

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОГО ГИДРОСТАТИЧЕСКОГО ДАВЛЕНИЯ НА МЕХАНИЗМЫ УПЛОТНЕНИЯ НА НАЧАЛЬНОЙ СТАДИИ СПЕКАНИЯ КОМПОЗИТНОЙ СМЕСИ МЕТАСТАБИЛЬНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Малецкий А.В.¹

¹) Объединенный институт ядерных исследований, г. Дубна, Россия
E-mail: sashamalecki097@gmail.com

THE EFFECT OF HIGH HYDROSTATIC PRESSURE ON SEALING MECHANISMS AT THE INITIAL STAGE OF SINTERING A COMPOSITE MIXTURE OF METASTABLE ALUMINUM OXIDE

Maletskii A.V.¹

¹) Joint institute for nuclear research, Dubna, Russia

The paper analyzes the effect of high hydrostatic pressure (HHP) powder treatment (300, 500, 700 MPa) and alloying with stabilized zirconium dioxide on the compaction of a mixture of metastable nanopowders of the composition $\gamma+\theta\text{-Al}_2\text{O}_3 + n\% \text{YSZ}$ at sintering.

В работе приведен анализ влияния обработки порошков высоким гидростатическим давлением (ВГД) (300, 500, 700 МПа) и легирования стабилизированным диоксидом циркония ($\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол.}\% \text{Y}_2\text{O}_3$, (YSZ)) на уплотнение смеси метастабильных нанопорошков состава $\gamma+\theta\text{-Al}_2\text{O}_3 + n\% \text{YSZ}$ ($n = 0, 1, 5, 10, 15 \text{ вес.}\%$) при спекании.

Поведение нанопорошков на начальной стадии спекания исследовали методом дилатометрии при постоянной скорости нагрева $5^\circ\text{C}/\text{мин}$, в диапазоне температур от 20°C до 1500°C . Методом РСА установлено, что порошки системы $\text{Al}_2\text{O}_3 + n\% \text{YSZ}$ ($n = 0, 1, 5, 10, 15 \text{ вес.}\%$), отожженные при 1000°C в течение 2ч имеют трехфазную композитную структуру: моноклинный $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, гексогональный $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и тетрагональный ZrO_2 . Исследование термической эволюции указанных систем, отожженных при 1200°C и 1300°C в течение 1ч, показало, что фазовый переход в стабильную форму $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ без добавки YSZ происходит при температуре 1200°C , а в присутствии добавки YSZ при всех исследованных концентрациях фазовый переход смещается в область больших температур. Данные, полученные методом РСА, указывают, что в системе $\text{Al}_2\text{O}_3 + 5\text{вес.}\% \text{YSZ}$ проявляется наиболее полно “эффект взаимной защиты от кристаллизации”. Данные БЭТ, ОКР и ПЭМ свидетельствуют о значительном изменении морфологии порошков и размеров агрегатов при данной концентрации YSZ, что приводит к задержке кристаллизационных процессов и фазовых превращений в указанной системе.

Спекание керамики системы $\text{Al}_2\text{O}_3 + n\% \text{YSZ}$ ($n = 0, 1, 5, 10, 15 \text{ вес.}\%$) происходит в две стадии, разделяющиеся фазовым переходом из $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ с торможением процесса уплотнения при фазовом переходе.

Сопоставление данных дилатометрического анализа и РСА свидетельствует, что торможение процесса уплотнения между 1 и 2 стадией спекания увеличивается, с увеличением добавки YSZ, что также соответствует увеличению степени “взаимной защиты от кристаллизации” порошковых смесей.

Методом дилатометрического анализа показано, что с увеличением обработки порошков в условиях высокого гидростатического давления происходит уменьшение температуры начала спекания в порошках системы $\gamma+\theta$ - Al_2O_3 —YSZ.

В ходе эксперимента установлена зависимость механизмов и энергий активации спекания систем $\text{Al}_2\text{O}_3 + n\%\text{YSZ}$ ($n = 0, 1, 5, 10, 15$ вес.%) от количества добавки YSZ и величины ВГД. Показано, что увеличение легирующей примеси YSZ и величины ВГД приводит к уменьшению энергии активации спекания, а преобладающим механизмом спекания на начальных стадиях в указанных системах является объемная диффузия в зернах.

Результаты, полученные в работе, указывают, что в системе $\gamma+\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3 + \geq 5$ вес.% YSZ оптимальным давлением компактирования является $\text{ННР} \geq 500$ МПа, которое соответствует переходу механизма спекания от зернограницной диффузии к объемной диффузии [1-3].

1. D.L. Johnson, J. Appl. Phys. 40, 192 (1969).
2. K. Matsui, N. Ohmichi, M. Ohgai, T. Yamakawa, J. Hojo, J. Ceram. Soc. Jpn. Supplement 112–1, PacRim5 Special Issue 112, S343 (2004).
3. Lakusta, M., Danilenko, I., Konstantinova, T., & Volkova, G. (2016). Influence of Obtaining Conditions on Kinetics of the Initial Sintering Stage of Zirconia Nanopowders. Nanoscale Research Letters, 11(1). doi:10.1186/s11671-016-1452-3