

УДК 666.3

ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО СПЕКАНИЯ НА УПЛОТНЕНИЕ Y-TZP КЕРАМИКИ

Х. Си, О.С. Толкачёв, А.Н. Мусаев

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

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: 1260913795@qq.com

INFLUENCE OF PRE-SINTERING ON DENSIFICATION OF Y-TZP CERAMIC

H. Xi, O.S. Tolkachev, A.N. Musaev

Scientific Supervisor: Dr. O.L. Khasanov

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

E-mail: 1260913795@qq.com

Abstract. *In this work, samples of commercial TZ-3YSB-E powder, sintered by a two-stage method, have been investigated. Pre-sintering was carried out at 1100, 1150, and 1200 °C for 1 h. Subsequent sintering was carried out at 1400 °C. The best densification results were achieved at pre-sintering temperature of 1100 °C, with isothermal holding at 1400 °C for densification up to 99% at 7 hours, which is 2 times faster than for a one-stage sample.*

Введение. Керамика на основе тетрагонального ZrO_2 стабилизированного Y_2O_3 (Y-TZP) обладает уникальными свойствами и находит применение в качестве материала для изготовления широкого класса изделий: режущего инструмента, термобарьерных покрытий, биоинертных эндопротезов суставов, в стоматологии для изготовления зубных коронок [1]. Единственным недостатком Y-TZP является то, что данная керамика подвержена деградации механических свойств. Деградация наиболее интенсивно протекает во влажной среде и повышенной температуре. Известно, что стойкость к деградации увеличивается при уменьшении размера зерна и снижении температуры спекания [2].

Изготовление изделий сложной формы из данной керамики может проводится в 2 спекания. Первое спекание предварительное. Его проводят с целью придания прочности спрессованной заготовке, необходимой для последующей фрезерной обработки. После фрезерования проводится окончательное спекание и изделие приобретает необходимую плотность и прочность. Не смотря на распространённость данного подхода, исследований влияния параметров предварительного спекания на свойства готовых изделий из циркониевой керамики крайне мало [3, 4].

Целью данного исследования является изучение кинетики изотермического спекания керамики на основе TZP в зависимости от режима изготовления заготовки.

Экспериментальная часть. В качестве материала исследований использовали коммерческий порошок марки TZ-3YSB-E (Tosoh). Компактирование проводили по схеме одноосного одностороннего прессования в стальной цилиндрической пресс-форме диаметром 14 мм при давлении 75 МПа. Масса навески составляла 2 г. Спекание проводили в высокотемпературной лабораторной печи ЛНТ 08/18 (Nabertherm). Предварительное спекание проводили при 1100, 1150 и 1200 °C, выдержка 1 ч., скорость изменения температуры 200 °C/ч. Последующее спекание проводили при 1400 °C с выдержкой 0, 2 и 6 ч.

Скорость нагрева до 1100 °С составляла 200 °С/ч, от 1100 °С до 1400 °С – 100 °С/ч. Для того чтобы получить наиболее достоверные значения плотности образца в заданный момент изотермической выдержки и минимизировать уплотнение при охлаждении печи, нагреватели отключали.

Плотность прессовок и предварительно спеченных образцов определяли на основании измерений микрометром и взвешиваний на аналитических весах. При расчете относительной плотности прессовок была проведена коррекция массы на величину содержания в порошке органической связки (3 %). Для расчета плотности образцов после спекания при 1400 °С использовали результаты гидростатического взвешивания в дистиллированной воде. За теоретическое значение плотности для Y-TZP приняли 6,1 г/см³.

Для расчёта длительности изотермического спекания при температуре 1400 °С, необходимой для достижения 99 % плотности керамики, использовали уравнение, предложенное В.А. Ивенсеном:

$$V=V_n(qm\tau+1)^{-1/m}$$

где V – относительный объем пор в текущий момент времени, V_n – относительный объем пор в начале изотермической выдержки, τ – продолжительность изотермической выдержки, q и m – постоянные, зависящие от температуры спекания и свойств порошка. Коэффициент m в уравнении отражает интенсивность снижения скорости сокращения объема пор, а коэффициент q соответствует значению скорости относительного сокращения объема пор в момент начала изотермической выдержки [5].

Результаты. Относительная плотность образцов после одноосного прессования при 75 МПа составляет 0,43. Относительная плотность спрессованных образцов после предварительного спекания находится в диапазоне от 0,48 до 0,57 для температур спекания 1100 °С и 1200 °С, соответственно.

Таблица 1

Температура предварительного спекания (T), относительная плотность ρ после предварительного спекания; значения констант m , q и выдержки до $\rho = 0,99$ при $T = 1400$ °С

T , °С	ρ	m	q	τ , ч
-	0,43	2,08	2,95	14
1100	0,48	1,81	3,27	7
1150	0,50	2,06	3,52	9
1200	0,57	1,87	2,65	9

В таблице 1 представлены результаты кинетики изотермического спекания при 1400 °С. Интенсивность снижения скорости сокращения объема пор m в образце, предварительно спеченном при 1100 °С, минимальна, а скорость сокращения объема пор в момент начала изотермической выдержки q максимальная для образца, предварительно спеченного при 1150 °С. Расчет времени изотермической выдержки для достижения 99 % плотности показал, что предварительно спеченные образцы требуют меньшего времени спекания. Необходимое время составляет 14 ч. для исходной прессовки, 7 ч. для образца, предварительно спеченного при 1100 °С и 9 ч. для 1150 и 1200 °С. На рисунке 1 приведены результаты спекания при 1400 °С.

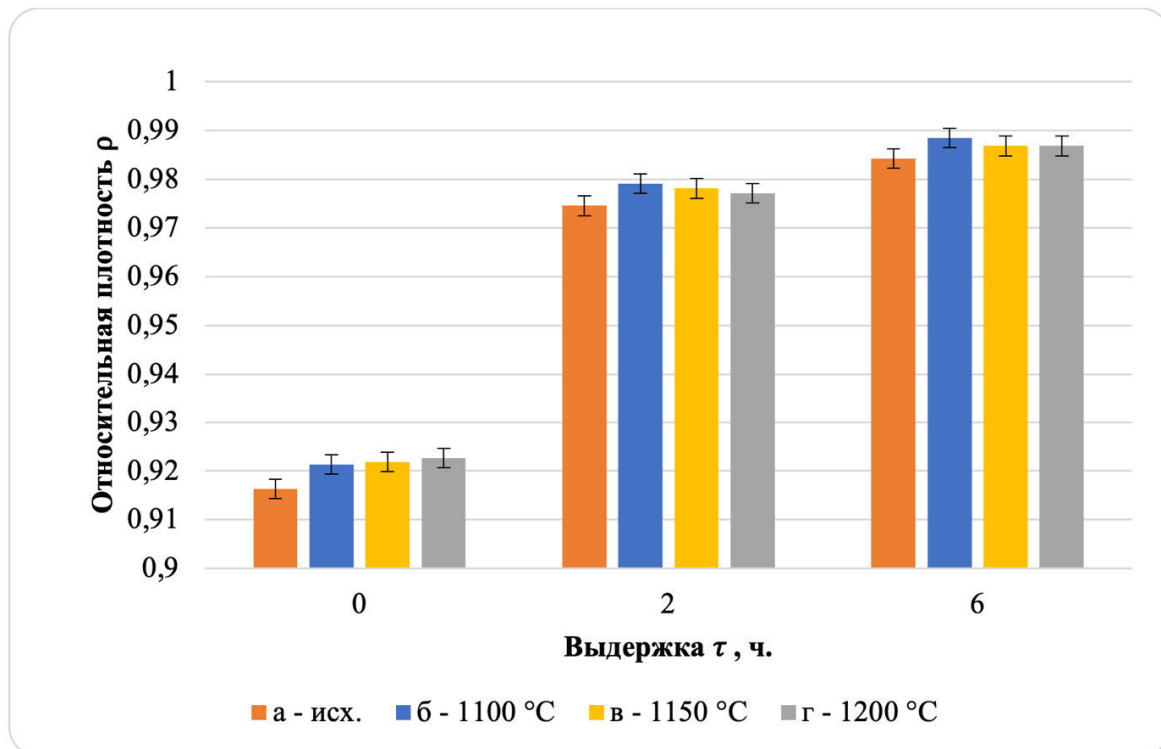


Рис. 1. Относительная плотность керамики в зависимости от времени изотермического спекания при 1400 °С: а- исходные прессовки; б, в, г – предварительно спеченные образцы при 1100, 1150 и 1200 °С, соответственно

Заключение. Предварительное спекание существенным образом влияет на кинетику спекания при 1400 °С, снижая необходимую выдержку. В наибольшей степени этот эффект наблюдается после предварительного спекания при 1100 °С. Значение изотермической выдержки для уплотнения до 99 % составляет 7 ч., что в 2 раза быстрее, чем для исходного образца без предварительного спекания.

Работа выполнена на базе «Нано-Центра» Томского политехнического университета по теме Госздания «Наука» FSWW-2020-0014 (5.0017.ГЗБ.2020).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chevalier J., Gremillard L. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years // J. Eur. Ceram. Soc. – 2009. – Vol. 29., № 7. – P. 1245-1255.
2. Pereira G.K.R. et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. – 2016. – Vol. 55. – P. 151–163.
3. Wang C.J., Huang C.Y., Wu Y.C. Two-step sintering of fine alumina-zirconia ceramics // Ceram. Int. – 2009. – Vol. 35, № 4. – P. 1467–1472.
4. Sutharsini U. et al. Effect of two-step sintering on the hydrothermal ageing resistance of tetragonal zirconia polycrystals // Ceram. Int. – 2017. – Vol. 43, № 10. – P. 7594-7599.
5. Ивенсен В.А. Феноменология спекания и некоторые вопросы теории. Москва: Металлургия, 1985. 247 с.