



КЕРАМИКА ИЗ НАНОПОРОШКА ОКСИДА МАГНИЯ: СОЗДАНИЕ И СВОЙСТВА

CERAMICS OF MAGNESIUM OXIDE NANOPOWDER: PREPARATION AND PROPERTIES

УДК 666.3

В.Лысенко*, д.ф.-м.н. / vl@itam.nsc.ru
V.Lysenko* D.Sc.

С помощью метода электроискрового спекания (spark plasma sintering, SPS) на основе наноразмерного порошка оксида магния создана плотная и прочная керамика с микротвердостью до 13 ГПа.

The dense and durable ceramics with microhardness up to 13 GPa was created on the basis of nanopowder of magnesium oxide with use of spark plasma sintering (SPS).

Одним из направлений нанотехнологий является создание керамики из наноразмерных порошков, в которой удастся сохранить очень малые размеры зерна. Известно, что чем меньше размер зерен и чем сильнее развита зернистая структура, тем прочнее и тверже керамика. Вместе с тем, в нанопорошках, используемых для получения керамики, существуют устойчивые трудноразрушаемые агломераты наночастиц [1], что требует применения нестандартных методов компактирования, например, метода горячего прессования.

Современное состояние исследований создания нанокерамики из различных нанопорошков достаточно полно отображено в работах [2–4] и других, в том числе автора [5–17]. На очередном этапе целесообразно исследовать керамику из нанопорошка оксида магния.

Оксид магния применяется в производстве высококачественной керамики в качестве добавки в химическое сырье, для создания огнеупорных волокон и огнеупорных материалов, в производстве бумаги, в качестве присадки к топливу, в производстве фунгицидов, в электронике и оптике, для очистки нефтепродуктов, в медицине и фармацевтике, в качестве наполнителя в производстве резины, как очень мелкий абразив для очистки поверхностей (в частности, в электронной промыш-

ленности), в качестве защитного покрытия для плазменных дисплеев. Целью настоящей работы было создание из нанодисперсного порошка оксида магния плотной и твердой керамики с помощью метода SPS.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ УСЛОВИЯ

В исследовании использовался нанопорошок оксида магния MgO производства российской фирмы "ПлазмоТерм" (порошки синтезируются в потоке термической плазмы, генерируемой в электрическом разряде). На рис.1 приведена электронная микроскопия этого нанопорошка.

Средний размер частиц исходного полидисперсного порошка составлял $d = 25$ нм, а удельная поверхность была $S = 60$ м²/г. Функция распределения частиц по размерам близка к логарифмически нормальной. Другие свойства порошка: CAS номер 1309-48-4; чистота 99,6%; белый цвет; сферическая форма частиц; взрыво- и пожаробезопасность.

Спекание порошка проводилось на установке Labox компании Sinter Land (Япония) в Институте гидродинамики им. М.А.Лаврентьева СО РАН методом SPS (горячее прессование с использованием спекающей искровой плазмы), когда импульсы электрического тока проходят через заранее спрессованный порошок. В данных экспери-

* Институт теоретической и прикладной механики им. С.А.Христиановича СО РАН / Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics of SB RAS.

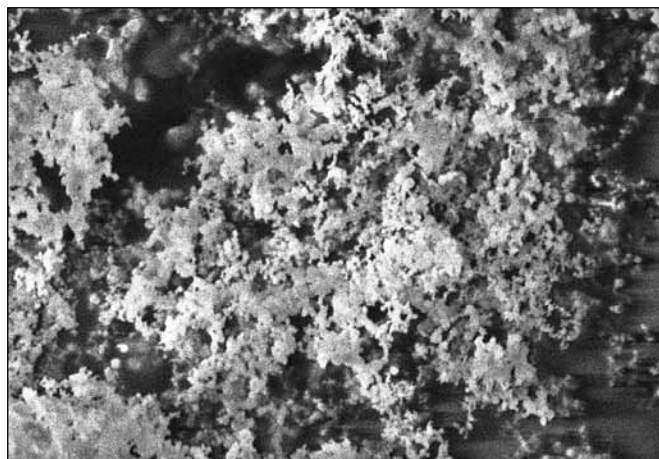


Рис.1. Электронная микроскопия исходного нанопорошка оксида магния

Fig.1. Electron microscopy of the initial magnesium oxide nanopowder

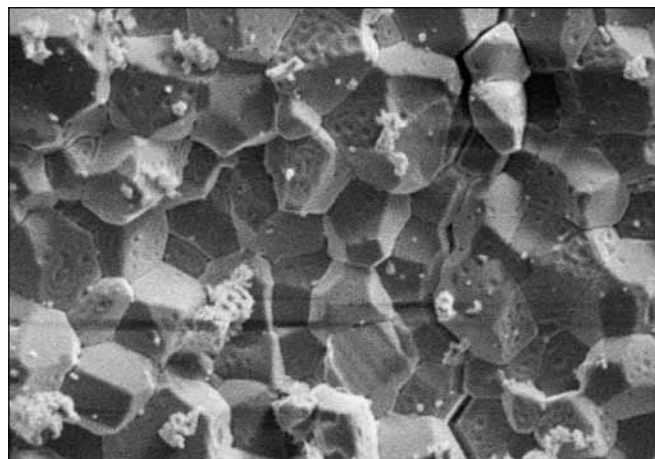


Рис.2. Электронная микроскопия скола керамики, спеченной при $T_{max}=1500^{\circ}\text{C}$

Fig.2. Electron microscopy of the chip of the ceramics, sintered at $T_{max}=1500^{\circ}\text{C}$

ментах сила тока достигала 2 кА при напряжении 3–4 В. Основным отличием SPS от традиционного прессования (при последовательных прессованиях и спекании) является подведение импульсного электрического тока непосредственно к образцу, что способствует быстрому нагреву порошка и сохранению в

значительной степени его микроструктурных параметров в консолидированном материале. Прессование проводилось при максимальных температурах 1500°C и 1600°C и давлении 40 МПа. Скорость нагрева обычно составляла 100°C/мин, выдержки при максимальной температуре не было.

The creation of ceramics using nanosized powders with preservation of very small grain size is one of the areas of nanotechnology. It is known that the smaller the grain size is and the stronger the granular structure is developed, the stronger and harder ceramics is. However, the nanopowders for ceramics manufacturing contain stable agglomerates of the nanoparticles [1], which require non-standard methods of compaction, such as hot compression.

Current state of researches in the field of creation of nanoceramics with the use of different nanopowders is adequately represented in the papers [2–4] and others, including papers of the author [5–17]. At the next

stage, it is advisable to study the ceramic of magnesium oxide nanopowder.

Magnesium oxide is used in the production of high-quality ceramics as an additive in raw materials, in creation of refractory fiber and materials, in paper production, as a fuel additive, in the manufacture of fungicides, in electronics and optics, for cleaning oil, in medicine and pharmaceuticals, as a filler in rubber production, as a very fine abrasive for cleaning surfaces (in particular, in electronics industry), as a protective coating for plasma displays. The aim of this study was the creation of dense and hard ceramics using the SPS and nanopowder of magnesium oxide.

EXPERIMENTAL CONDITIONS

The nanopowder of magnesium oxide MgO produced by Russian company "PlasmoTerm" (powders are synthesized in thermal plasma flow generated in an electrical discharge) was used in the study. Fig. 1 shows electron microscopy of this nanopowder.

The average particle size of the initial polydisperse powder was $d=25$ nm, and specific surface area was $S=60$ m²/g. Distribution of particle sizes was close to log-normal. Other properties of the powder: CAS number is 1309-48-4; purity of 99.6%; white color; spherical particle shape; explosion- and fire-safe.

The sintering of the powder was carried out using the



Микротвердость всех образцов керамики определялась с помощью микротвердомера ПМТ-3. На электронном сканирующем микроскопе ZEISS EVO-50WDS-XVP-BU в ИТПМ СО РАН исследовались сколы керамики после напыления на них слоя золота. Рентгенография полученной керамики проводилась с помощью дифрактометра HZG-4.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Диаметр и толщина полученных образцов керамики составляли соответственно 10 мм и 1,2–1,5 мм, а плотность керамики – 2,9 г/см³.

Рентгенографическое исследование полученной керамики показало, что образец является периклазом (оксидом магния) MgO (87–651) с кубической структурой, пространственной группой Fm-3m (No. 225) и размером решетки $a = 4,216 \text{ \AA}$.

На рис.2 приведена сканирующая электронная микроскопия скола керамики при $T_{\max} = 1500^\circ\text{C}$. Видно, что размер зерен составляет порядка 10 мкм, и с помощью метода SPS создана плотная керамика. Полученная при $T_{\max} = 1600^\circ\text{C}$ керамика имеет высокую микротвердость $H_v = 12,4 \text{ ГПа}$.

Таким образом, с помощью метода электроискрового спекания на основе наноразмерного порошка оксида магния создана плотная и прочная керамика с микротвердостью до 13 ГПа.

Работа выполнена при поддержке СО РАН (проект III.23.4.1). Автор выражает благодарность А.Г.Анисимову, В.И.Мали, В.А.Емелькину, Г.А.Позднякову и Д.В.Корнееву за помощь в работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Анциферов В.Н., Перельман В.Е. Механика процессов прессования порошковых и композиционных материалов. – М., 2001. С. 175–202.
2. Физикохимия ультрадисперсных систем (ред. В.Ф.Петрунин). Тезисы V Всероссийской конференции, 9–13 октября 2000 г., Екатеринбург. – М.: МИФИ, 2000. 420 с.
3. Nanoparticles, Nanostructures & Nanocomposites, Topical meeting of the European Ceramics Society, July 5–7, 2004, St. Peterburg. Book of Abstracts // VVM. St. Peterburg, 2004, 216 p.
4. Nanostructures: Physics and Technology. Proceedings of 16th International Symposium, June 25–29, 2007, Novosibirsk // Ioffe Institute. St. Peterburg, 2007, 370 p.

Sinter Land Labox equipment at the Lavrentyev Institute of Hydrodynamics SB RAS by spark plasma sintering, when the pulses of electric current pass through the pre-compacted powder. In these experiments the current was up to 2 kA at a voltage of 3–4 V. The main difference between SPS and traditional pressing (consecutive compression and sintering) is bringing the pulse electric current directly to the sample that contributes to the rapid heating of the powder and preservation of its microstructural parameters in the consolidated material. The compression was carried out at maximum temperatures of 1500°C and 1600°C and at pressure of 40 MPa. The heating rate was typically 100°C/

min (no holding at maximum temperature).

The microhardness of all ceramic samples was determined using PMT-3 microhardness tester. Using the electronic scanning microscope ZEISS EVO-50WDS-XVP-BU in ITAM SB RAS the chips of the ceramics after deposition of a gold layer were studied. HZG-4 diffractometer was used for roentgenography of obtained ceramics.

RESULTS AND CONCLUSIONS

The diameter and thickness of obtained samples of ceramics were of 10 mm and of 1.2–1.5 mm respectively, and the density of ceramics was of 2.9 g/cm³.

Roentgenography of obtained ceramics showed that the sample is periclase (magnesium oxide) MgO (87–651) with a cubic

structure, space group of Fm-3m (No. 225) and the lattice size $a = 4,216 \text{ \AA}$.

Fig.2 shows scanning electron microscopy of the chip of ceramics with $T_{\max} = 1500^\circ\text{C}$. It is seen that the grain size is about 10 μm, and the dense ceramics was created using SPS. Ceramics obtained at $T_{\max} = 1600^\circ\text{C}$ has a high microhardness $H_v = 12.4 \text{ GPa}$.

Thus, a dense and strong ceramics with microhardness up to 13 GPa was created on the basis of nanopowder of magnesium oxide with use of spark plasma sintering. ■

The project is supported by SB RAS (project III.23.4.1). The author expresses gratitude to A. Anisimov, V. Mali, V. Emelkin, G. Pozdnyakov and D. Korneev for help.



5. **Лысенко В.И.** Керамика из нанопорошка оксида цинка. Получение, структура, свойства // Наноиндустрия. 2013. № 1. С. 38–40.
6. **Бардаханов С.П., Лысенко В.И., Номоев А.В., Труфанов Д.Ю.** Создание керамики из нанопорошков диоксида кремния // Физика и химия стекла. 2008. Т. 34. № 4. С. 665–667.
7. **Бардаханов С.П., Лысенко В.И., Малов А.Н., Маслов Н.А., Номоев А.В.** Структура и свойства керамики на основе нанодисперсных порошков оксида гадолиния и оксида иттрия // Физическая мезомеханика. 2008. Т. 11. № 5. С. 111–114.
8. **Бардаханов С.П., Лысенко В.И., Номоев А.В., Труфанов Д.Ю., Фокин А.В.** Получение керамики из нанопорошка закиси меди и ее свойства // Вопросы материаловедения. 2010. № 3(63). С. 82–85.
9. **Бардаханов С.П., Ким А.В., Лысенко В.И., Номоев А.В., Труфанов Д.Ю., Буянтуев М.Д., Базарова Д.Ж.** Свойства керамики, полученной из нанодисперсных порошков // Неорганические материалы. 2009. Т. 45. № 3. С. 379–384.
10. **Бардаханов С.П., Ким А.В., Лысенко В.И., Маслов Н.А., Номоев А.В., Рожин И.А., Труфанов Д.Ю.** Структура и свойства нанокерамики на основе порошка оксида алюминия // Наноиндустрия. 2009. Т. 14. № 2. С. 22–25.
11. **Бардаханов С.П., Емелькин В.А., Лысенко В.И., Номоев А.В., Труфанов Д.Ю.** Получение и свойства керамики из нанопорошка диоксида циркония // Физика и химия стекла. 2009. Т. 35. № 5. С. 710–714.
12. **Лысенко В.И., Анисимов А.Г., Мали В.И., Емелькин В.А.** Микротвердость керамики на основе различных нанопорошков оксида алюминия, полученной разными методами // Неорганические материалы. 2014. Т. 50. № 5. С. 577–580.
13. **Лысенко В.И., Анисимов А.Г., Мали В.И.** Микротвердость керамики из нанопорошков оксидов, полученной традиционным и SPS методами // Стекло и керамика. 2014. № 12. С. 15–17.
14. **Лысенко В.И.** Керамика из нанопорошка диоксида олова: создание и свойства // Наноиндустрия. 2015. № 4. С. 68–71.
15. **Lysenko V.I.** Different-oxides nanoceramics microhardness // Proceedings of the International Conference on Nanoscience and Nanotechnology (ICNSN-2014), August 12–13, 2014, Colombo, Sri Lanka, Colombo: ТПКМ, p. 20.
16. **Lysenko V.** Different-oxides nanoceramics microhardness // International Journal of Nanoscience, 2014, v. 13, No. 4, pp. 1440003-1, 1440003-6.
17. **Lysenko V.** Microhardness of different-oxides nanoceramics // World Congress and Expo on Nanotechnology and Materials Science, April 13–15, 2015, Dubai, UAE. Madhapur: Scientific Future Group, 2015, p. 241.


ТЕХНОСФЕРА

Рекламно - издательский центр

Дорогие читатели, по многочисленным просьбам мы, АО "РИЦ "ТЕХНОСФЕРА", создали странички в социальных сетях (VK, FB), а также рассылку новостей нашего издательства на популярном сервисе Subscribe. Присоединяйтесь!

Невозможно оставаться на месте, когда весь мир стремительно летит вперед и развивается. Сегодня наличие аккаунта в социальной сети просто необходимо, чтобы взаимодействовать, обмениваться между собой новостями и актуальной информацией. Если вам есть, что сообщить миру – это нужно делать прямо сейчас! Мы

ИЗДАТЕЛЬСТВО "ТЕХНОСФЕРА" В СОЦСЕТЯХ

создали сообщества в таких популярных сетях, как Facebook, Вконтакте. Каждая группа является официальным представительством АО "РИЦ "ТЕХНОСФЕРА", в них вы можете ознакомиться с наиболее актуальными научно-техническими новостями, узнать о книжных новинках и обсудить новые выпуски наших журналов.

Также вы можете подписаться на нашу рассылку в Subscribe и получать уникальные статьи и материалы, которые не всегда попадают в печатные версии издания, подробные отчеты с выставок, интервью с деятелями науки и бизнеса.


fb.com/technospheramag

vk.com/technospheramag

subscribe.ru/catalog/socio.science.scientechnewsts