

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЭЛЕКТРОКОНСОЛИДАЦИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ $ZrO_2-3\% Y_2O_3$

К.В. Лобач, С.Ю. Саенко, Е.А. Светличный, А.Е. Сурков

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

E-mail: sayenko@kipt.kharkov.ua; тел. +38(057)335-35-30

Проведены исследования по применению метода электроконсолидации для получения керамики на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, и получены опытные образцы, характеризующиеся плотностью – 5,97...6,07 г/см³, пределом прочности при изгибе 700...800 МПа и микротвердостью 7,5...7,9 ГПа.

ВВЕДЕНИЕ

В связи с необходимостью решения различных технических задач с использованием высокопрочных конструкционных материалов в настоящее время наблюдается интенсивное развитие новых технологий получения технической керамики. Одно из ведущих мест среди этих материалов занимает оксидная керамика на основе диоксида циркония, стабилизированная оксидом иттрия [1,2].

Традиционно керамические материалы получают из порошковых материалов, с применением различных методов формования и спекания [3]. В зависимости от формы и размера изделий, их назначения и заданных свойств применяют различные виды прессования, шликерное литье в гипсовые формы, экструзию через мундштук пластических масс, литье под давлением из термопластических шликеров и др. [4]. Завершающей стадией получения керамических изделий является высокотемпературный обжиг, при котором происходит процесс спекания сформованных образцов. Этот процесс сопровождается повышением плотности, а также усадкой спекаемого тела. Кинетика спекания и конечные свойства спеченного тела существенно зависят как от свойств порошка, из которого сформовано изделие, так и от технологических факторов: скорости подъема температуры, температуры спекания, длительности выдержки при максимальной температуре [5].

В последнее время для изготовления керамик с высокими физико-механическими характеристиками применяют наноразмерные порошки и способы высокоскоростного нагрева, которые позволяют оптимизировать сочетание процессов максимального уплотнения и минимального роста зерна при спекании [6]. К новым методам спекания порошковых материалов относятся: активированное под действием внешнего поля; скоростное горячее изостатическое прессование; электроразрядное; электроимпульсное под давлением [7-9].

Среди прогрессивных методов получения керамических материалов одним из перспективных является процесс электроконсолидации. Этот способ отличается от традиционного горячего прессования способом нагрева предварительно сформованных заготовок. При горячем прессовании пресс-форма, состоящая из матрицы и пуансонов, нагревается от внешних элементов, установленных в рабочей каме-

ре, и нагревает заготовку (рис. 1,а). Скорость нагрева при этом составляет 20...30 °С/мин [10].

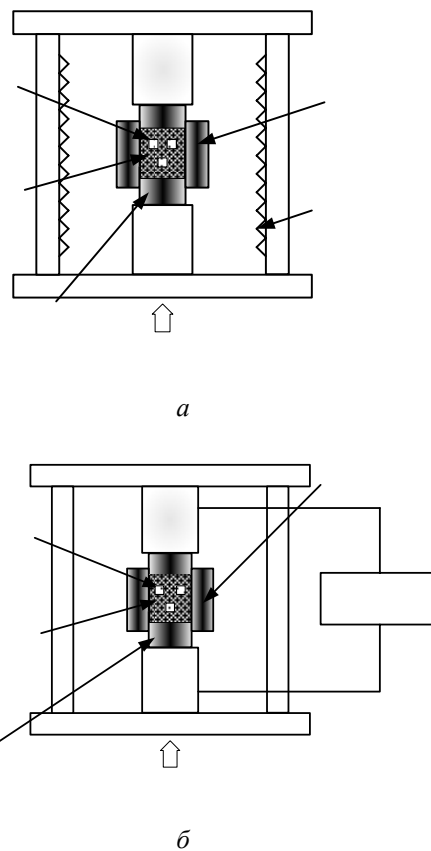


Рис. 1. Схема горячего прессования (а) и метода электроконсолидации (б)

При электроконсолидации нагрев осуществляется прямым пропусканием электрического тока через графитовую упругосжимаемую среду, в которую помещены одна или несколько заготовок (см. рис. 1,б). Назначение этой среды – передача давления, создаваемого пуансонами, и обеспечение нагрева заготовок за счет тепла, выделяемого при прохождении тока. При этом скорость нагрева заготовок может достигать 150...200 °С/мин. Таким образом, этот процесс позволяет осуществить квазиизостатическое горячее прессование порошковых композиций за минимально короткие сроки с необходимой изотермической выдержкой при максимальной температуре до 3000 °С.

В ННЦ ХФТИ разработана, изготовлена и запущена в эксплуатацию пилотная установка для реализации процесса электроконсолидации [11]. Установка обеспечивает возможность осуществления технологического процесса спекания порошковых материалов разного состава как в среде инертных газов, так и в вакууме.

Целью данной работы является изучение возможности применения метода электроконсолидации для получения керамики на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве исходного материала использовали нанодispersный порошок на основе диоксида циркония, стабилизированного 3 мол.% Y_2O_3 , марки PSZ-5.2Y производства компании "Stanford Materials Corporation" (США).

Исходные образцы в виде цилиндров формовали методом одностороннего осевого холодного прессования под давлением 130 МПа. После формования образцы спекали в установке электроконсолидации со следующими параметрами процесса: скорость нагрева – 100 °С/мин, температура прессования – 1450 °С, давление – 40 МПа.

Эксперименты проводили при разной выдержке температуры прессования. Продолжительность первого эксперимента составляла 15, второго – 30, а третьего – 45 мин.

Для контроля температуры использовались метки плавления из меди, нержавеющей стали X18Н10Т и никеля.

Контроль за ними осуществляли рентгенографическим способом (рис. 2), определяющим начало их плавления, и согласовывали с измерениями термопары, установленной с внешней стороны прессформы.

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

Полученные образцы $ZrO_2-3\% Y_2O_3$ исследовали сканирующим электронным микроскопом JESM-840.

Рентгенодифрактометрическая съемка проводилась на дифрактометре ДРОН-3 в излучении медного анода, для ослабления $K\beta$ -составляющей применяли никелевый селективный фильтр. Съемку проводили на отражение с фокусировкой по Бергу–Брентано.

Физико-механические свойства полученных керамических материалов определяли методом испытаний образцов на диаметрально сжатие. Испытания проводили на разрывной машине Р-10.

Расчет значений величин предела прочности на диаметрально сжатие ($\sigma_{д. сж.}$) и предела прочности на изгиб ($\sigma_{изг}$) производили по формулам:

$$\sigma_{д. сж.} = 2 F / \pi h D \quad (1)$$

$$\sigma_{изг} = 2,2 \sigma_{д. сж.} \quad (2)$$

где F – усилие разрушения, кг; h – высота образца, см; D – среднее значение диаметра, см.

Микротвердость образцов определяли на микротвердомере ПМТ-3 вдавливанием алмазных наконечников.

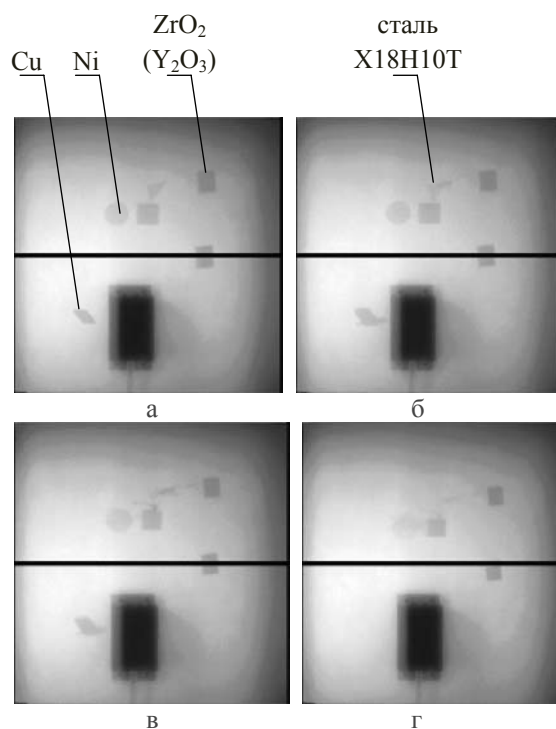


Рис. 2. Рентгенографический способ определения температуры: а – начало эксперимента; б – момент плавления медной метки; в – момент плавления стальной метки; г – момент плавления никелевой метки, температура 1453 °С, время выдержки 15 мин

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Проведенные электронно-микроскопические исследования исходного материала (рис. 3) показали, что нанодispersный порошок состоит как из плотных агрегатов с шероховатой поверхностью размером от 0,4 до 1,2 мкм в среднем, так и рыхлообразных агрегатов, состоящих из мельчайших частичек, а также из таких же, но свободных изометричных частичек размером 0,004...0,02 мкм.

После предварительного формования исходных образцов методом одностороннего осевого прессования плотность образцов составила 2,50...2,60 г/см³.

В результате проведенных исследований установлено, что плотность образцов после термообработки с временем выдержки 15 мин при температуре 1450 °С составляет 5,93...5,97 г/см³, а после термообработки с временем выдержки 30 мин – 6,00...6,07 г/см³.

Дальнейшее увеличение времени выдержки до 45 мин не приводит к существенному повышению плотности образцов, следовательно, термообработка с временем выдержки 30 мин является оптимальной.

Проведенными исследованиями установлено, что предел прочности при изгибе образцов составляет 700...800 МПа, предел прочности на диаметрально сжатие – 300...370 МПа, микротвердость опытных образцов – 7,5...7,9 ГПа.

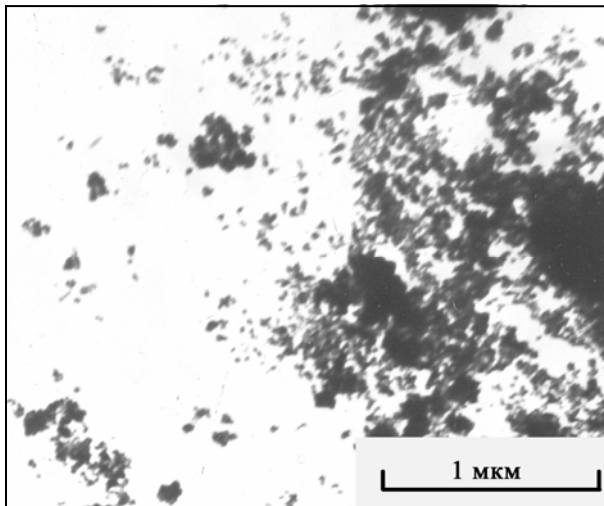


Рис. 3. Наноразмерный порошок состава $ZrO_2-3\% Y_2O_3$ марки PSZ-5.2Y

Электронно-микроскопическими исследованиями показано, что керамика представляет собой весьма равномерно-зернистую мелкодисперсную структуру, состоящую из зерен размером 0,3...2,2 мкм с преобладающим размером 1,5 мкм (рис. 4).



Рис. 4. Структура образца $ZrO_2-3\% Y_2O_3$, полученного при температуре 1450 °C и давлении 40 МПа

Рентгеноструктурным анализом установлен идентичный фазовый состав образцов с различной временной выдержкой. В образцах присутствуют две модификации диоксида циркония: моноклинная – в количестве 13,3 вес.% и тетрагональная – 81,8 вес.%, а также установлено наличие чистого графита (рис. 5).

На рентгенограмме помечены линии, соответствующие графиту (G), моноклинному ZrO_2 (m- ZrO_2) и тетрагональному ZrO_2 (t- ZrO_2). Присутствие графита в образцах существенно не влияет на их свойства, что определяет возможность получения образцов диоксида циркония, стабилизированных оксидом иттрия с высокими физико-механическими свойствами на установке электроконсолидации.

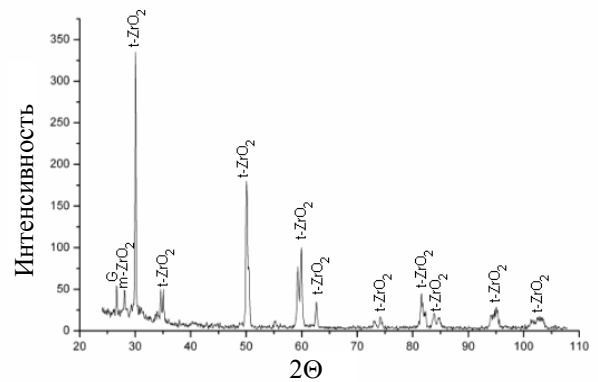


Рис. 5. Рентгенограмма керамических образцов, полученных по технологии электроконсолидации

ВЫВОДЫ

В результате проведенных исследований по применению метода электроконсолидации для получения керамики на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, получены опытные образцы, характеризующиеся кажущейся плотностью – 5,97...6,07 г/см³, пределом прочности при изгибе – 700...800 МПа, пределом прочности при сжатии – 300...370 МПа и микротвердостью – 7,5...7,9 ГПа.

Полученные образцы диоксида циркония, стабилизированные оксидом иттрия, являются перспективными для применения в различных сферах науки и техники. Исследования следует продолжить в направлении изучения возможности получения конструкционной керамики на основе других оксидных и неоксидных материалов (карбидов, боридов и др.).

ЛИТЕРАТУРА

1. R.H.J. Hannink, P.M. Kelly, B.C. Muddle. Transformation toughening in zirconia - containing ceramics // *J. Amer. Ceram. Soc.* 2000, v. 83, № 3, p. 461-87.
2. А.Г. Караулов, Е.Б. Процак, Э.Л. Карякина. Влияние некоторых технологических факторов на свойства керамики из частично стабилизированного диоксида циркония // *Зб. наук. пр. ВАТ «УкрНДІВ ім. А.С. Бережного»*. Харьков: Караулова, 2002, с. 53-56.
3. И.Ю. Прохоров, Г.Я. Акимов, В.М. Тимченко. Холодное изостатическое прессование как способ получения высокопрочных керамических материалов на основе ZrO_2 // *Огнеупоры и техническая керамика*. 1997, №8, с. 12-17.
4. Є.О. Світличний. Корундова кераміка, модифікована діоксидом цирконію, з підвищеними міцністю та термостійкістю // Автореф. дис. ... канд. техн. наук. Харків: Національний технічний університет «Харківський політехнічний Інститут». 2006, 20 с.
5. К.К. Стрелов. *Теоретические основы технологии огнеупорных материалов*. М.: «Металлургия», 1985, 480 с.
6. В.И. Алексеенко, И.А. Даниленко, Т.Е. Константинова. Технология получения нанокристаллических порошков на основе диоксида циркония // *Тез. докл. Междунар. конференции «Передовая*

- керамика – третьему тысячелетию». Киев, Украина, 5-9 ноября 2001, с. 84.
7. J. Zhang, A. Zavaliangos. Field activated sintering techniques: a comparison and contrast // *P/M Science & Technology Briefs*. 2003, v. 5, №3, p. 17-21.
 8. А.И. Райченко. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока // М.: «Металлургия», 1987, с.128.
 9. С.А. Баланкин, Л.П. Горбачев, Е.Г. Григорьев. Тепловые процессы при электроимпульсном прессовании порошков // *Физика и химия обработки материалов*. 1984, №2, с. 124-129.
 10. Brian D. Merkle, Joshua M. Borton, and W.M. Goldberger: Development of the electroconsolidation® process // *PMTEC – 2000 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials*. May 30 – June 3, New York City. New York, 2000.
 11. <http://www.stcu.int>.

Статья поступила в редакцию 07.09.2011

ЗАСТУСОВАННЯ МЕТОДУ ЕЛЕКТРОКОНСОЛІДАЦІЇ ДЛЯ ОТРИМАННЯ КЕРАМІКИ НА ОСНОВІ $ZrO_2-3\%Y_2O_3$

К.В. Лобач, С.Ю. Саєнко, Є.О. Світличний, О.Є. Сурков

Проведені дослідження щодо використання методу електроконсолідації для отримання кераміки на основі діоксиду цирконію, стабілізованого оксидом ітрію, та отримані дослідні зразки, які характеризуються щільністю 5,97...6,07 г/см³, міцністю на вигин 700...800 МПа та мікротвердістю 7,5...7,9 ГПа.

APPLICATION OF METHOD ELECTROCONSOLIDATION FOR PRODUCTION CERAMICS ON BASED $ZrO_2-3\%Y_2O_3$

K.V. Lobach, S.Yu. Sayenko, Y.O. Svitlychniy, O.Y. Surkov

The researches of application electroconsolidation method for production of ceramics on based dioxide zirconium, stabilized oxide yttrium, are carried out and the samples are produced that have density 5,97...6,07 g/cm³, bending strength 700...800 MPa and microhardness 7,5...7,9 GPa.