



УДК 666.3-1

ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИКИ $ZrO_2-8\%Y_2O_3$

В.В. Сирота, Е.В. Груздева, В.В. Иванисенко

Белгородский государственный университет,
ул. Победы, 85, Белгород, 308034, Россия, e-mail: Ivanov.Oleg@bsu.edu.ru

Аннотация. Исследуется влияние давления прессования на структуру и механические свойства керамики $ZrO_2-8\%Y_2O_3$. В работе использованы методы просвечивающей и растровой электронной микроскопии. Проведены исследования пористости, микротвердости керамики, определен предел прочности.

Ключевые слова: керамика, холодное изостатическое прессование, растровая электронная микроскопия.

Введение

Разработка технологических процессов изготовления объемных материалов на основе нанопорошков интенсивно развиваются в ведущих материаловедческих центрах. Одной из ключевых задач при изготовлении изделий из нанопорошков является оптимизация методов компактирования порошков. Такие порошки характеризуются плохой формуемостью и прессуемостью, стандартными методами прессования для крупнокристаллических порошков, из-за специфики своих физико-химических свойств, обусловленных высокой удельной поверхностью, в частности, вследствие высокого межчастичного трения, агломерирования и значительного количества сорбированных газовых примесей [1-5]. Проблема состоит в том, чтобы обеспечить равномерное распределение плотности таких пылевидных нанопорошков в компактах, сохранить наноструктуру в прессовках для формирования наноразмерных зёрен в процессе спекания, т.е. создать условия для подавления роста зёрен и для спекания качественных нанокерамических изделий с заданными функциональными свойствами. Решить указанные задачи в определённой степени позволяет метод холодного изостатического прессования, обеспечивающий равномерную упаковку частиц в прессовках [6].

В настоящей статье исследована зависимость структуры и механические свойств керамики $ZrO_2-8\%Y_2O_3$, от давления изостатического прессования.

1. Условия эксперимента

В качестве объекта исследования использовали наноразмерный порошок $ZrO_2-8\%Y_2O_3$, полученный методом химического осаждения из раствора вода-изопропанол в соотношении 1:5 [7]. Из синтезированного порошка $ZrO_2-8\%Y_2O_3$ были компактированы плотные образцы методом холодного изостатического прессования. Порошок помещали в гибкую резиновую форму и предварительно уплотняли на вибростоле. Далее образцы

помещали в рабочую камеру пресса при температуре 18°C , давление нагнетали до необходимой величины, при этом давлении образец выдерживался в течение 30 с, после чего давление сбрасывали до атмосферного и компактированные образцы извлекали из резиновой формы. Были получены компакты при давлении изостатического прессования P : 100, 150, 200, 250, 300, 350 и 400 МПа. Полученные компакты спекались в воздушной печи при температуре 1500°C в течение 6 часов. Для образцов после спекания определяли объемную плотность методом гидростатического взвешивания, и рассчитывали относительно рентгеновской плотности тетрагонального оксида циркония. Морфологию частиц порошка изучали методами просвечивающей электронной микроскопии при помощи просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100. Распределение зёрен и пор по размерам в образцах керамики исследовалась методами растровой электронной микроскопии (Quanta 200 3D) на нетравленных шлифах, а также оптической инвертированной микроскопии (OLYMPUS GX51). Микротвердость образцов определяли индентированием пирамидки Виккерса на приборе Instron 402 MVD. Предел прочности на разрушение измеряли при помощи универсальной напольной электромеханической испытательной машине INSTRON 5882.

2. Результаты эксперимента и обсуждение

Полученный гидрогель оксида $\text{ZrO}_2\text{-}8\%\text{Y}_2\text{O}_3$ был высушен на воздухе при 50°C в течении 48 часов. Высушенный гель отжигался при 700°C на воздухе в течении 4 часов. По данным просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) было установлено, что после высокотемпературной обработки порошок состоит из частиц сферической формы со средним размером 5-10 нм (рис. 1).

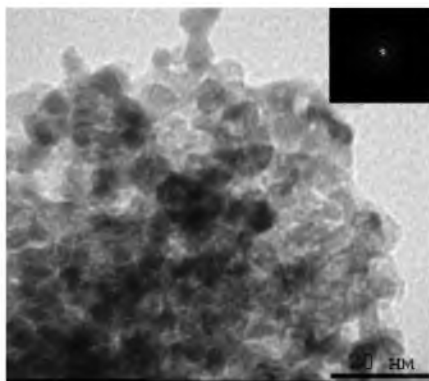


Рис. 1. ПЭМ – изображение частиц порошка $\text{ZrO}_2\text{-}8\%\text{Y}_2\text{O}_3$ после высокотемпературной обработки при температуре 700°C

Однако порошок $\text{ZrO}_2\text{-}8\%\text{Y}_2\text{O}_3$, полученный по данной технологической схеме, не смотря на наноразмерную составляющую, имеет высокую степень агломерации. Анализ гранулометрического состава методом лазерной дифракции показал, что размер агломератов изменяется в интервале 3 - 200 мкм. После помола в шаровой мельнице в течении часа был получен порошок, основная фракция которого 1,5 - 50 мкм. Следует

заметить, что, как правило, во всех известных способах компактирования порошковых материалов, процесс уплотнения порошка реализуется в несколько стадий. Например, при холодном прессовании в пресс-формах кривая уплотнения порошкового материала состоит из трех стадий [8], как это продемонстрировано на рис. 2.

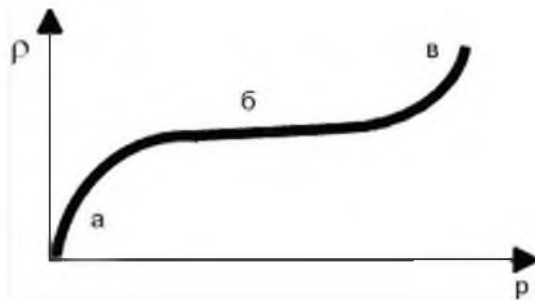


Рис. 2. Кривая уплотнения, при холодном прессовании в пресс-формах. На участке (а) происходит укладка частиц в основном за счет их скольжения и контактов без деформации с разрушением арок и мостиков, образуемых частицами. Участок (б), который не всегда ярко выражен на реальных кривых, характеризуется проявлением упругой деформации (отталкивания). На участке (в) наблюдается хрупкое разрушение или пластическая деформация.

Для порошка $ZrO_2-8\%Y_2O_3$, полученного методом химического осаждения с последующей высокотемпературной обработкой, установлена экспериментальная зависимость плотности спеченных образцов от давления прессования (рис. 3). Как видно из графика, плотность образцов нелинейно возрастает с повышением давления прессования. Начиная с 300 МПа наблюдается резкое увеличение плотности компакта за счет процесса хрупкого разрушения агломератов порошка, что определяется увеличением тангенса угла наклона кривой.

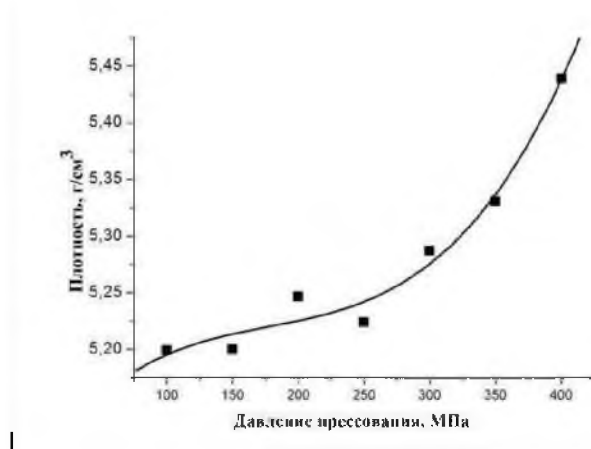


Рис. 3. Относительная плотность спеченных образцов в зависимости от давления прессования

Увеличение давления прессования осуществлялось до максимального рабочего давления изостатического прессы (СІР ЕРСІ 400-200*1000У) – 400 МПа. Очевидно, что при

дальнейшем увеличении давления кривая уплотнения должна выйти на насыщение, что будет свидетельствовать о максимально возможной плотности образцов.

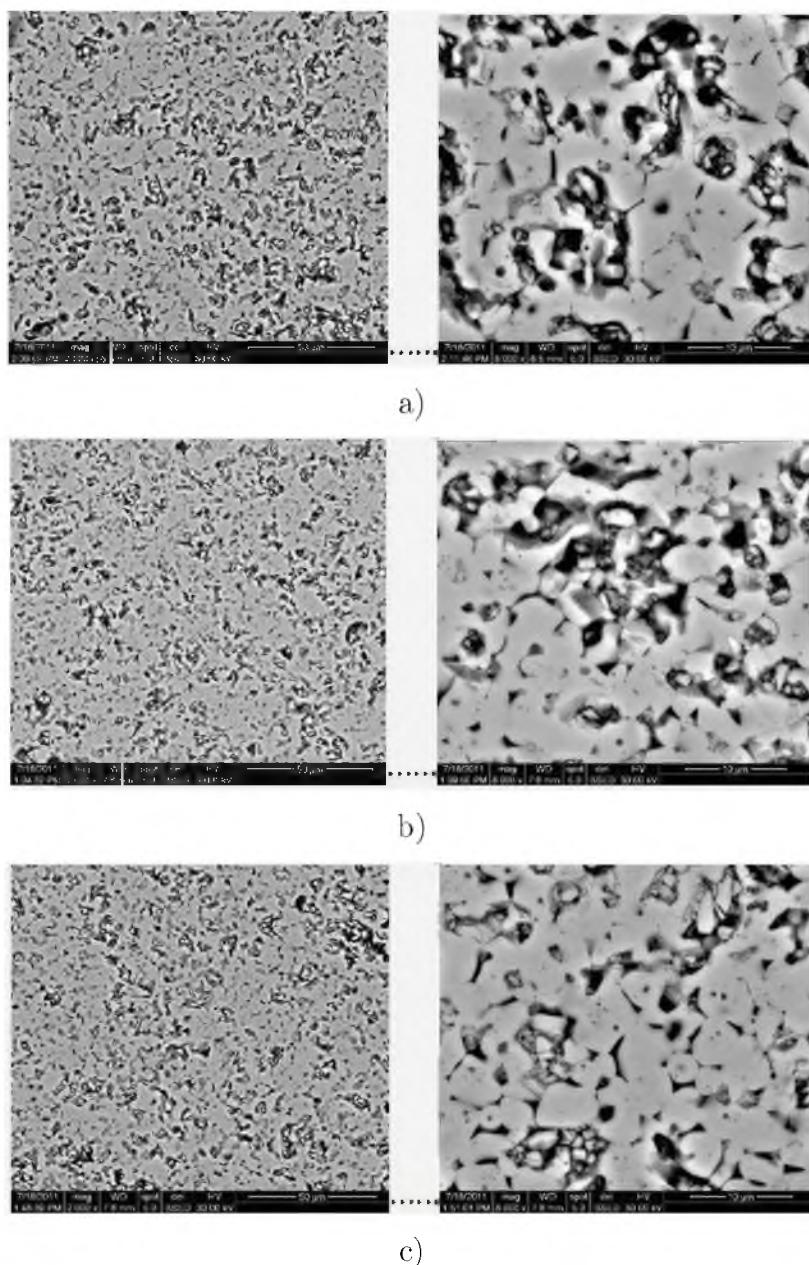


Рис. 4. РЭМ-изображение поверхности образцов $ZrO_2-8\%Y_2O_3$ после отжига при температуре $1500^\circ C$ полученных при давлении прессования: а) 100МПа, б) 250МПа, в) 350МПа соответственно

Микроструктурный анализ, проведенный с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) позволил оценить средний размер зерна и пористость образцов после отжига. На основании данных РЭМ (рис. 4) можно утверждать, что все исследуемые образцы имеют сформировавшуюся зеренную структуру средний размер зерна которой



нелинейно уменьшается с увеличением давления прессования. Это связано с обособлением больших агломератов, при низком давлении прессования, и превращении их в большие зерна с образованием большого порового пространства вокруг них. С превышением давления прессования активизируется процесс хрупкого разрушения агломератов и осуществляется более плотная упаковка порошка, в результате в процессе спекания происходит конкурентный рост частиц, что приводит к уменьшению средней величины зерна. Методом оптической инвертированной микроскопии (OLYMPUS GX51) определили средний размер зерен и значение пористости. На рис. 5 показаны зависимости среднего размера зерна и пористости от давления прессования. Относительно среднего размера зерна в структуре керамики диоксида циркония присутствуют два вида пор – субмикropоры, размер которых на порядок меньше размера зерна, и микropоры – эквипастичные поры, размер которых соизмерим с размером зерна и размером частиц исходного порошка. Именно эти поры определяют характер пористой структуры в керамике и ее механические свойства.

Зависимость микротвердости образцов не изменяется с увеличением давления прессования, его среднее значение составляет 11,8 ГПа. Зависимость предела прочности образцов от давления прессования представлена на рис. 6. Резкое увеличение предела прочности экспериментальных образцов наблюдается после компактирования при давлении прессования 300 МПа и выше. Предел прочности достигает максимального значения 444,24 МПа при приложенном давлении прессования 400 МПа.

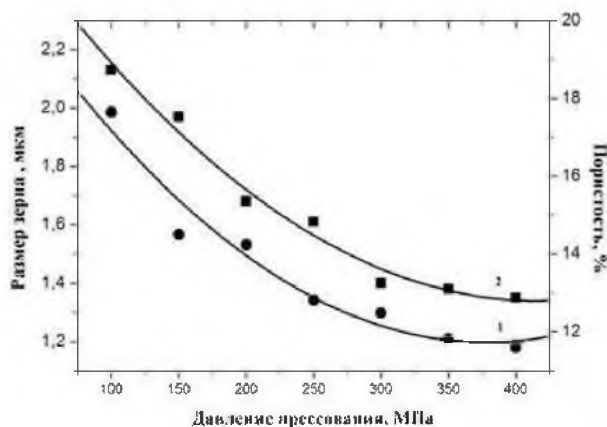


Рис. 5. Зависимость среднего размера зерна (1) и пористости (2) от давления прессования

Заключение

Таким образом, было исследовано влияние давления изостатического прессования на структуру и механические свойства керамики $ZrO_2-8\%Y_2O_3$, полученного методом химического осаждения из раствора вода - изопропанол в соотношении 1:5. Полученные экспериментальные данные свидетельствуют о том, что внутренняя структура и механические свойства полученной керамики существенно зависят от давления прессования. Получены экспериментальные зависимости размера зерна, пористости и предела прочности на разрушение от давления прессования в диапазоне от 100 до 400 МПа. Опре-



делено минимальное давление прессования (300 МПа), необходимое для разрушения агломератов порошка $ZrO_2-8\%Y_2O_3$.

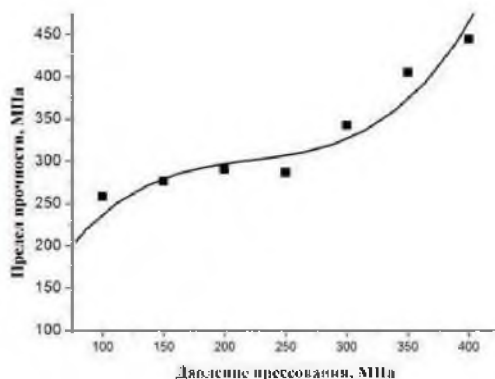


Рис. 6. Зависимость предела прочности от давления прессования

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования научным оборудованием БелГУ «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» в рамках госконтракта ФЦП №П-713 («Разработка технологических основ получения керамических композиционных материалов на основе синтетических наноразмерных порошков Al_2O_3 , ZrO_2 и минерального кремнийсодержащего сырья с оптимальным комплексом характеристик «состав-структура-свойства»).

Литература

1. Keiji H., Kotoji A., Koji T. Crack-healing behavior of ZrO_2/SiC composite ceramics // *International Journal of Structural Integrity*. – 2010. – 1;1. – P.73-84.
2. Кульков С.Н., Скрипняк В.А., Скрипняк Е.Г., Буякова С.П. Механические свойства поликристаллических объёмных нанокристаллических керамических материалов на основе оксида алюминия и диоксида циркония / Томск: Изд-во Том. ун-та, 2007. – 328 с.
3. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Бикбаева З.Г. Методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов и изделий // Томск: Изд-во Том. политех. ун-та. – 212 с.
4. Акимов Г.Я., Маринин Г.А., Каменева В.Ю. Эволюция фазового состава и физико-механических свойств керамики $ZrO_2-8\%Y_2O_3$ // *Физика твёрдого тела*. – 46;2. – С.250-252.
5. Dercz G., Prusik K., Paj?k L. Structure investigations of commercial zirconia ceramic powder // *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* – 2006. – 2;9-10. – P.259-262.
6. Гидростатическое прессование огнеупорных изделий для МНЛЗ // *Новые огнеупоры*. – 2007. – 11. – С.31-38.
7. Sirota V., Lyubushkin R., Kovaleva M., Maradudina O. Synthesis and characterization of $Al_2O_3-30\%ZrO_2$ and $Al_2O_3-30\%Y_{0.1}Zr_{0.9}O_2$ nanocomposites // *Advances in Science and Technology*. – 2010. – 62/ – P.125-130.
8. Остроушко А.А., Могильников Ю.В. Физико-химические основы получения твердофазных материалов электронной техники // электронный ресурс http://chem.usu.ru/oxide_web/Book/index.htm - 1998.



**INFLUENCE OF COMPACTION PRESSURE
ON STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES
OF CERAMICS $ZrO_2-8\%Y_2O_3$**

V.V. Sirota, E.V. Gruzdeva, V.V. Ivanisenko

Belgorod State University,
Pobedy St., 85, Belgorod, 308034, Russia, e-mail: IvanovOleg@bsu.edu.ru

Abstract. Influence of compaction pressure on structure and mechanical properties of the ceramics $ZrO_2-8\%Y_2O_3$ is investigated. Methods of transmission and scanning electron microscopy are used. Study of porosity, microhardness and tensile strength was carried out.

Keywords: ceramics, cold isostatic pressing, scanning electron microscopy.