

**ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ
ZrO₂/НАНОВОЛОКНА Al₂O₃, ПОЛУЧЕННЫХ СВОБОДНЫМ СПЕКАНИЕМ**

А.А. ЛЕОНОВ, О.С. ТОЛКАЧЁВ, Т.Р. АЛИШИН

Гомский политехнический университет

E-mail: laa91@tpu.ru

Тетрагональный диоксид циркония, частично стабилизированный оксидом иттрия (3YSZ) является привлекательным материалом для биомедицинских применений из-за его свойств, таких как низкая цитотоксичность, пониженная бактериальная адгезия с низким коррозионным потенциалом, достаточный уровень биосовместимости, высокая прочность и трещиностойкость при комнатной температуре и др. К недостаткам 3YSZ относится пониженная устойчивость к низкотемпературной деградации, которая обусловлена спонтанной медленной трансформацией тетрагональной фазы в менее стабильную моноклинную фазу, что приводит к значительному снижению прочности, что при биомедицинском использовании просто недопустимо. Один из подходов улучшения механических свойств и гидротермальной стабильности 3YSZ, это создание композитов на его основе, упрочненных различными наполнителями. Наибольшее распространение в качестве добавки в матрицу 3YSZ получил оксид алюминия, за счет высокой износостойкости и твердости, гидротермальной стабильности, биосовместимости, а также из-за низкого рассогласование коэффициентов теплового расширения с диоксидом циркония. В связи с этим, целью данной работы является получение керамоматричных композитов на основе 3YSZ с добавками нановолокон (НВ) Al₂O₃, а также исследование влияния нановолокон на механические свойства получаемых композитов.

Для создания композитов 3YSZ/НВ Al₂O₃ использовали коммерческий нанопорошок ZrO₂ (TZ-3YS, Tosoh, Япония) и нановолокна оксида алюминия «Fibrall», представлены группой компаний OCSiAl (Новосибирск, Россия). Исследуемый нанопорошок ZrO₂ состоит из первичных сферических частиц, в то же время содержит плотные агломераты нерегулярной формы. В работе [1] были определены средние диаметры частиц порошка ZrO₂, которые составляют по методу СЭМ – 310 нм (с учетом агломератов частиц), по лазерной дифракции – 195 нм и по методу БЭТ – 175 нм. Что касается нановолокнистого Al₂O₃, то он в преобладающем большинстве имеет отдельные гладкие нановолокна диаметром 10-15 нм и длиной более 1 мкм, кроме того содержит крупные агрегаты. Смешивание исходных компонентов производили в среде этилового спирта с использованием ультразвуковой ванны и магнитной мешалки [2]. В процессе смешивания к композитным порошкам добавлялся поливинилбутираль. Относительное содержание нановолокон Al₂O₃ в приготовленном порошке составляло 5 мас.%. Данное количество НВ было выбрано с учетом предыдущих исследований [3]. Одноосным односторонним прессованием при давлении 100 МПа были получены исследуемые образцы в форме таблеток диаметром 14 мм. Свободное спекание спрессованных образцов производили в высокотемпературной печи Nabertherm LHT 02/18 в воздушной атмосфере при температурах 1450 °С и 1500 °С с изотермической выдержкой 3 ч и 2 ч, соответственно. Скорость нагрева была постоянной и составляла 200 °С/ч. Плотность ρ спеченных образцов определяли методом гидростатического взвешивания, после чего вычисляли относительную плотность $\rho_{отн}$, %. Измерения микротвердости (H_V) проводились на приборе ПМТ-3М с помощью алмазной пирамиды Виккерса при нагрузке 4,9 Н. Трещиностойкость (K_{IC}) определяли на твердомере ТП-7Р-1 (нагрузка 49 Н) и оценивали по методу Anstis.

После спекания керамика 3YSZ и композиты обладали достаточно высокой относительной плотностью, таблица 1, при этом добавление нановолокон практически не влияет на плотность при данных режимах спекания. На рисунке 1 представлены распределения значений микротвердости вдоль диаметра образцов, из которых видно, что для керамики ZrO₂, рисунок 1а, наблюдается однородное распределение микротвердости вне зависимости от режима спекания. Из графиков для композитов, рисунок 1б, видно, что

присутствуют участки с пониженной микротвердостью. Такие участки образуются вследствие наличия агломератов HB Al_2O_3 , которые представляют собой области с потенциально низкой скоростью консолидации, уплотнение которых при спекании затруднено. Тем не менее, у композитов есть области, где микротвердость (14,72 ГПа) выше, чем у керамики 3YSZ. Это объясняется достаточно хорошим распределением волокон, которые в свою очередь обладают большей микротвердостью.

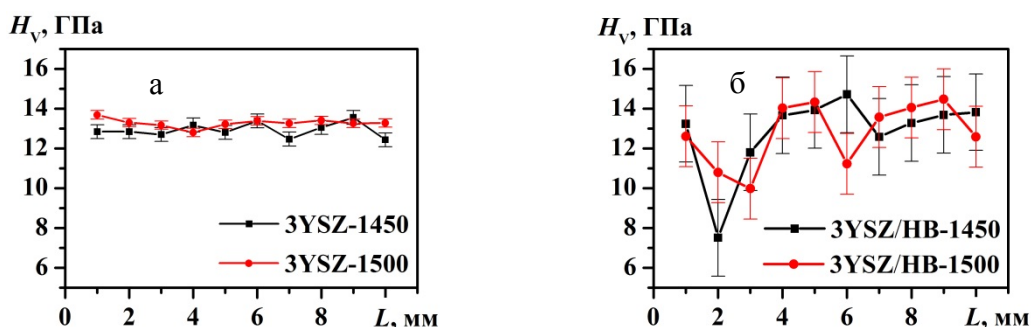


Рисунок 1 – Распределение микротвердости по диаметру образцов: а) диоксид циркония; б) композиты с HB Al_2O_3

Из таблицы 1 видно, что трещиностойкость композитов спеченных при 1450 °С и 1500 °С выше на 3% и 12% по сравнению с керамикой ZrO_2 спеченной при тех же условия. Повышение K_{IC} связано с отклонением траектории трещины, её разветвлению и как следствие повышению диссипации энергии при разрушении.

Таблица 1 – Свойства исследуемых образцов

Образец	$\rho_{отн}$, %	$H_v(ср)$, ГПа	K_{IC} , МПа·м ^{1/2}
3YSZ-1450	96,21	12,93 ± 0,35	4,94 ± 0,12
3YSZ-1500	98,63	13,28 ± 0,21	4,27 ± 0,16
3YSZ/HB-1450	97,22	12,82 ± 1,92	5,08 ± 0,49
3YSZ/HB-1500	97,53	12,76 ± 1,53	4,79 ± 0,45

Для значительного улучшения механических свойств композитов требуется более тщательное и длительное смешивание исходных компонентов в присутствии поверхностно-активных веществ.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-33-00763 мол_а.

Список литературы

1. Леонов А.А., Лю Х.Ц. Исследование размерных характеристик нанопорошка диоксида циркония // Высокие технологии в современной науке и технике: сборник научных трудов VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, Томск, 27-29 Ноября 2017. – Томск: ТПУ, 2017 – С. 72–73.
2. Леонов А.А. Получение композитных порошков ZrO_2 /ОУНТ и ZrO_2 /нановолокна Al_2O_3 // Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XIX Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых, Томск, 21-24 Мая 2018. – Томск: ТПУ, 2018 – С. 90–91.
3. Леонов А.А., Хасанов О.Л. Керамоматричный композит на основе диоксида циркония, армированный нановолокнами оксида алюминия // Третий Байкальский материаловедческий форум: материалы Всероссийской научной конференции с международным участием. Ч.1., Улан-Удэ, 9-15 Июля 2018. – Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2018 – С. 180–181.