ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

**МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
«Перспективные материалы с иерархической структурой
для новых технологий и надежных конструкций»**

**X МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
«Химия нефти и газа»**

Томск

Издательский Дом ТГУ

2018

DOI: 10.17223/9785946217408/258

**ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ НА СВОЙСТВА ZrO_2 НАНОПОРОШКОВ,
СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ ОБРАТНОГО ОСАЖДЕНИЯ**

Клевцова Е.В., Кульков С.Н.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
НИИ Томский государственный университет, Томск, Россия*

Несмотря на большое количество литературных данных, относящихся к изучению порошков диоксида циркония, вопрос о влиянии старения на свойства ZrO_2 остается малоизученным. Тем не менее, изменения фазового состава, структуры и свойств порошков ZrO_2 в процессе старения может быть весьма актуальным, поскольку их необходимо учитывать в процессе синтеза керамик на их основе.

В работе исследованы структура и свойства порошков $ZrO_2 - 3 \text{ мол.}\% Y_2O_3$, синтезированных методом обратного осаждения с применением ультразвукового диспергирования (УЗД), подвергшихся длительному естественному старению в нормальных условиях в течение $2 \cdot 10^8$ с (7 лет).

Анализ морфологии частиц порошка $ZrO_2 - Y_2O_3$, синтезированного методом обратного осаждения показал, что исследуемые исходные порошки представляют собой плотные монолитные блоки нерегулярной формы, которые, в свою очередь, образуют многочисленные агломераты неправильной формы. Частицы порошка $ZrO_2 - Y_2O_3$, с применением УЗД, в исходном состоянии представляют собой плотные близкие к сферам отдельные частицы и агломераты той же формы, состоящие из них. Отжиги в широком температурном интервале не приводят к значительному изменению формы частиц. Однако размер частиц с увеличением температуры отжига уменьшается: для порошков, синтезированных без применения УЗД с 21 до 4.3 мкм (см рис. 1а), для порошков, полученных с использованием УЗД с 11 до 7.2 мкм (см рис. 2а).

Частицы порошка, полученного без УЗД, после естественного старения и отжига при 1273 К представляют собой рыхлые агломераты размером ~ 6.4 мкм (см рис. 1б). Полученное значение в 1.5 раза больше, чем размер частиц для исходного порошка, отожженного при той же температуре, вследствие, например, агломерации исходного порошка в более крупные частицы за счет адсорбции влаги на их поверхности, а затем частичного спекания их в процессе отжига (см. рис. 1б).

Рис. 1. Распределения частиц по размерам порошков $ZrO_2 - Y_2O_3$, синтезированных методом обратного осаждения, отжиг 1373 К: а – исходный, б – после естественного старения

Размер частиц порошка, синтезированного с УЗД после старения и отжига при 1273 К равен 0.4 мкм (см. рис. 2б), что в свою очередь в 18 раз меньше размеров частиц исходного порошка отожженного при той же температуре и ниже значения размера частиц порошка синтезированного без УЗД. Подобная разница в размерах частиц порошков может быть обусловлена тем, что частицы порошка в исходном состоянии (до старения) имеют более развитую поверхность, нежели частицы порошка, синтезированного без применения УЗД. После естественного старения частицы порошка, полученного с применением УЗД адсорбируют на своей поверхности влагу, кислород, которые, проникая в поры и трещины

Секция 4. Научные основы разработки материалов с многоуровневой иерархической структурой, в том числе для экстремальных условий эксплуатации

агломерированных рыхлых частиц делят их на отдельные более мелкие. Соответственно в процессе отжига их спекание между собой не происходит.

Рис. 2. Распределения частиц по размерам $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$, синтезированных методом обратного осаждения с применением УЗД, отжиг 1373 К: а – исходный, б – после естественного старения

Распределения частиц по размерам порошков $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$, синтезированных методом обратного осаждения, как с применением УЗД, так и без него, носят унимодальный характер.

Установлено, что зависимость величины удельной поверхности от температуры отжига является типичной для всех синтезированных порошков (см. рис. 3). Величины удельных поверхностей порошков $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$, синтезированных без применения УЗД до и после старения в исходном состоянии (не отожженные) практически одинаковы. Старение порошка, синтезированного с применением УЗД, приводит к снижению величины удельной поверхности в 3 раза по сравнению с ее первоначальной величиной за счет адсорбции на своей поверхности влаги (что подтверждается измерением влажности порошков: до старения – 2.96 %, после старения – 10.5 %). Последующие отжики полностью восстанавливают состояние состаренного порошка до исходного.

Показано, что фазовый состав исходных порошков $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$ во всем температурном интервале отжига представлен высокотемпературной тетрагональной модификацией диоксида циркония. Однако для состаренных порошков при температуре отжига 1023 К и выше наблюдается появление высокотемпературной кубической фазы (от 5 % до 20%). Такое изменение фазового состава обусловлено дополнительной стабилизацией $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$ за счет размерного фактора [1]. В данном случае это происходит тогда, когда размер кристаллитов t -фазы меньше критического значения $\sim 10\text{ нм}$.

Рис. 3. Зависимость величины удельной поверхности от температуры отжига порошков $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$

Литература

1. Заводинский В.Г., Чибисов А.Н. О стабильности кубического диоксида циркония и стехиометрических наночастиц диоксида циркония // Физика твердого тела. 2006. Т.48. Вып.2. С. 343–347.