

**КИНЕТИКА УПЛОТНЕНИЯ  $ZrO_2$  ПРИ СПЕКАНИИ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ВИДА  
ЛЕГИРУЮЩЕЙ ДОБАВКИ  $Me_xO_y$ .**

*А.Г. БУРЛАЧЕНКО<sup>3</sup>, С. ЯН<sup>2</sup>, С.П. БУЯКОВА<sup>1,3</sup>*

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет

<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет

<sup>3</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: [royyang330@outlook.com](mailto:royyang330@outlook.com)

Структура и свойства керамик, получаемых по порошковым технологиям, во многом зависят от формы частиц используемых порошков, распределения частиц по размерам, условий формования и режимов спекания. Уменьшение размера частиц в порошках до высокодисперсного состояния позволяет уменьшить размер зерна в получаемых керамических изделиях и тем самым добиться значительного увеличения прочности [1–3]. Высокодисперсные порошки оксидов металлов получают как физическими, так и химическими методами. При этом важно понимать, что даже при близких характеристиках порошков, полученных разными методами, проявляются особенности эволюции структуры керамики в процессе консолидации.

По мере технологического развития в области машиностроения из-за высоких механических характеристик и термостойкости не уменьшается интерес к циркониевой керамике  $ZrO_2(Me_xO_y)$ . Фазовый переход тетрагональной модификации диоксида циркония в моноклинную модификацию во фронтальной зоне трещины происходит при значительном поглощении энергии, что делает циркониевую керамику наиболее «вязкой» относительно других видов керамических материалов с имманентной хрупкостью [4, 5].

К настоящему времени выполнено не мало исследований, посвященных изучению свойств циркониевой керамики, но по-прежнему остается вопрос о влиянии размера и формы частиц в порошках, методики получения порошка, вида легирующей добавки  $Me_xO_y$  на кинетику консолидации [6–8].

Целью настоящей работы является изучение уплотнения высокодисперсных порошков  $ZrO_2(Me_xO_y)$ , полученных разными способами, и выявление зависимости кинетики уплотнения от вида легирующей добавки  $Me_xO_y$ .

В качестве объекта исследований в работе использовались порошки твёрдых растворов на основе  $ZrO_2$  состава:  $ZrO_2+8.6$  мольн. %  $MgO$  ( $ZrO_2(MgO)$ ) и  $ZrO_2+3$  мольн. %  $Y_2O_3$  ( $ZrO_2(Y_2O_3)$ ). Порошки диоксида циркония  $ZrO_2(MgO)_{пс}$  и  $ZrO_2(Y_2O_3)_{пс}$  получены плазмохимическим синтезом. Порошок диоксида циркония  $ZrO_2(Y_2O_3)_{хо}$  получен методом химического осаждения.

Анализ кинетики уплотнения прессовок с плотностью  $\rho_{отн}=0.33$  из порошков  $ZrO_2(Me_xO_y)$  производился при спекании в интервале гомологических температур (0.55) со скоростью нагрева  $250$  °C/час с изотермической выдержкой в течение часа.

Пористость исследуемых порошков оценивалась методом ртутной порозиметрии на приборе Pascal 240.

Для проведения структурных исследований образцы материала предварительно полировались с применением алмазной пасты разной дисперсности. Анализ фазового состава и параметров кристаллической структуры дисперсных систем и керамик проводился методом рентгеновской дифракции. Съёмка рентгеновских дифрактограмм производилась с шагом  $0.1^\circ$  при  $CuK_\alpha$  излучении.

Исследования макро- и микроструктуры осуществлялись на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA-3.

**Результаты.**

Согласно данным электронной микроскопии порошок  $ZrO_2(Y_2O_3)_{хо}$  состоял преимущественно из плотных полизёрненных агломератов, не имеющих регулярной формы,

рисунок 1 (а). Средний размер агломератов составил 12 мкм, средний размер частиц в агломератах 0.2 мкм.

Порошок диоксида циркония  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ps}$  состоял из обособленных полых сферических частиц и многочисленных агломератов, составленных обломками полых сферических частиц, рисунок 1 (б). Средний размер частиц порошка, с учетом всех морфологических видов, составил 1.5 мкм. Часть частиц как сферических, так и их обломков были прозрачны для электронного пучка, их толщина не превышала 50 нм.

При исследованиях порошков посредством растровой электронной микроскопии в высокодисперсном порошке  $ZrO_2(MgO)_{ps}$  наблюдались обособленные частицы сферической формы и большое число агломератов, сформированных сферическими частицами и их обломками, рисунок 1 (в). Средний размер частиц в порошке  $ZrO_2(MgO)_{ps}$  составлял 0.8 мкм, как и в порошке  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ps}$  большинство частиц были прозрачны для электронного пучка.

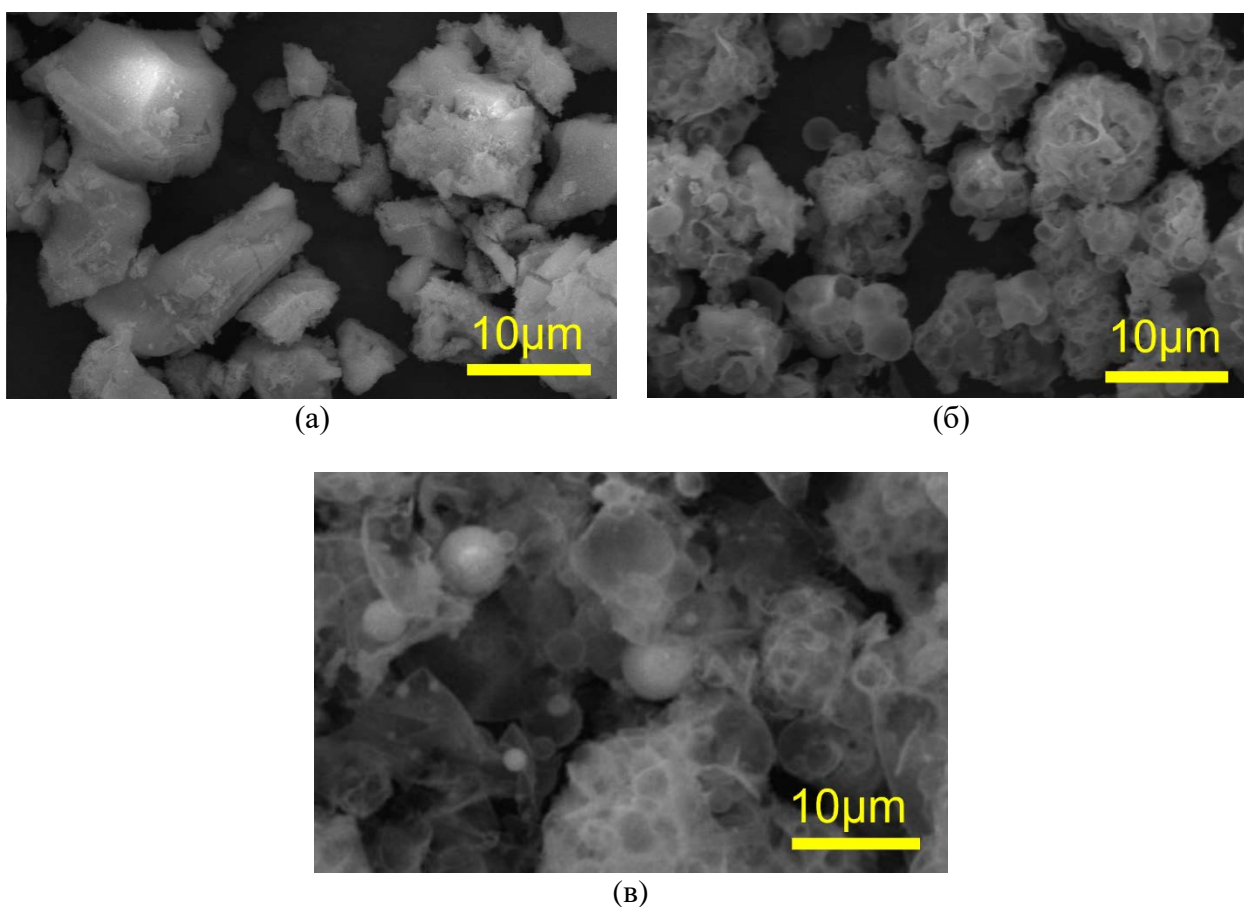


Рисунок 1 – СЭМ изображения порошков диоксида циркония: (а) -  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ho}$  полученный химическим осаждением, (б) -  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ps}$ , полученный плазмохимическим синтезом, (в) -  $ZrO_2(MgO)_{ps}$ , полученный плазмохимическим синтезом

Согласно данным ртутной порометрии порошки одинакового состава  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ho}$  и  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ps}$  имели заметные отличия в пористости. Пористость частиц порошка  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ho}$  составила 66 %. В частицах порошка присутствовали поры малого размера, средний размер которых составил 0.1 мкм, но преобладали поры со средним размером 9,6 мкм, их доля составляла более 60 %. Средний размер пор в порошке  $ZrO_2(Y_2O_3)_{ps}$  составил 2 мкм, что соизмеримо со средним размером сферических частиц, при этом преобладающее количество представлено внутричастичными порами.

Кинетика уплотнения порошков диоксида циркония анализировалась в условиях нагрева и изотермической выдержки при гомологической температуре 0,55. Плотность порошковых прессовок была одинаковой и составляла  $\rho_{отн} \approx 0,48$ .

Согласно полученным данным наиболее интенсивное уплотнение для всех прессовок происходило на стадии нагрева. Однако по окончании нагрева образцы керамики имели неодинаковую плотность. Так наибольшее уплотнение в процессе нагрева претерпели прессовки из порошка  $ZrO_2(MgO)_{пс}$ , их плотность составляла  $\rho_{отн} = 0,9 \pm 0,02$ .

В условиях изотермической выдержки через 2,5 часа плотность керамики  $ZrO_2(MgO)_{пс}$  составляла  $\rho_{отн} = 0,99 \pm 0,01$ , при этом керамика  $ZrO_2(Y_2O_3)_{пс}$  после 20 часов изотермической выдержки имела плотность  $\rho_{отн} = 0,95 \pm 0,02$ . Наименьшее уплотнение отмечено для образцов керамики из порошка  $ZrO_2(Y_2O_3)_{хо}$  как на стадии нагрева, так и при длительной изотермической выдержке плотность не превышала  $\rho_{отн} = 0,8 \pm 0,01$ .

**Заключение.** Проведенные исследования показали, что наиболее интенсивное уплотнение порошки  $ZrO_2(Me_xO_y)$ , полученные плазмохимическим методом претерпевали на неизотермической стадии спекания. Порошок  $ZrO_2(Y_2O_3)$ , полученный методом химического осаждения претерпел наименьшее уплотнение как на стадии нагрева, так и на стадии изотермической выдержки при гомологической температуре 0,55.

*Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН (проект FWRW-2021-0009).*

#### Список литературы

1. Савицкий А.П. Многоуровневое моделирование объемных изменений двухкомпонентных порошковых тел при спекании //Журн. техн. физики. – 2010. – Т. 80. – №. 3. – С. 63-68.
2. Пористые проницаемые материалы. Справочник / Под редакцией докт. техн. наук проф. С.В. Белова. – М.: МЕТАЛЛУРГИЯ, 1987. – 335 с.
3. Похолков Ю.П., Хасанов О.Л. Условия формирования наноструктуры керамики // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2000. – Т. 303, №. 1. – С. 230-235.
4. Grain C.F. Phase relations in the  $ZrO_2$ - $MgO$  system //Journal of the American Ceramic Society. – 1967. – Т. 50, N. 6. – С. 288-290.
5. Константинова Т.Е. Формирование структуры керамики  $ZrO_2$ -3 мол. %  $Y_2O_3$  в процессе спекания и особенности ее разрушения / Т.Е. Константинова, И.А. Даниленко // Огнеупоры и техническая керамика, 2001. - № 3. – С. 12 – 16.
6. Стороженко П.А., Гусейнов Ш.Л., Малашин С.И. Нанодисперсные порошки: методы получения и способы практического применения //Российские нанотехнологии. – 2009. – Т. 4, №. 1-2. – С. 27-39.
7. Любушкин Р.А., Сирота В.В., Иванов О.Н. Получение и свойства циркониевой керамики из наноразмерного порошка диоксида циркония //Стекло и керамика. – 2011. – №. 2. – С. 25-28.
8. Головин Ю.И. и др. Размерный и зависящий от времени эффекты в нанотвердости керамик на основе  $ZrO_2$  //Физика твердого тела. – 2001. – Т. 43, №. 11. – С. 2021-2024.