

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Интерактивная доска – обучение дошкольников. // URL: <https://infourok.ru/statya-interaktivnaya-doska-obuchenie-doshkolnikov-3946635.html> (дата обращения 10.03.2020).
2. Ильина Наталья Юрьевна. Использование интерактивной доски на уроке математики // Социальная сеть работников образования nsportal.ru [Электронный ресурс]. – режим доступа: <https://nsportal.ru/shkola/obshchepedagogicheskie-tekhnologii/library/2014/03/27/ispolzovanie-interaktivnoy-doski-na>. (дата обращения: 10.03.2020).

Чжан Цзубан (Китай)

Томский политехнический университет, г. Томск

Научный руководитель: Толкачёв Олег Сергеевич, инженер

### **КЕРАМИЧЕСКИЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ И ОКСИДА АЛЮМИНИЯ**

#### Введение

Стабилизированный иттрием тетрагональный поликристаллический диоксид циркония (Y-TZP) благодаря уникальным механическим свойствам и биологической инертности находит широкое применение в медицине. Недостатком этого материала является его склонность к низкотемпературному разложению (Low Temperature Degradation «LTD») в присутствии влаги. LTD сопровождается переходом тетрагональной фазы  $ZrO_2$  в моноклинную. Фазовый переход наблюдается в довольно узком, но важном интервале температур: от комнатной температуры до 400 °С и приводит к снижению прочностных характеристик материала. [1]

Исследователи изучали чувствительность к старению керамики Y-TZP. Чувствительность Y-TZP к LTD зависит от нескольких факторов и включает размер зерна, тип и концентрацию стабилизатора, приложение или остаточное напряжение, а также образование кубической фазы. Кроме того, некоторые исследования показали, что добавление  $Al_2O_3$  положительно влияет на стойкость к LTD керамики Y-TZP. [2]

Материал:

Матрица: наноразмерный порошок стабилизированного иттрием диоксида циркония  $ZrO_2 + 3 \text{ мол. \% } Y_2O_3$  (Tosoh, TZ-3YS) Удельная поверхность  $S_{уд}=7 \text{ м}^2/\text{г}$

Наполнитель: нановолокнистый  $Al_2O_3$  (нановолокна марки Fibrall, OCSiAl, Россия) Удельная поверхность  $S_{уд}=90 \text{ м}^2/\text{г}$

Экспериментальные методики

Компостирование порошковых материалов осуществляли по схеме одноосного одностороннего прессования в стальной цилиндрической пресс-форме диаметром 10 мм при давлении 100 МПа. Масса навески оставляла 0,5 г.

Ранее было установлено, что введение метастабильных нановолокон  $Al_2O_3$  в состав Y-TZP сопровождается интенсификацией процесса спекания. Этот эффект в наибольшей степени демонстрируется составом с 1 % об.  $Al_2O_3$ . На рисунке 1 представлена зависимость относительной плотности от температуры спекания исходного Y-TZP и смеси. Свободное изотермическое спекание проводили на воздухе с постоянной скоростью изменения температуры  $200 \text{ }^\circ\text{C}/\text{ч}$  и выдержкой 1 ч.

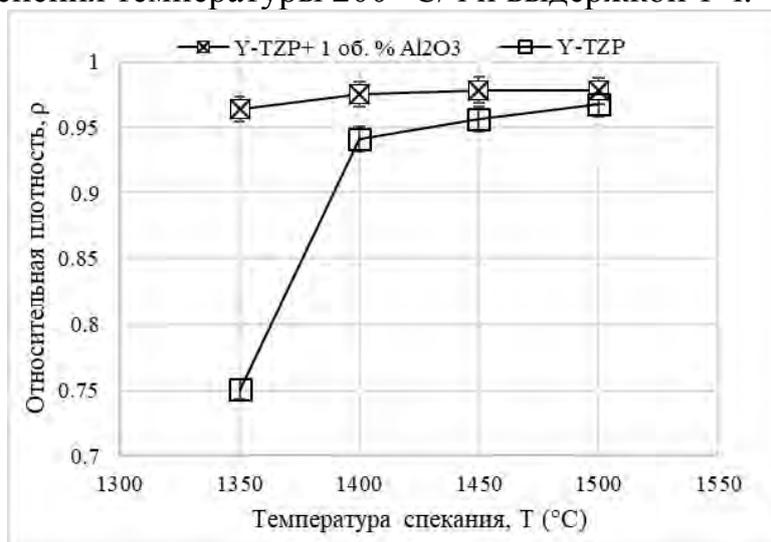


Рис. 1. Зависимость относительной плотности от температуры спекания исходного Y-TZP и смеси Y-TZP + 1 % об.  $Al_2O_3$

Результаты исследований и их обсуждение

Испытание керамики на стойкость к LTD проводили в соответствии с ГОСТ Р ИСО 6474-2-2014 с использованием соответствующего автоклава с водяным паром при температуре  $(134 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 10, 20, 30, 40 часов при давлении 0,2 МПа.

Содержание моноклинной фазы в образцах определяли с помощью рентгенофазового анализа по методике.

XRD измерения

Рентгенограммы (XRD) измеряли при комнатной температуре с использованием порошкового дифрактометра (модель RINT Ultima III, Rigaku, Япония) с монохроматическим  $\text{CuK}\alpha$ -излучением. Дифракционные картины для анализа Рейтвельда были получены в диапазоне  $2\theta = 20\text{--}80^\circ$  при размере шага  $0,04^\circ$  при времени счета 10 с на шаг. Доли тетрагональной (фт) и кубической фаз (fc) в спеченных телах определяли с использованием кода RIETAN-FP на основе метода Ритвельда. Для ас-спеченных тел Y-TZP анализ предполагал двухфазную смесь тетрагональной и кубической фаз для Y-TZP и ромбоэдрической фазы для  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , потому что отражения, приписанные моноклинной фазе в ас-спеченном Y-TZP, были не наблюдаются. Концентрация  $\text{Y}_2\text{O}_3$  в тетрагональной фазе определялась по изменению параметра решетки. Подробная процедура определения была описана в другом месте. [2]

Тетрагональная фаза превращается в моноклинную фазу во время теста LTD. Доля моноклинной фазы (fm) на поверхности образца была определена с помощью рентгеноструктурного анализа. Дифракционные картины измерялись в диапазоне  $2\theta 26\text{--}33^\circ$  с шагом шага  $0,02^\circ$  при скорости сканирования  $1^\circ/\text{мин}$ . Форма дифракционной линии соответствовала функции Пирсона VII. FM определяется с помощью уравнения.

$$f_m (\%) = \frac{I_m(11\bar{1}) + I_m(111)}{I_m((11\bar{1})) + I_m(111) + I_t(111) + I_c(111)} \times 100$$

где I - интегральная интенсивность, а индексы m, t и c обозначают моноклинный, тетрагональный и кубический соответственно.

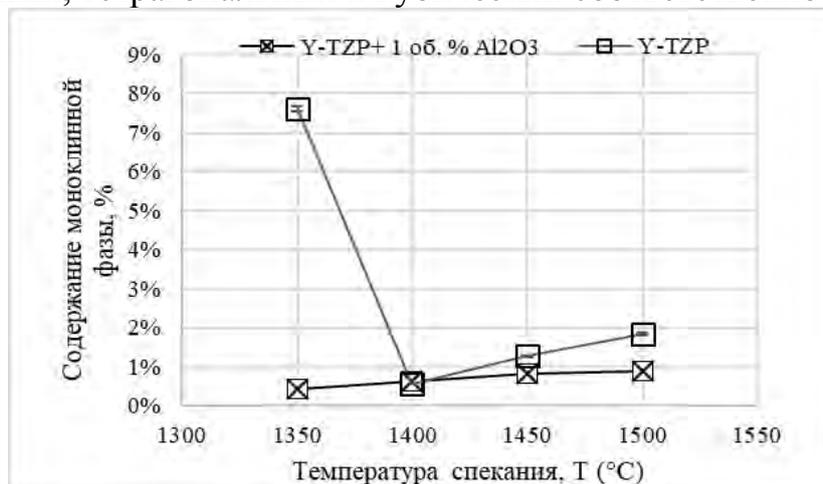


Рис. 2. Содержание моноклинной фазы после испытаний на стойкость к LTD в зависимости от температуры спекания после 10 часов гидротермального испытания

Исходный фазовый состав спечённых образцов соответствует тетрагональной фазе  $ZrO_2$ , кроме образца из исходного Y-TZP, спеченного при 1350 °С. В нем присутствует 4,8 % моноклинной фазы.

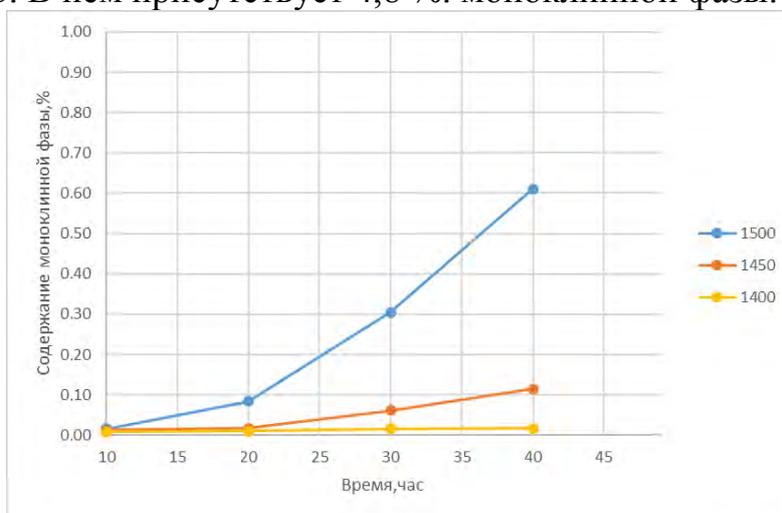


Рис. 3. Зависимость между содержанием моноклинной фазы после испытания на стойкость LTD и временем гидротермального испытания

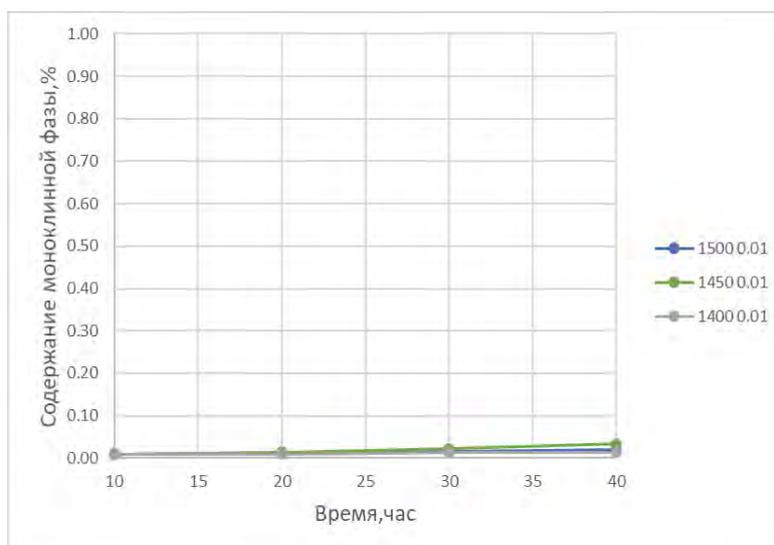


Рис. 4. Зависимость содержания моноклинной фазы от времени гидротермального испытания смеси Y-TZP + 1 % об.  $Al_2O_3$

#### Влияние наполнителя и температуры спекания на размер частиц

Получили микроскопические изображения керамики из диоксида циркония с помощью просвечивающего электронного микроскопа и измерили размер частиц Y-TZP и смеси Y-TZP + 1 % об.  $Al_2O_3$  при различных температурах спекания с помощью программного обеспечения для измерения Jmicrovision.

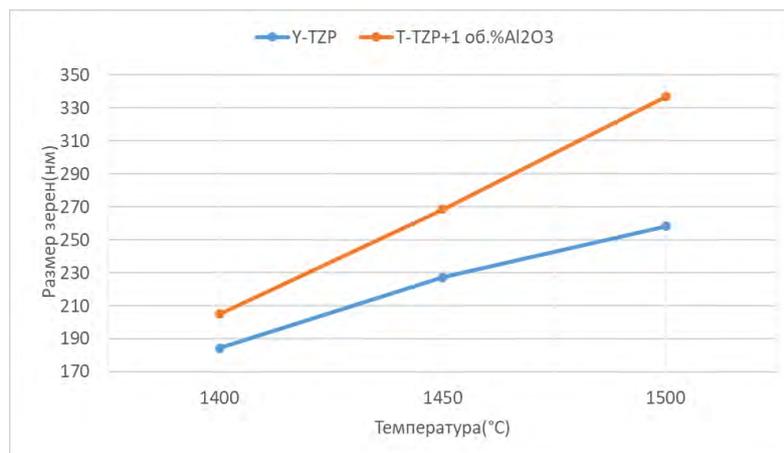


Рис.5. Зависимость размера зерен от температуры спекания исходного Y-TZP и смеси Y-TZP + 1 % об. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### Заключение

Добавление 1%об. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> эффективно задерживало превращение  $t \rightarrow m$  и ухудшение механических свойств при старении. Кроме того, температура спекания оказала значительное влияние на устойчивость к старению 3Y-TZP. Стойкость к старению 3Y-TZP быстро снижается с увеличением температуры спекания, особенно для контрольной группы, в которой нет добавления Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Температура спекания оказывает существенное влияние на размер зерна 3Y-TZP. Размер зерна 3Y-TZP быстро увеличивается с увеличением температуры спекания, кроме того, добавление 1% об. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> также может увеличить размер зерна.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhi-kaiWu, NingLi, ChaoJian, Wan-qianZhao, Jia-zhenYan Low temperature degradation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-doped 3Y-TZP sintered at various temperatures/ [электронный ресурс]. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884213002265>
2. M.M.R. Boutz, A.J.A. Winnubst, B.V. Langerak, R.J.M.O. Scholtenhuis, K. Kreuwel, A.J. Burggraaf / The effect of ceria co-doping on chemical stability and fracture toughness of Y-TZP J. Mater. Sci., 30 (1995), pp. 1854-1862