

# **Исследование процесса массопереноса на начальной стадии спекания и его влияние на структуру ZTA композитной керамики**

*Малецкий Александр Витальевич<sup>1,2</sup>*

*Дорошкевич Александр Сергеевич<sup>2</sup>, Константинова Татьяна Евгеньевна<sup>1</sup>,*

*Беличко Данил Романович<sup>1</sup>, Волкова Галина Кузьминична<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.А. Галкина*

*<sup>2</sup>Объединенный институт ядерных исследований*

*Константинова Татьяна Евгеньевна, д.ф.-м.н.*

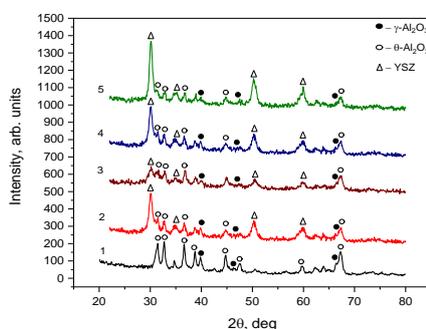
*[Sashamalecki097@gmail.com](mailto:Sashamalecki097@gmail.com)*

В настоящее время существует ряд методов, и активно разрабатываются новые подходы, направленные на оптимизацию технологии получения керамики  $Al_2O_3$ , а также направленные на модернизацию структуры и физико-механических свойств корундовой керамики [1-3]. Одним из способов улучшения свойств  $Al_2O_3$  является создание на ее основе композитной керамики, в частности, широкое применение нашла ZTA керамика [4]. Матрицей ZTA керамического композита служит  $\alpha-Al_2O_3$  а наполнителем является стабилизированный тремя молярными процентами иттрия диоксид циркония ( $ZrO_2 + 3 \text{ мол.}\% Y_2O_3$  (YSZ)). Добавка YSZ в матрицу  $\alpha-Al_2O_3$  способствует повышению прочности и плотности композитной керамики, однако, при концентрации

YSZ  $\geq 10$  вес.% происходит агломерация зерен  $ZrO_2$  в матрице  $\alpha-Al_2O_3$ , что приводит к разупрочнению керамического композита и ухудшению его физико-механических свойств [5]. Недавние исследования показали, что перспективным методом получения керамики системы ZTA является использование метастабильных фаз оксида алюминия в качестве основы для получения композитной керамики. Такой подход позволяет получать керамические композиты системы  $Al_2O_3 + n\%$  YSZ с высокими физико-механическими свойствами при значительно меньших температурах спекания в сравнении с системой на основе стабильного  $\alpha-Al_2O_3$ . Также, использование полиморфных фаз оксида алюминия в связке с обработкой компактов высоким гидростатическим давлением препятствует процессу образования агломератов зерен диоксида циркония в матрице оксида алюминия [1].

В данной работе приведены результаты исследования влияния механизма массопереноса на начальной стадии спекания смеси метастабильных нанопорошков состава  $\gamma+\theta-Al_2O_3 + n\%$  YSZ ( $n = 0, 1, 5, 10, 15$  вес.%) на структуру керамического композита  $\alpha-Al_2O_3 + n\%$  YSZ ( $n = 0, 1, 5, 10, 15$  вес.%), в зависимости от концентрации легирующей примеси YSZ и обработки порошков высоким гидростатическим давлением (ВГД) (300 и 700 МПа).

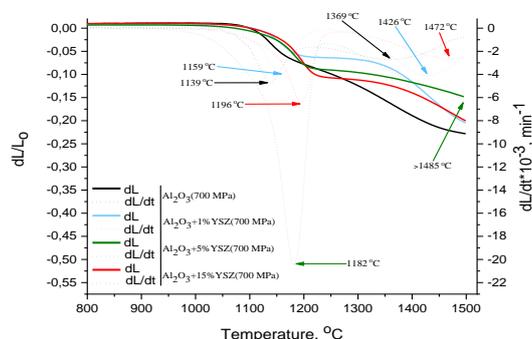
Методом РСА в указанных системах установлен “эффект взаимной защиты от кристаллизации” порошковых смесей, который наиболее полно проявляется в системе  $\gamma+\theta-Al_2O_3 + 5$  вес.% YSZ. Дифрактограммы указанных порошковых смесей приведены на *рис. 1*.



*рис. 1.* Дифрактограммы порошковых смесей, отожженных при 1000 °С:

1 -  $Al_2O_3 + 0\%$ YSZ, 2 -  $Al_2O_3 + 1\%$ YSZ, 3 -  $Al_2O_3 + 5\%$ YSZ, 4 -  $Al_2O_3 + 10\%$ YSZ и 5 -  $Al_2O_3 + 15\%$ YSZ

Поведение нанопорошков на начальной стадии спекания исследовали методом dilatометрии при постоянной скорости нагрева 5 °С/мин, в диапазоне температур от 20 °С до 1500 °С. Установлено, что спекание композитной системы  $\gamma+\theta-Al_2O_3 + n\%$  YSZ ( $n = 0, 1, 5, 10, 15$  вес.%) происходит в две стадии с торможением процесса усадки между стадиями. На первой стадии происходит уплотнение метастабильных фаз оксида алюминия, после чего начинается фазовый переход метастабильного оксида алюминия в стабильную форму  $\alpha-Al_2O_3$  с торможением процесса усадки, затем следует вторая стадия уплотнения  $\alpha-Al_2O_3$ . Полученные dilatометрические данные свидетельствуют, что ключевую роль в получении плотной композитной керамики играет вторая стадия спекания, которая соответствует уплотнению  $\alpha-Al_2O_3$  (*рис. 2*).



*рис. 2.* Температурные зависимости изменения линейных размеров и скорости изменения линейных размеров в системах  $\gamma+\theta-Al_2O_3 + n\%$  YSZ ( $n = 0, 1, 5, 15$  вес.%) скомпактированных при ВГД 700 МПа

Исследование структуры композитной керамики состава  $\alpha-Al_2O_3 + n\%$  YSZ ( $n = 0, 1, 5, 10, 15$  вес.%) показало, что в зависимости от величины механической обработки и концентрации легирующей примеси реализуется два типа структуры: агрегатно- и дисперсно-упрочненная структура. Для ННП < 500 МПа и YSZ  $\geq 5$  вес.% характерна агрегатно-упрочненная структура с малым распределением зерен  $Al_2O_3$  по размерам,

которая реализуется по зернограничному механизму спекания с параметром  $n = 1/3$ . Для  $\text{ННР} \geq 500$  МПа и  $\text{YSZ} \geq 5$  вес.% реализуется дисперсно-упрочненная структура, которой характерно бимодальное распределение зерен  $\text{Al}_2\text{O}_3$  по размерам и переход от зернограничной диффузии зерен к объемной диффузии с  $n = 1/2$ . Установлено, что системы с  $\text{YSZ} < 5$  вес.% имеют агрегатно-упрочненную структуру и спекаются по механизму объемной диффузии с  $n = 1/2$  независимо от величины ВГД.

Список публикаций:

[1] Maletskyi A.V. et al. // *Ceramics International*, 49, 10, 2023, 16044-16052

[2] Drevet R. et al. // *Vacuum*, 221, 2024, 112881

[3] Dmitriev K. I. et al. // *Microporous and Mesoporous Materials*, 369, 2024, 113025

[4] Moraes M. et al. // *Materials Research-ibero-american Journal of Materials - MATER RES-IBERO-AM J MATER.* 7.

[5] Maletsky A.V. et al. // *Ceramics International*, 47, 14, 2021, 19489-19495,.