

**РАЗРАБОТКА НАУЧНЫХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ОСНОВ АКТИВИРОВАННОГО СПЕКАНИЯ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ И НИТРИДОВ АЛЮМИНИЯ И ЦИРКОНИЯ**

*С.В. МАТРЕНИН, Р.В. ТАЮКИН*

Томский политехнический университет

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

Среди современных конструкционных и функциональных материалов керамика приобретает очень важную роль вследствие своих уникальных физико-механических и химических свойств[1]. Однако, относительно простая технология одноосного прессования с последующим спеканием, как правило, не позволяет получать керамику с высоким уровнем механических свойств. Поэтому проблема активирования процессов консолидирования керамики имеет важное практическое значение[2].

Целью данной работы являлась разработка методов активирования спекания керамики на основе оксидов и нитридов алюминия и циркония путем механической обработки порошков в планетарной мельнице, применения технологии искрового плазменного спекания и горячего прессования и добавления в шихту субмикронных порошков MgO и TiO<sub>2</sub>.

**Объекты и методики исследований.** Использовали промышленные нанокристаллические оксидные порошки Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - ZrO<sub>2</sub> - Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученные методом плазмохимического синтеза марки УДПО ВТУ 4-25-90. Оксидные порошки, полученные ПХС, имеют характерную форму полых сфер, состоящих из нанокристаллитов и аморфизированной межкристаллитной фазы [5]. Размер сфер варьируется в пределах 100-1000 нм, размер кристаллитов, образующих сферу – 50-100 нм.

В качестве активирующих добавок использовали субмикронные промышленные порошки MgO и TiO<sub>2</sub>. Порошок MgO добавляли к Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с целью торможения рекристаллизации корунда при его спекании и сохранения мелкозернистой структуры спеченной керамики. TiO<sub>2</sub> применяли для снижения температуры спекания корундовой керамики.

**Результаты эксперимента.** В таблице 1 приведены значения плотности образцов, спрессованных под давлением 300 МПа. Следует отметить, что все образцы имели правильную цилиндрическую форму, расслоя и осыпания кромок не наблюдалось.

Таблица 1 – Плотность прессовок

| № | Состав, мас. %  | $\rho_{пр}$ , г/см <sup>3</sup> | $\rho_{т}$ , г/см <sup>3</sup> | $\Theta_{пр}$ , % |
|---|---|---------------------------------|--------------------------------|-------------------|
| 1 | 99,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO                       | 2,13                            | 3,97                           | 53,65             |
| 2 | 98,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO – 1% TiO <sub>2</sub> | 2,18                            | 3,97                           | 54,91             |
| 3 | 97,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO – 2% TiO <sub>2</sub> | 2,19                            | 3,97                           | 55,16             |
| 4 | 95,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO – 4% TiO <sub>2</sub> | 2,24                            | 3,97                           | 56,42             |

В таблице 2 показаны значения плотности спеченных образцов.

Таблица 2 – Плотность спеченных образцов

| № | Состав, мас. %  | $\rho$ , г/см <sup>3</sup> | $\rho_{т}$ , г/см <sup>3</sup> | $\Theta$ , % |
|---|---|----------------------------|--------------------------------|--------------|
| 1 | 99,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO                       | 3,60                       | 3,97                           | 90,68        |
| 2 | 98,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO – 1% TiO <sub>2</sub> | 3,66                       | 3,97                           | 92,07        |
| 3 | 97,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO – 2% TiO <sub>2</sub> | 3,57                       | 3,97                           | 89,92        |
| 4 | 95,6% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – 0,4% MgO – 4% TiO <sub>2</sub> | 3,67                       | 3,97                           | 92,44        |

Видно, что наибольшую плотность после спекания имел образец №4 состава 95,6% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 0,4% MgO – 4% TiO<sub>2</sub>. Это объясняется образованием твёрдого раствора вычитания

TiO<sub>2</sub> в α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, решётка которого имеет повышенную диффузионную способность и активирует процесс спекания. Добавление SiO<sub>2</sub> в корундовую керамику в количестве более 10% ухудшает спекаемость керамики. Образцы керамической системы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ZrO<sub>2</sub> – Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> исследованных составов также имели невысокий уровень относительной плотности после спекания.

На диаграммах (рисунок 2) приведены физико-механические характеристики спеченных образцов, определенных по методике наноиндентирования.

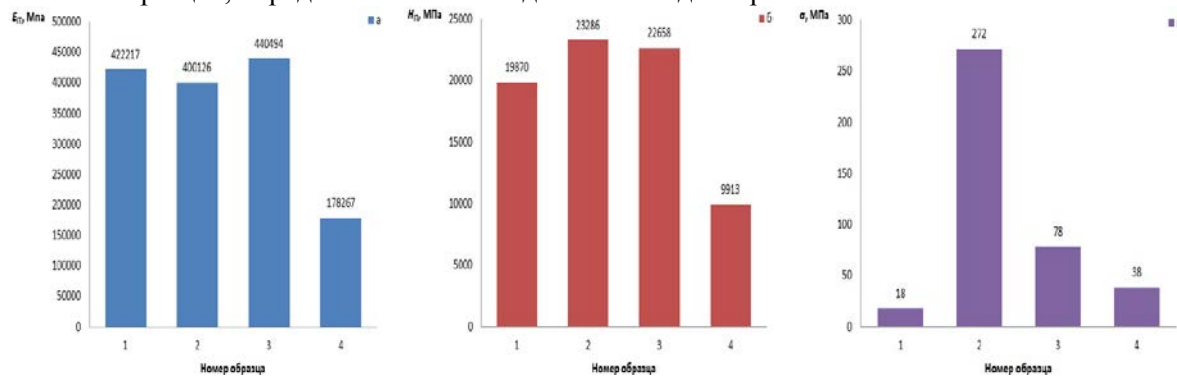


Рисунок 2 – Модуль нормальной упругости (а), нанотвердость (б) и прочность (в) спеченной керамики

### Выводы

Установлено положительное влияние добавление MgO и TiO<sub>2</sub> в количестве не более 1 мас. % на спекаемость и физико-механические характеристики корундовой керамики.

Добавление 5 % по массе SiO<sub>2</sub> к Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> реализует механизм жидкофазного спекания керамики, что приводит к повышению ее плотности и прочности до 480 МПа (табличное значение прочности при изгибе высокоплотной корундовой керамики не превышает 400 МПа).

Введение в порошки корунда добавок субмикронного порошка TiO<sub>2</sub> приводит при последующем спекании к образованию твёрдого раствора вычитания TiO<sub>2</sub> в α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, решётка которого имеет повышенную диффузионную способность и активирует процесс спекания.

Из исследованных составов керамической системы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ZrO<sub>2</sub> – Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> наиболее высоким уровнем физико-механических свойств имела композиция заэвтектического состава 16,6% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 76% ZrO<sub>2</sub> – 7,4% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. В данной композиции одновременно реализованы два механизма упрочнения: трансформационное упрочнение за счет *t-m* – перехода в ZrO<sub>2</sub> (переход тетрагональной модификации в моноклинную) и дисперсное упрочнение высоко-модульными частицами α- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### Список литературы

1. Кипарисов С.С., Падалко О.В. Оборудование предприятий порошковой металлургии. М.: Металлургия, 1988. 448 с.
2. Hunold K., Kempten. Hot isostatic pressing of high temperature ceramics // Interceram. 1985. V.39, No2. P.38, 40-43
3. Лукин Е.С., Макаров Н.А. и др. Прочная и особопрочная керамика на основе оксида алюминия и частично стабилизированного диоксида циркония // Стекло и керамика. – 2003. – № 9. С. 32–34.
4. Смирнов А.И. Конструкционная керамика // Итоги науки и техники ВИНТИ. Сер. Порошковая металлургия. – 1990. – С. 64–106.
5. Schubert H. // Diss. Dokt. Naturwiss., fak. chem. Univ. Stuttgart. 1987. S.138.