



КЕРАМИКА ИЗ НАНОПОРОШКА ОКСИДА МЕДИ, СОЗДАННАЯ SPS-МЕТОДОМ

CERAMICS CREATED BY THE SPS-METHOD FROM COPPER-OXIDE NANOPOWDER

В.И.Лысенко*, д.ф.-м.н., вед. науч. сотр., (ORCID: 0000-0003-0209-6299) / vl@itam.nsc.ru
V.I.Lysenko*, Leading Researcher, Doct. of Sci. (Physics and Mathematics)

DOI: 10.22184/1993-8578.2021.14.2.132.134

Получено: 14.12.2020 г.

С помощью метода электроискрового спекания (SPS) на основе наноразмерного порошка оксида меди создана мелкозернистая керамика, более твердая (с микротвердостью 7,1 ГПа), чем керамика, полученная традиционным способом.

Fine-grained ceramics based on copper oxide nanopowder was prepared using spark plasma sintering (SPS) method. It is harder (with microhardness of 7.1 GPa) than ceramics obtained by the conventional method.

ВВЕДЕНИЕ

Одной из важнейших задач в нанотехнологиях является создание керамики, получаемой из наноразмерных порошков, в которой удастся сохранить очень малые размеры зерна. Известно, что чем меньше размер зерен керамики и чем больше развиты зернистая структура, тем прочнее и тверже керамика. Однако в нанопорошках, используемых для получения керамики, существуют устойчивые трудноразрушаемые агломераты наночастиц [1], для разрушения которых нужны нестандартные методы компактирования (например, метод горячего прессования).

Современное состояние исследований по нанокерамике, созданной из различных нанопорошков, достаточно хорошо отражено в работах [2, 3] и других, в том числе автора [4–11].

В данной работе исследуется керамика, созданная из нанопорошка оксида меди.

Нанооксид меди является широко используемым материалом. Его применяют как химический катализатор и катализатор горения ракетного топлива. Кроме того, этот материал используют в сверхпроводящих и термоэлектрических материалах, а также в качестве пигмента для стекол, керамики и глазури. Применяется оксид меди и в антикоррозионных покрытиях, он входит в состав различных красок, не позволяющих обрастать подводным частям морских и речных судов. Используется

в электротехнической промышленности. Кроме этого, наноразмерные медьсодержащие порошки придают традиционным медицинским материалам эффективные биоцидные свойства и пригодны для создания материалов медицинского или иного назначения (лаки, краски и др.), обладающих антибактериальными свойствами [12].

Целью работы было получение керамики из нанопорошка оксида меди методом SPS (Spark Plasma Sintering), проведено исследование полученной керамики и сравнение ее свойств с характеристиками керамики, полученной ранее традиционным способом (при сухом прессовании с несколькими циклами "нагрузка-разгрузка" и последующим спеканием).

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ И РЕЗУЛЬТАТЫ

Микротвердость керамических образцов, полученных ранее традиционным способом, при $T_{\max} = 800^\circ\text{C}$ составляла 6,5 ГПа.

В проведенных экспериментах использовался порошок, созданный российской фирмой "ПлазмоТерм" (порошки синтезируются в потоке термической плазмы, генерируемой в электрическом разряде) со средним размером сферических частиц 80 нм и удельной поверхностью $S_{\text{уд}} = 20 \text{ м}^2/\text{г}$. Номер CAS 1317-38-0, чистота 99+%, цвет – черный.

Фазовый состав: смесь окиси меди CuO и закиси меди Cu_2O . Порошок полидисперсный. Функция

* Институт теоретической и прикладной механики, г. Новосибирск / Institute of Theoretical and Applied Mechanics, Novosibirsk.



распределения частиц по размерам близка к логарифмически нормальной.

На рис.1 приведена фотография образца исходного нанопорошка оксида меди, полученная методом электронной микроскопии.

В настоящей работе спекание проводилось на установке Labox "Sinter Land" ИГиЛ СО РАН методом электроискрового спекания (горячего прессования с использованием спекающей искровой плазмы) SPS, при котором импульсы электрического тока проходят через заранее спрессованный порошок (в данных экспериментах сила тока достигала 2 кА при поданном 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 максимальной температуре $T_{\max} = 900^\circ\text{C}$ и давлении 40 МПа. Скорость нагрева составляла $100^\circ/\text{мин}$, выдержка образцов при максимальной температуре не проводилась.

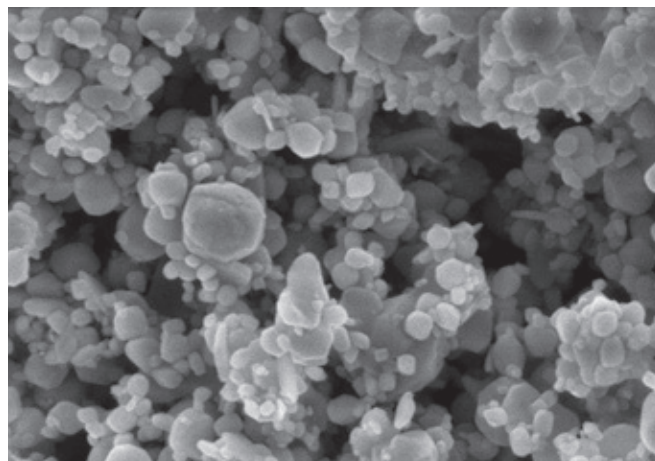


Рис.1. Электронная микроскопия исходного нанопорошка оксида меди

Fig.1. Electron microscopy of the initial CuO nanopowder

На электронном сканирующем микроскопе ZEISS EVO-50WDS-XVP-BU ИТПМ СО РАН исследовались сколы керамики после напыления на них слоя золота. Микротвердость всех образцов керамики исследовалась с помощью микротвердомера ПМТ-3.

INTRODUCTION

One of the most important tasks in nanotechnologies is to develop ceramics from nanosized powders where it is possible to preserve very small grain sizes. It is well known that the smaller the ceramics grain size and the more developed the granular structure, the stronger and harder is the ceramics. However, nanopowders used to prepare ceramics contain stable hard-to-break agglomerates of nanoparticles [1], which require non-standard compacting methods (for example, hot pressing). The current state of research in the field of nanoceramics prepared from various nanopowders is sufficiently shown in [2, 3] and others, including the author's works [4–11].

This paper is devoted to research of the ceramics obtained from copper oxide nanopowder.

Copper nanooxide is a widely used material. It is applied as a chemical and propellant fuel combustion

catalyst. Besides, copper oxide is used in superconducting and thermoelectric materials and also as a dye for glasses, ceramics and enamels. Moreover, this material is applied in anti-corrosion coatings, various anti-fouling paints preventing biofouling of sea and river vessel hulls. Copper oxide is used in electrical industry. In addition, nanosized copper-containing powders impart effective biocidal properties to traditional medicinal materials and are suitable for creating materials of medical or other applications (varnishes, paints, etc.) with antibacterial properties [12].

The aim of this work was to obtain ceramics from copper oxide nanopowder by the SPS (Spark Plasma Sintering) method. The obtained ceramics were studied and their properties compared with the characteristics of ceramics obtained earlier by the traditional method (dry pressing with several load-unloading cycles and subsequent sintering).

EXPERIMENTAL METHODS AND RESULTS

Microhardness of ceramic samples obtained earlier by the traditional method is equal to 6.5 GPa at $T_{\max} = 800^\circ\text{C}$.

In the experiments we used a powder created by the Russian company "PlasmoTerm" (powders are synthesized in a thermal plasma flow generated in an electric discharge) with an average size of spherical particles of 80 nm and a specific surface area $S_{\text{уд}} = 20 \text{ m}^2/\text{g}$. CAS number is 1317-38-0, purity is 99+%, black color.

Phase composition: a mixture of copper oxide CuO and copper oxide Cu_2O . Polydisperse powder. The particle size distribution function is close to logarithmic-normal.

Figure 1 shows a photograph of the initial copper oxide nanopowder sample obtained by electron microscopy.

In this work, sintering was carried out on a Labox "Sinter Land"



Согласно данным рентгенофазового анализа, в полученной керамике преобладала фаза окиси меди CuO.

В результате спекания методом горячего прессования из наноразмерного порошка оксида меди была получена керамика с мелкозернистой структурой, средний размер частиц которой не превышал 100 нм.

Микротвердость полученной керамики ($H_v = 7,1$ ГПа) оказалась несколько выше, чем у керамики, полученной традиционным способом (с $H_v = 6,5$ ГПа).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Анциферов В.Н., Перельман В.Е. Механика процессов прессования порошковых и композиционных материалов. М., 2001. С. 175–202.
2. 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.
3. Nanostructures: Physics and Technology. Proceedings of 16th International Symposium, June 25–29, 2007, Novosibirsk // Ioffe Institute. St. Peterburg, 2007. 370 p.
4. Лысенко В.И. Керамика из нанопорошка диоксида олова: создание и свойства // НАНОИНДУСТРИЯ. 2015. № 4. С. 68–71.
5. Лысенко В.И. Создание и свойства керамики из нанопорошка оксида ниобия // Физика и химия стекла. 2016. Т. 42. № 5. С. 109–112.
6. Лысенко В.И. Керамика из нанопорошка оксида магния: создание и свойства // НАНОИНДУСТРИЯ. 2016. № 4. С. 94–97.
7. Лысенко В.И. Создание и свойства керамики из нанопорошка оксида вольфрама // НАНОИНДУСТРИЯ. 2017. № 3. С. 68–71.
8. Лысенко В.И. Создание и свойства керамики из нанопорошка оксида кобальта // Стекло и керамика. 2017. № 4. С. 15–16.
9. Лысенко В.И. Керамика из нанопорошка оксида хрома: создание и свойства // Физика и химия стекла. 2018. Т. 44. № 3. С. 263–266.
10. Лысенко В.И. Керамика из нанопорошка диоксида титана: создание методом SPS и свойства // НАНОИНДУСТРИЯ. 2019. Т. 12. № 5(91). С. 246–249.
11. Лысенко В.И. Создание керамики из нанопорошка диоксида циркония методом SPS и ее свойства // НАНОИНДУСТРИЯ. 2020. Т. 13. № 1(94). С. 40–43.
12. Гарасько Е.В., Парфенюк В.И., Тесакова М.В., Чуловская С.А. Применение наноразмерных медьсодержащих порошков в качестве эффективных биоцидных препаратов // Известия вузов. Химия и химическая технология. 2008. Т. 51. № 10. С. 116–119.

Декларация о конфликте интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.

facility of the Lavrentyev Institute of Hydrodynamics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences by the electrospark sintering (hot pressing using a sintering spark plasma) SPS method, in which electric current pulses pass through a pre-compressed powder (in these experiments, the current reached 2 kA at voltage of 3–4 V).

The main difference between SPS and traditional pressing (sequential pressing and sintering) is the supply of a pulsed electric current directly to the sample, which contributes to the rapid heating of the powder and the preservation to a large extent of its microstructural parameters in

the consolidated material. Pressing was carried out at a maximum temperature $T_{max} = 900$ °C and a pressure of 40 MPa. The heating rate was 100° / min, and the samples were not kept at the maximum temperature.

On a ZEISS EVO-50WDS-XVP-BU scanning electron microscope of the ITAM SB RAS, ceramic chips were studied after a gold layer was deposited on them. The microhardness of all ceramic samples was investigated using a PMT-3 microhardness tester.

According to the data of X-ray phase analysis, the copper oxide CuO phase predominated in the obtained ceramics.

As a result of sintering by hot pressing from a nanosized copper oxide powder, a ceramic with a fine-grained structure was obtained, the average particle size of which did not exceed 100 nm.

The microhardness of the obtained ceramics ($H_v = 7.1$ GPa) turned out to be somewhat higher than that of the ceramics obtained by the traditional method (with $H_v = 6.5$ GPa). ■

Declaration of Competing Interest. The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

26–29.10.2021

www.chemistry-expo.ru



24-я международная
выставка химической
промышленности
и науки

ХИМИЯ

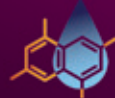
ХИМИЯ

Генеральный
информационный
партнер:

ЦЕНОВОЕ АГЕНТСТВО
ЖИМ
КУРЬЕР
www.chem-courier.com
КОНФЕРЕНЦИИ



Инновации
и современные
материалы



Нефтегазохимия



Startup ChemZone



Автоматизация
и цифровизация
производства



Химмаш. Насосы



Хим-Лаб-Аналит



Зеленая химия



Индустрия пластмасс



Защита от коррозии
«КОРРУС»

При поддержке:

- Министерства промышленности и торговли РФ
- ФГУП «НТЦ «Химвест»
- Российского Союза химиков
- ОАО «НИИТЭХИМ»
- Российского химического общества им. Д.И. Менделеева
- Химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова
- РХТУ им. Д.И. Менделеева

Под патронатом ТПП РФ

12+

Реклама



Организатор:

