

*Канд. техн. наук Е. А. Светличный  
(ННЦ «Харьковский физико-технический институт»,  
г. Харьков, Украина)*

## **Получение керамики $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$ из наноразмерного порошка и изучение ее свойств**

### **Введение**

В настоящее время в мире с целью решения различных научно-технических задач наблюдается интенсивное развитие технологий получения керамических материалов с повышенными термомеханическими характеристиками. Среди исследуемых материалов важное место занимает оксидная керамика, которая, как полагают ученые, должна обеспечить существенные изменения в машиностроении, электронике, энергетике, химии, медицине и других сферах. Одно из ведущих мест среди этих материалов занимает керамика на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия. Такая керамика характеризуется высокими показателями прочности, термостойкости, трещиностойкости, химической стойкости и поэтому получает широкое распространение в качестве конструкционного материала [1; 2].

В ННЦ ХФТИ традиционно проводятся исследования по созданию радиационностойких керамических и стеклокерамических материалов различного назначения [3—7]. Для получения керамики используются высокодисперсные порошки и оборудование, необходимое для эффективного формования и спекания изделий.

Для получения керамики с высокими показателями физико-механических свойств весьма рациональным является применение наноразмерных порошков и метода шликерного литья. Данный метод обеспечивает получение керамики с высокой плотностью по всему объему материала, а также получение тонкостенных изделий и изделий сложной конфигурации [8].

Целью работы является проведение исследований по получению керамики  $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$  из наноразмерного порошка и изучению ее свойств.

## Экспериментальная часть

В качестве основного сырьевого материала использовали порошок  $ZrO_2$ , стабилизированный 3 % мол.  $Y_2O_3$ , с размером частиц 20—50 нм, марка PSZ-5.2 Y производства компании «Stanford Materials Corporation» (США).

Для приготовления шликера к порошку  $ZrO_2$  — 3 %  $Y_2O_3$  добавляли дистиллированную воду и дефлокулянт DOLAPIX марки FF 7 производства компании «ZSCHIMMER & SCHWARZ GmbH & Co KG» (ФРГ). С учетом установленных в работе [9] параметров шликерного литья формовали отливки различной конфигурации.

Образцы, полученные методом шликерного литья в гипсовые формы, сушили в течение двух суток при комнатной температуре, а затем спекали при температуре 1450 и 1500 °С. Спекание образцов осуществляли в лабораторной печи с дисилицид-молибденовыми нагревателями по следующему режиму: нагрев со скоростью 100—150 °С в час, с выдержкой при максимальной температуре в течение 1 ч, и охлаждение — не более 300 °С в час.

Открытую пористость и плотность керамических образцов определяли в соответствии с ГОСТ 2409—95 гидростатическим взвешиванием.

Предел прочности при изгибе определяли стандартным методом в соответствии с ДСТУ 3716—98.

Определение коэффициента интенсивности напряжений  $K_{Ic}$  осуществляли в соответствии с ASTM Standard C 1421-99.

Для определения термостойкости использовали стандарт EN 820-3:2004, в соответствии с которым термостойкость характеризовали перепадом температур  $\Delta T$ , при котором происходило появление трещин в образцах.

Твердость образцов определяли на микротвердомере ПМТ-3 методом вдавливания алмазных наконечников.

Электронномикроскопические исследования керамических образцов проводили на электронном микроскопе просвечивающего типа ЭМВ-100 АК.

Фазовый состав образцов определяли на диффрактометре ДРОН-3.

## Результаты и их обсуждение

Анализ изготовленных методом шликерного литья с последующим спеканием образцов показал, что керамические изделия

успешно прошли стадию спекания. Трещины и деформирования образцов отсутствовали.

В таблице приведены свойства керамических образцов  $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$ , полученных при температурах 1450 и 1500 °С, в сравнении с показателями свойств импортных аналогов. Из приведенных данных видно, что образцы, полученные при температуре 1450 °С, обладают открытой пористостью 2—4 %, их кажущаяся плотность составляет 5,82—5,95 г/см<sup>3</sup>. Образцы, полученные при температуре 1500 °С, характеризуются более высокими значениями кажущейся плотности — 6,02—6,10 г/см<sup>3</sup> и отсутствием открытой пористости, что соответствует требованиям для особоплотной керамики.

Таблица

Свойства керамических образцов  $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$  в сравнении с импортными аналогами

Производитель керамики	Свойства керамики					
	Открытая пористость, %	Кажущаяся плотность, г/см <sup>3</sup>	Предел прочности при изгибе, $\sigma_{изг}$ , МПа	Твердость, ГПа	Коэффициент интенсивности напряжений $\kappa_{1c}$ , МПа·м <sup>0,5</sup>	Термостойкость, $\Delta T$ , °С
ННЦ ХФТИ (1450 °С)	2—4	5,82—5,95	660—700	10	6,0—6,4	400
ННЦ ХФТИ (1500 °С)	0	6,02—6,10	750—800	12	7,6—8,0	400
Dynamic ceramic (Англия)	0	6,05	800	Нет сведений	6,0—7,0	300
Ceramco (США)	0	6,10	600	13	8,0	Нет сведений
Кюосега (Япония)	0	6,00	750	11—12	7,0—8,0	400

Образцы, полученные при температуре 1450 °С, обладают достаточно высокими показателями основных свойств:  $\sigma_{изг} = 660 \div 700$  МПа,  $\kappa_{1c} = 6,0 \div 6,4$  МПа·м<sup>0,5</sup>,  $\Delta T = 400$  °С, твердость 10 ГПа, однако уступают показателям образцов, полученных при температуре 1500 °С. Образцы, полученные при температуре 1500 °С, обладают свойствами, которые не уступают по своим показателям образцам импортной керамики:  $\sigma_{изг} = 750 \div 800$ ,  $\kappa_{1c} = 7,6 \div 8,0$  МПа·м<sup>0,5</sup>,  $\Delta T = 400$  °С, твердость 12 ГПа.

Поскольку свойства керамики в значительной степени определяются ее структурой и фазовым составом, для объяснения

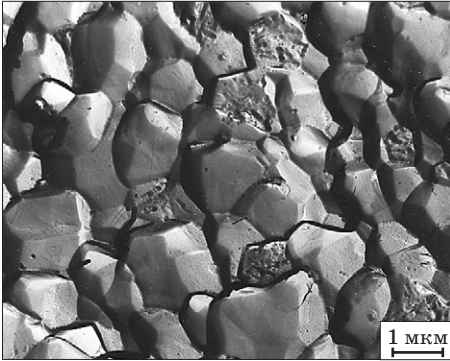


Рис. 1. Микроструктура образца керамики  $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$ , полученного при температуре  $1500^\circ C$

полученных результатов были проведены соответствующие исследования. На рис. 1 и 2 соответственно показаны микроструктура и рентгенограмма керамического образца  $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$ , полученного при температуре  $1500^\circ C$ .

Из рис. 1 видно, что образец представляет собой весьма равномерноразмерную мелкокристаллическую структуру, состоящую из хорошо окристаллизованных зерен с размерами от 0,3 до 2,5 мкм, с преобладающим размером зерен 1,5 мкм.

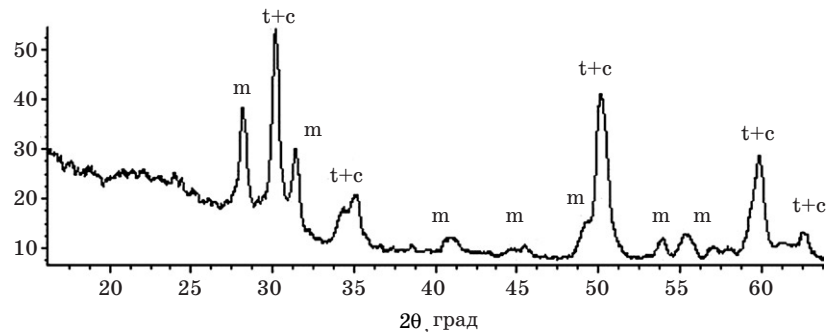


Рис. 2. Рентгенограмма образца керамики  $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$ , полученного при температуре  $1500^\circ C$

Анализ фазового состава образца показал, что полученная керамика  $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$  представляет собой частично стабилизированную, так как присутствует моноклинная, тетрагональная и кубическая фаза. Именно такой структурно-фазовый состав образца является характерным для трансформационно-упрочненной керамики с высоким уровнем свойств.

Таким образом, в результате проведенных исследований установлена оптимальная температура спекания образцов —  $1500^\circ C$ , при которой керамика характеризуется высокими показателями физико-механических свойств и соответствует уровню свойств зарубежных аналогов.

## Заклучение

Проведены исследования по получению керамики  $ZrO_2$  — 3 %  $Y_2O_3$  из наноразмерного порошка. В результате проведенных исследований показано, что образцы, полученные методом шликерного литья в гипсовые формы с последующим высокотемпературным спеканием при температуре 1500 °С, характеризуются высокими показателями физико-механических свойств и не уступают показателям свойств зарубежных аналогов.

Исследованиями микроструктуры и фазового состава образцов установлено, что высокие показатели свойств керамики определяются плотной и мелкокристаллической структурой, представленной моноклинной, тетрагональной и кубической фазами, характерной для трансформационно-упрочненной керамики.

Полученная керамика является перспективной для применения в качестве конструкционного материала в различных областях науки и техники.

### Библиографический список

1. *Hannink R. H. J.* Transformation toughening in zirconia-containing ceramics / *Hannink R. H. J., Kelly P. M., Muddle B. C.* // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2000. — Vol. 83, № 3. — P. 461—487.

2. Влияние некоторых технологических факторов на свойства керамики из частично стабилизированного диоксида циркония / [Караулов А. Г., Процак Е. Б., Карякина Э. Л., Константинова Т. Е.] // *Зб. наук. пр. ВАТ «УкрНДІВогнетривів ім. А. С. Бережного»*. — X. : Каравела, 2002. — № 102. — С. 53—56.

3. Получение таблеток гафната и титаната диспрозия горячим прессованием / *Красноруцкий В. С., Саенко С. Ю., Белаш Н. Н.* [и др.] // *Порошковая металлургия*. — 2011. — № 11—12. — С. 43—50.

4. Установление оптимальных параметров процесса электроконсолидации для получения керамик  $HfO_2$  и  $ZrB_2$  / [Саенко С. Ю., Светличный Е. А., Лобач К. В., Сурков А. Е.] // *Зб. наук. пр. ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО»*. — X. : ПАТ «УКРНДІ ВОГНЕТРИВІВ ІМ. А. С. БЕРЕЖНОГО», 2012. — № 112. — С. 141—146.

5. Исследование капсулирования горячим изостатическим прессованием отработанной ТВС РБМК / *Ажажа Ж. С., Неклюдов И. М., Саенко С. Ю.* [и др.] // *Атомная энергия*. — 2007. — Т. 103, вып. 6. — С. 347—352.

6. Теплофизические аспекты выбора параметров глубинного хранилища высокоактивных отходов и отработанного ядерного топлива / *Ажажа Ж. С., Ледовска Л. Н., Пилипенко А. В.* [и др.] // *Ядерна та радіаційна безпека*. — 2012. — № 1 (53). — С. 44—48.

7. Получение таблеток поглощающих материалов квазиизостатическим прессованием в графитовом порошке / *Красноруцкий В. С., Саенко С. Ю., Белаш Н. Н.* [и др.] // *ВАНТ*. — 2009. — № 2. — С. 85—89.

8. *Світличний Є. О.* Корундова кераміка, модифікована діоксидом цирконію, з підвищеними міцністю та термостійкістю : автореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. техн. наук : спец. 05.17.11 / Нац. техн. ун-т «ХПІ». — X., 2006. — 20 с.

9. *Светличный Е. А.* Исследование влияния дефлокулянтов на основе полимеров карбоновых кислот на свойства шликера  $ZrO_2$ , стабилизированного 3 %  $Y_2O_3$  / *Светличный Е. А.* // *Вісник НТУ «ХПІ»*. — 2010. — № 52. — С. 79—85.

*Рецензент к. т. н. Куценко П. А.*