

## АКТИВИРОВАННОЕ СПЕКАНИЕ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ $Al_2O_3$ , $ZrO_2$ С ДОБАВКАМИ НАНОПОРОШКОВ Al

*В.О. Алексенко, студент гр. 4БМ32*

*В.С. Сей, студент гр. 4БМ32*

*Томский политехнический университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30*

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

### **Введение**

Керамические материалы на основе  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$  устойчивы к высокой температуре и агрессивной среде, износостойки, являются качественными изоляторами и экологически безопасны. Благодаря уникальному сочетанию таких свойств данные керамики широко применяются в современной технике. На их основе создаются высококачественные материалы для электротехники, машиностроения и других отраслей промышленности [1-3].

Прогресс в области производства керамических материалов непосредственно связан с поиском и применением нетрадиционных видов сырьевых материалов и способов активирования. Наиболее эффективными в плане активирования процессов получения керамических материалов в настоящее время является введение модифицирующих добавок [4].

Цель работы – исследование влияния добавок нанопорошка Al на свойства и структуру спеченной керамики на основе  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$ .

### **Материалы и методика эксперимента**

В работе использовали плазмохимические порошки  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$ , нанопорошки Al, полученные методом электрического взрыва (ЭВП) и методом плазмохимического синтеза (ПХС).

Приготовленные смеси нанопорошков  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$  с нанопорошком Al подвергли механической обработки в энергонапряжённой планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL» по режиму: частота – 20 Гц, время обработки – 20 мин. В смеси перед прессованием добавили 5 вес. % карбоксиметилцеллюлозы. Образцы цилиндрической формы прессовали на гидравлическом прессе при давлении 400 МПа. Спекание производили при температуре 1600 °С в высокотемпературной печи для спекания в окислительной атмосфере и в вакуумной печи типа СВЭМ при температуре 1450 °С с временем изотермической выдержки 1ч. Индентирование осуществляли с помощью прибора Nano Indenter G 200. В качестве индентора использовали пирамиду Берковича, нагрузка составляла 500 мН (50 г).

### **Результаты и обсуждение**

Исследование плотности керамик из нанопорошков  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$  в зависимости от соотношения нанопорошка Al, полученного методом электрического взрыва (ЭВП) и методом плазмохимического синтеза (ПХС), показало, что после спекания в вакуумной печи при температуре 1450 °С наблюдается понижение плотности у образцов на основе  $Al_2O_3$  (рисунок 1б, 2б). Это объясняется испарением добавки нанопорошка Al из объема образца, вследствие чего наблюдается высокая пористость. Из рисунка 1г, видно, что добавки нанопорошка Al в нанопорошок  $Al_2O_3$  повысили плотность спеченной керамики. Такое активирующее влияние объясняется увеличением площади межчастичных контактов, что приводит к увеличению плотности спеченной керамики. Полученный результат в соответствии с теорией активированного спекания объясняется следующим образом. При спекании керамической смеси нанопорошка

$\text{Al}_2\text{O}_3$  с добавлением нанопорошка Al полученный методом плазмохимического синтеза (ПХС) механизмы активирования спекания обусловлены структурной и поверхностной активностью. Структурная и поверхностная активность данного нанопорошка, определяемые дефектностью кристаллического строения, размером и формой частиц, обуславливали уменьшение энергии активации спекания, в результате чего повышалась плотность спеченного материала.

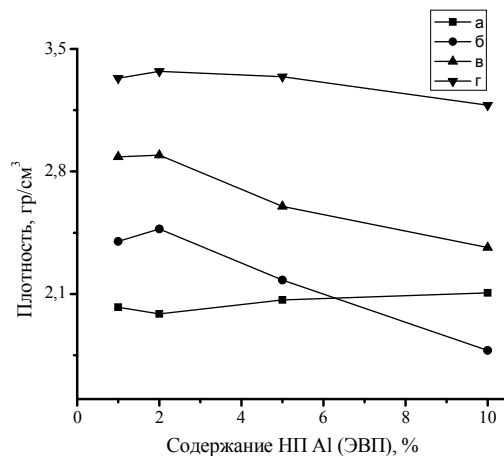


Рис. 1. Зависимость плотности образцов из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : а – не спеченных; б – спеченные в вакууме при  $1450^\circ\text{C}$ ; в – спеченных в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$  с предварительным спеканием при  $1450^\circ\text{C}$  в вакуумной печи; г – спеченных в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$ .

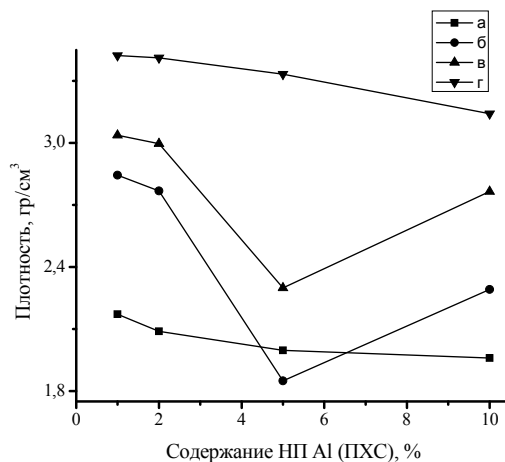


Рис. 2. Зависимость плотности образцов из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : а – не спеченных; б – спеченные в вакууме при  $1450^\circ\text{C}$ ; в – спеченных в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$  с предварительным спеканием при  $1450^\circ\text{C}$  в вакуумной печи; г – спеченных в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$ .

В таблице 1 представлены зависимости модуля упругости и микротвердости корундовой керамики, спеченной в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$  от содержания добавки нанопорошка Al. На образцах спекаемых воздушной печи с предварительным спеканием в вакуумной печи, получили низкие показатели плотности, повышенную пористость, вследствие чего эксперименты по наноиндентированию не проводились.

Видно, что пониженные значения модуля упругости и микротвердости можно объяснить следующим образом. При индентировании в поверхность микрошлифов пирамида индентора часто попадала в близко расположенные к поверхности микрошлифа поры, вследствие чего был получен в среднем пониженный уровень значений твердости.

Таблица 1. Результаты корундовой керамики

№ п/п	Содержание ЭВП Al, %	Содержание ПХС Al, %	E, ГПа	H, ГПа
1	1	-	319,305	12,966
2	2	-	270,280	14,008
3	5	-	292,712	12,554
4	10	-	302,328	13,998
5	-	1	292,046	12,371
6	-	2	307,814	12,259
7	-	5	252,347	16,922
8	-	10	322,606	16,529

Известно, что получение спеченной циркониевой керамики возможно только путем ее легирования оксидами-стабилизаторами. Наибольшим стабилизирующим эффектом обладает  $Y_2O_3$ , поэтому в настоящее время циркониевые керамики конструкционного и инструментального назначения легируют в основном  $Y_2O_3$ . Следует отметить, что  $Y_2O_3$  является относительно дорогим соединением, а сама технология введения оксидов-стабилизаторов в  $ZrO_2$  достаточно сложна. Поэтому в работе исследована возможность получения спеченного керамического материала из нестабилизированного  $ZrO_2$  с добавкой НП Al.

На рис. 3, 4 представлена зависимость плотности керамики на основе  $ZrO_2$  от содержания добавки нанопорошка Al.

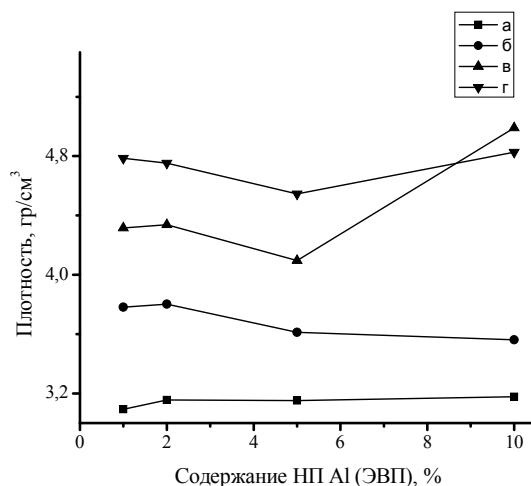


Рис. 3. Зависимость плотности образцов из  $ZrO_2$ : а – не спеченных; б – спеченные в вакууме при  $1450^{\circ}C$ ; в – спеченных в воздушной печи при  $1600^{\circ}C$  с предварительным спеканием при  $1450^{\circ}C$  в вакуумной печи; г – спеченных в воздушной печи при  $1600^{\circ}C$ .

Видно, что для спеченной керамики, однозначной зависимости плотности от содержания добавки нанопорошка Al не наблюдается. На рисунке 4г видно, что добавка 1 мас.% нанопорошка Al, полученного методом плазмохимического синтеза алюминия (плотность спеченного образца достигает  $4,91г/см^3$  после спекания в воздушной печи) и добавка 10 мас.% нанопорошка Al, полученного методом

электрического взрыва (плотность спеченного образца достигает  $4,83 \text{ г/см}^3$ ) значительно активизирует процесс спекания (рисунок 3г).

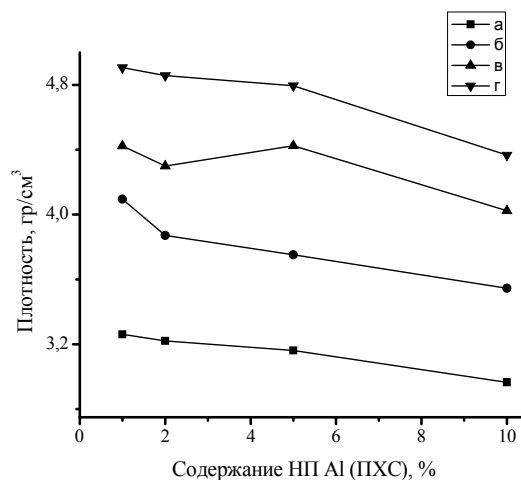


Рис. 4. Зависимость плотности образцов из  $ZrO_2$ : а – не спеченных ; б – спеченные в вакууме при  $1450^\circ\text{C}$ ; в – спеченных в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$  с предварительным спеканием при  $1450^\circ\text{C}$  в вакуумной печи; г – спеченных в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$ .

Плотность добавляемого нанопорошка Al ( $2,7 \text{ г/см}^3$ ) и плотность  $Al_2O_3$  ( $3,96 \text{ г/см}^3$ ), образующего в результате окисления различны, поэтому плотность спеченной керамики с увеличением содержания добавки должна повышаться.

#### Вывод

Активирование спекания корундовой керамики введением добавки НП  $Al_2O_3$  объясняется повышенной активностью нанодисперсного порошка, которая обусловлена его высокой удельной поверхностью и дефектностью кристаллического строения наночастиц.

Установлена возможность получения спеченной керамики из нестабилизированного  $ZrO_2$  путем введения в исходный порошок  $ZrO_2$  добавки нанопорошка Al в количестве не менее 10 мас. %. В процессе спекания прессовок из таких смесей, предположительно, происходило взаимодействие образующейся при окислении алюминия  $\gamma$ -модификации  $Al_2O_3$  с  $t$ -фазой  $ZrO_2$ , аналогично процессу стабилизации  $ZrO_2$  оксидом иттрия.

#### Список литературы:

1. Nettleship L. and Stevens R. Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) – a review // Int. J. High Technology Ceramics. - 1987. No. 3. P. 1 – 32.
2. Шевченко А.В., Рубан А.К., Дудник Е.В. Высокотехнологичная керамика на основе диоксида циркония // Огнеупоры и техническая керамика. 2000. № 9. С. 2 – 8.
3. Nettleship L. and Stevens R. Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) – a review // Int. J. High Technology Ceramics. - 1987. No. 3. P. 1 – 32. Шевченко А.В., Рубан А.К., Дудник Е.В. Высокотехнологичная керамика на основе диоксида циркония // Огнеупоры и техническая керамика. 2000. № 9. С. 2 – 8.
4. Хабас Т.А. Нанопорошки металлов в технологии керамики: учебное пособие; Томский политехнический университет. – 2-е изд. – Томск: Издательство Томского политехнического университета, 2009. С. 5.