего прессования в цилиндрической пресс-форме диаметром 14 мм.

Для определения реологических свойств исследуемых порошковых материалов использовали безразмерное уравнение прессования логарифмической формы (1) [1].

$$\rho = b \cdot \ln\left(\frac{P_{np}}{P_{кр}}\right) + 1 \quad (1)$$

где ρ – относительная плотность порошкового тела, b – коэффициент, характеризующий интенсивность уплотнения порошкового тела под действием давления прессования, P_{np} – давление прессования, $P_{кр}$ – критическое давление прессования, при котором достигается беспористое состояние порошкового тела.

Коэффициенты уравнения прессования для различных порошковых материалов и условий их консолидации определяются аппроксимацией экспериментальных кривых уплотнения методом наименьших квадратов. Спекание спрессованных образцов проводили в высокотемпературной атмосферной печи ЛНТ 08/18/P310 (Nobetherm, Германия) с выдержкой в течении 1 ч при температуре 1600 °С и скоростью изменения температуры 200 °/ч. Для определения плотности, ввиду правильной геометрической формы образцов, использовали результаты взвешивания на аналитических весах, и рассчитывали объём образца, используя линейные измерения.

Результаты исследования и их обсуждение. Кривые уплотнения порошковых материалов, представленные на рисунке 1, имеют значение достоверности аппроксимации уравнением (1) не менее 99.4 %.

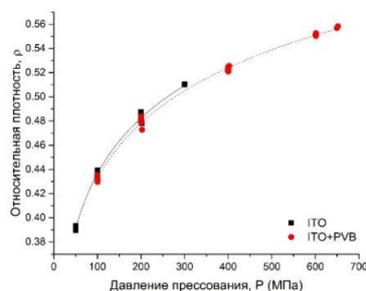


Рис. 1. Кривые уплотнения исходного (ITO) и гранулированного (ITO+PVb) порошков ITO

Коэффициенты уравнения прессования исследуемых порошков (табл. 1), показывают, что используемая технология гранулирования, не оказывает существенного влияния на интенсивность уплотнения и значение критического давления прессования. При этом, целые (без разрушений) образцы из исходного порошка можно получить при давлении прессования не более ~300 МПа, из гранулированного – не более ~600 МПа.

Таблица 1

Реологические характеристики исследуемых порошков

Смесь	Интенсивность уплотнения b	Критическое давление прессования, $P_{кр}$, МПа	R^2
ITO	0,066	492768	99,4
ITO+PVb	0,066	537192	99,5

Зависимости относительной плотности керамических образцов от плотности прессовок после свободного спекания на воздухе при температуре $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$ и выдержке в течении часа свидетельствует о том, что плотность после спекания растёт вместе с ростом плотности порошкового тела. Использование ПВБ при гранулировании приводит к более активному спеканию. Плотность спеченных образцов из гранулированного порошка оказалась выше на $\sim 10\%$, чем у образцов из исходного порошка, полученных в тех же условиях (рис. 2а).

Феноменологическое описание спекания, предложенное В. А. Ивенсеном [2], основывается на постоянно наблюдаемой закономерности – независимости относительного сокращения объема пор от начальной плотности порошкового тела, $V_c/V_n = const$, где V_n и V_c – объемы пор в спекаемом теле до и после спекания. Автор отмечает, что свободно насыпанные и слабо уплотненные порошки обнаруживают повышенные значения V_c/V_n , объясняя это малым числом и низкой прочностью контактов между частицами. В наших экспериментах при рассмотрении зависимости V_c/V_n от давления прессования для исследуемых материалов наблюдается уменьшение V_c/V_n с увеличением давления прессования. Основной особенностью исследуемых материалов является чрезвычайно высокое значение критического давления прессования – более 500 ГПа; порошок жёсткий и постоянство V_c/V_n наблюдается только при давлении более 400 МПа, (относительное давление прессование $P_{np}/P_{кр} \sim 7,5 \cdot 10^{-4}$).

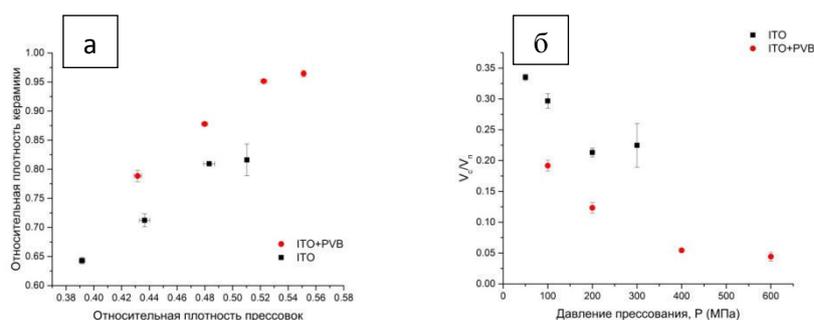


Рис. 2. Зависимость относительной плотности керамики от относительной плотности прессовок (а) и зависимость отношений объема пор в спекаемом теле до и после спекания (б).

Заключение. Таким образом, чрезвычайно высокое критическое давление прессования исследуемых материалов (более 500 ГПа), свидетельствует о том, что только при относительно высоком давлении параметры межчастичного взаимодействия в прессовках обеспечивают спекание высокоплотной керамики. Использование поливинилбутирала в качестве связующей добавки при гранулировании позволяет увеличить эффективное давление прессования более чем в 2 раза и сопровождается значительным повышением активности спекания.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Качаев А.А. Метод коллекторного компактирования нано- и полидисперсных порошков: учебное пособие. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2009. – 99 с.
2. Ивенсен В.А. Феноменология спекания и некоторые вопросы теории. - М.: Изд-во «Металлургия», 1985. - 247 с.