

**ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ НА СВОЙСТВА ПРОЗРАЧНОЙ YSZ-КЕРАМИКИ
ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ**

В.Д. Пайгин, Т.Р. Алишин

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

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: vpaygin@mail.ru

**EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON PROPERTIES OF TRANSPARENT YSZ-CERAMICS
PREPARED BY SPARK PLASMA SINTERING**

V.D. Paygin, T.R. Alishin

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

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

E-mail: vpaygin@mail.ru

***Abstract.** Transparent yttria-stabilized zirconia (YSZ) ceramics were sintered with the spark plasma sintering (SPS) method at different temperatures. The influence of sintering temperature (1200 - 1400°C) on the ceramics microstructure and mechanical properties was investigated and discussed.*

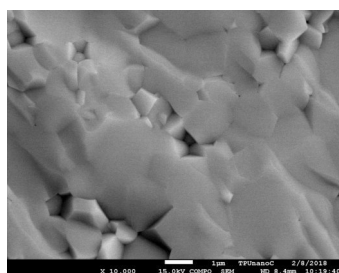
Введение. Диоксид циркония находит широкое применение в различных областях науки и техники. Он сочетает в себе высокие механические и эксплуатационные свойства, такие как высокая твердость и ударная вязкость, низкая теплопроводность, химическая инертность до температуры 2000°C. Добавление оксида иттрия (от 8 мол.%) позволяет стабилизировать диоксид циркония в высокотемпературной кубической модификации и приводит к возникновению кислородных вакансий. Это улучшает ионную проводимость и делает возможным применение стабилизированного ZrO_2 в качестве электролита для твердотельных топливных элементов. В настоящее время большой интерес вызывает прозрачная керамика на основе кубического иттрий-стабилизированного диоксида циркония (YSZ) благодаря уникальным оптическим свойствам [1-5]. Она обладает высоким значением показателя преломления ($\approx 2,2$) и прозрачностью для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн (от ближней ультрафиолетовой области до ближней инфракрасной (ИК) области спектра включительно). Таким образом, прозрачная YSZ-керамика является перспективным материалом для оптического приборостроения, сочетающим в себе высокие оптические, механические и эксплуатационные свойства [4].

В настоящее время для получения прозрачной керамики, в том числе на основе ZrO_2 , используется метод электроимпульсного плазменного спекания (SPS). Он позволяет получить высокоплотную керамику с комплексом высоких оптических, механических, эксплуатационных свойств и субмикронным размером зёрен. В настоящее время изучено влияние некоторых параметров SPS-спекания на оптические свойства прозрачной YSZ-керамики, что подробно описано в обзорных работах [4, 5]. Зависимость механических свойств такой керамики от параметров электроимпульсного плазменного спекания остается малоизученной. В связи с чем целью данной работы является изучение влияния температуры SPS-спекания на структурные и механические свойства прозрачной керамики YSZ-керамики.

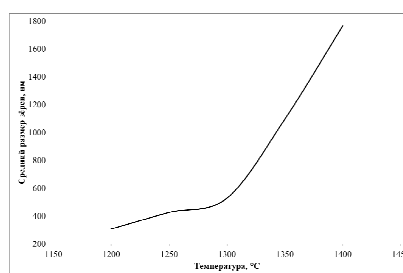
Материал и методики экспериментов. Керамика на основе ZrO_2 была получена методом электроимпульсного плазменного спекания на установке SPS-515S (SPS SYNTEX INC., Япония) из коммерческого нанопорошка диоксида циркония (TZ-10YS, Tosoh Corp., Япония) стабилизированного в кубической модификации 10 мол.% оксида иттрия. Процесс проводили в вакууме при остаточном давлении не более 10^{-3} Па в диапазоне температур 1200 – 1400°C со скоростью нагрева $10^\circ C/\text{мин}$. Давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме в ходе спекания изменялось с 20 до 100 МПа. Продолжительность изотермической выдержки при максимальной температуре составляла 10 минут.

В результате электроимпульсного плазменного спекания были получены прозрачные керамические образцы цилиндрической формы диаметром 14 мм, высотой около 1,5 мм. Плотность образцов была определена измерением массы и линейных размеров. Дальнейшие исследования проводили после механической полировки торцевых поверхностей. Исследование микроструктуры керамики проводили на поверхности её скола с использованием сканирующего электронного микроскопа JSM 7500FA (JEOL, Япония) и свободно-распространяемого программного обеспечения “ImageJ”. Исследование оптических свойств образцов проводилось с использованием двухлучевого сканирующего спектрофотометра СФ-256 УВИ (рабочий диапазон 190-1100 нм). Микротвёрдость керамики исследовали методом индентирования алмазной пирамидкой Виккерса по стандартной методике на ультрамикротвердомере DУН-211S (Shimadzu, Япония) при нагрузке 1,96 Н. Расчёт коэффициента вязкости разрушения K_{Ic} на основе измерения длин радиальных трещин, образующихся при индентировании, проводили по формуле Ниихара [6].

Результаты исследования и их обсуждение. Анализ структурной морфологии полученных образцов, выполненный по результатам СЭМ, установил преимущественно транскристаллитный характер разрушения керамики, свидетельствующий о высокой прочности межзеренных границ. Повышение температуры SPS-спекания с 1200°C до 1400°C приводит к увеличению средних размеров зерна с 307 нм до 1,766 мкм, а рост зёрен происходит по экспоненциальному закону (рисунок 1).



(а)



(б)

Рис. 1. – (а) СЭМ-изображение поверхности скола YSZ-керамики спекенной при температуре 1400°C;
(б) Зависимость среднего размера зерна от температуры спекания

Результаты измерения оптических и механических свойств полученных образцов YSZ-керамики представлены в таблице.

На рисунке 2 представлены зависимости микротвёрдости и коэффициента вязкости разрушения от температуры спекания. Кривые носят немонотонный характер. В исследованном температурном диапазоне микротвёрдость изменяется с 13,16 до 13,70 ГПа, при этом максимум - 15,14 ГПа, наблюдается при температуре 1250°C. Значение коэффициента вязкости разрушения изменяется с 2,67 до 3,11 МПа·м^{1/2}. Максимальное значение наблюдается при температуре 1200°C.

Таблица 1

Характеристики полученных образцов YSZ-керамики

t, °C	ρ , г/см ³	D<ср. зерна>, нм	Hv, ГПа	K _{Ic} , МПа·м ^{1/2}	T _{RT} на $\lambda=1100$ нм, %
1200	5,42	307	13,16±0,93	3,11±0,06	0,06
1250	5,76	425	15,14±0,79	2,67±0,05	43,24
1300	5,68	528	14,86±0,82	2,84±0,05	47,93
1350	5,57	1096	14,23±1,11	2,88±0,06	9,371
1400	5,69	1766	13,70±0,62	2,98±0,06	25,32

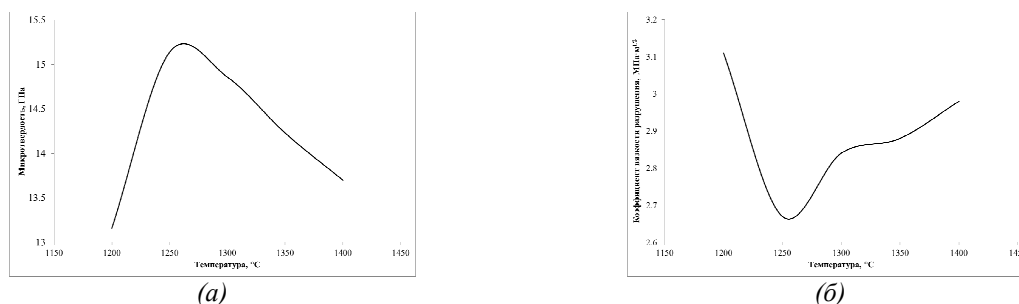


Рис. 2 – Зависимость твердости (а) и коэффициента вязкости разрушения (б) от температуры спекания YSZ-керамики

Заключение. Получены образцы прозрачной YSZ-керамики. Исследовано влияние температуры на их структурные и механические свойства. Показано, что YSZ-керамика прозрачная в ИК-области спектра ($T_{RT} \lambda=1100 \text{ нм} \approx 48\%$), с высокими механическими свойствами (Значение микротвёрдости - $14,86 \pm 0,82$ ГПа, коэффициента вязкости разрушения - $2,84 \pm 0,05$ МПа·м^{1/2}), может быть получена при температуре 1300 °C. микротвёрдость керамики, обладающей наилучшим значением коэффициента светопропусканием составляет $14,86 \pm 0,82$ ГПа, коэффициента вязкости разрушения - $2,84 \pm 0,05$ МПа·м^{1/2}.

Исследование выполнено на базе «Нано-Центра» Национально исследовательского Томского политехнического университета, при поддержке Российского научного фонда, проект № 17-13-01233. Авторы выражают благодарность д.ф.-м.н. Двилису Э.С. за обсуждение полученных результатов и ценные рекомендации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lei L., Fu Z., Wang H., Lee S.W., Niihara K. Transparent yttria stabilized zirconia from glycine-nitrate process by spark plasma sintering // *Ceramics International*. – 2012. – V. 38. – P. 23 - 28.
2. Peuchert U., Okano Y., et al. Transparent cubic-ZrO₂ ceramics for application as optical // *Journal of European Ceramic Society*. – 2012. – V. 38. – P. 23 - 28.
3. Anselmi-Tamburini U., Woolman J.N., Munir Z.A. Transparent nanometric cubic and tetragonal zirconia obtained by high-pressure pulsed electric current sintering // *Advanced Functional Materials*. – 2007. – V. 17. – P. 3267 - 3273.
4. Wang S.F., et al. Transparent ceramics: processing, materials and applications // *Progress in Solid State Chemistry* – 2013. - Vol. 41. - P. 20-53.
5. Качаев А.А., Гращенков Д.В., Лебедева Ю.Е., Солнцев С. Ст., Хасанов О.Л. Оптически прозрачная керамика (Обзор) // *Стекло и керамика*. – 2016. - №4. – С. 3-10.
6. Niihara, K., Morena, R. Hasselman, D.P.H. Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to indent ratios // *Journal of Materials Science Letters*. – 1982. - V.1. - P.13 – 16.