Получено: 6.04.2023 г. | Принято: 10.04.2023 г. | DOI: https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.3-4.204.207
Научная статья

СОЗДАНИЕ ТВЕРДОЙ КЕРАМИКИ ИЗ НАНОПОРОШКА ОКСИДА ИТТРИЯ С ПОМОЩЬЮ SPS-МЕТОДА

В.И.Лысенко[1], д.ф.-м.н., вед. науч. сотр., *ORCID: 0000-0003-0209-6299* / ***vl@itam.nsc.ru***

Аннотация. С помощью метода электроискрового спекания (ЭИС) на основе наноразмерного порошка оксида иттрия создана мелкозернистая (порядка 1 мкм), плотная, прочная керамика с микротвердостью вплоть до 18 ГПа.

Ключевые слова: электроискровое спекание, нанопорошок, керамика, оксид иттрия

Для цитирования: В.И. Лысенко. Создание твердой керамики из нанопорошка оксида иттрия с помощью SPS-метода. НАНОИНДУСТРИЯ. 2023. Т. 16, № 3–4. С. 204–207. https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.3-4.204.207.

Received: 6.04.2023 | Accepted: 10.04.2023 | DOI: https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.3-4.204.207
Original paper

PREPARING OF SOLID CERAMICS FROM YTTRIUM OXIDE NANOPOWDER BY SPS METHOD

V.I.Lysenko[1], Doct. of Sci. (Physics and Mathematics), Leading Researcher, *ORCID: 0000-0003-0209-6299* / ***vl@itam.nsc.ru***

Abstract. Strong fine-grained ceramics (about 1 μm) based on yttrium oxide nanopowder was prepared using spark plasma sintering (SPS) method. It has microhardness of 2.1 GPa.

Keywords: spark plasma sintering, nanopowder, ceramics, yttrium oxide

For citation: V.I. Lysenko. Preparing of solid ceramics from yttrium oxide nanopowder by SPS method. NANOINDUSTRY. 2023. V. 16, no. 3–4. PP. 204–207. https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.3-4.204.207.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время уже достаточно хорошо изучено, что наблюдаемые и измеряемые отличия между нанокристаллическими и крупнозернистыми материалами в упругих, демпфирующих, прочностных, тепловых, электрических, магнитных, диффузионных и прочих свойствах обусловлены не только малым размером зерен в таких нанокристаллических материалах, но

INTRODUCTION

The differences between nanocrystalline and coarse grained materials in elastic, damping, strength, thermal, electrical, magnetic and diffusion properties are not only due to the small grain size in nanocrystalline materials, but also to the special surface state or their grain boundaries [1].

One of the future paths of nanotechnology is development of ceramics produced from nanoscale

[1] Институт теоретической и прикладной механики, г. Новосибирск, Россия / Institute of Theoretical and Applied Mechanics, Novosibirsk, Russia

и особым состоянием поверхности получаемых материалов или границ зерен в них [1].

Одним из направлений нанотехнологий является создание керамики, получаемой из наноразмерных порошков, в которой удается сохранить очень малые размеры зерна. Предполагается, что нанокерамика будет обладать не только свойствами керамики, полученной из крупнозернистых материалов, но и некоторыми уникальными характеристиками (например, сверхпластичностью [2]).

Известно, что чем меньше размер зерен керамики и чем больше развита зернистая структура, тем прочнее и тверже керамика. Вместе с тем в нанопорошках, используемых для получения керамики, существуют устойчивые трудноразрушаемые агломераты наночастиц [3], что требует применения нестандартных методов компактирования (например, метода горячего прессования).

Современное состояние исследований по нанокерамике, созданной из различных нанопорошков, достаточно хорошо отображено в работах [4–6] и других, в том числе автора [7–10].

В работе исследуется керамика, созданная из нанопорошка оксида иттрия.

Сфера применения материалов на основе оксидов иттрия и других редкоземельных элементов постоянно расширяется, причем в направлениях, определяющих технический прогресс (сплавы с уникальными свойствами, ядерная энергетика, электроника и др.).

Целью настоящей работы было создание с помощью метода SPS из нанодисперсного порошка оксида иттрия плотной и твердой керамики с мелкозернистой (порядка микрона) структурой.

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ

В качестве исходного использовался порошок оксида иттрия со средним размером частиц 32 нм и химической чистотой 99%, получаемый испарением сырьевых материалов на ускорителе электронов с последующей конденсацией вещества в виде нанодисперсных частиц [11].

На рис.1 представлены результаты просвечивающей электронной микроскопии порошка оксида иттрия.

Для этого порошка спекание проводилось на установке Labox "Sinter Land" ИГиЛ СО РАН методом электроискрового спекания (горячего прессования с использованием спекающей искровой плазмы) (Spark Plasma Sintering, SPS), когда 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

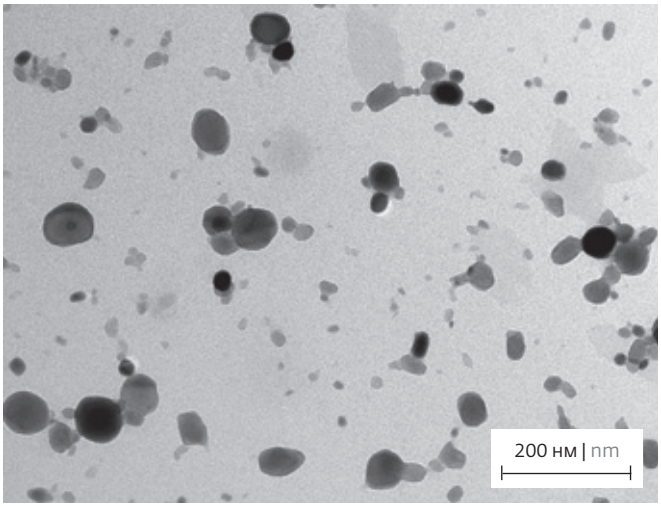

Рис.1. Электронная микроскопия исходного нанопорошка оксида иттрия

Fig.1. Electron microscopy of initial yttrium oxide nanopowder

powders in which very small grain sizes can be retained. It is expected that nanoceramics will not only have the ceramics properties obtained from coarse-grained materials, but also some unique ones (such as superplasticity [2]).

It is known that the smaller grain size of ceramics and the more developed grain structure, the stronger and harder ceramics are. At the same time, in nanopowders used for production of ceramics, there are stable agglomerates of nanoparticles which are difficult to break [3], which requires the use of non-standard methods of compaction (for example, hot pressing method).

The current state of research on nanoceramics made from different nanopowders is well documented in [4–6] and others, including the author [7–10].

This work is to study ceramics made of yttrium oxide nanopowder.

The application field of materials based on yttrium oxide and other rare-earth elements is constantly expanding, and in the areas that determine technical progress (alloys with unique properties, nuclear energy, electronics, etc.).

The aim of this work was to use the SPS method to produce dense and hard yttrium oxide nanodisperse powders with a fine-grained (micron-sized) structure.

DESCRIPTION OF EXPERIMENTAL CONDITIONS

Yttrium oxide powder with an average particle size of 32 nm and chemical purity of 99%, obtained by evaporation of raw materials in an electron accelerator, followed by condensation of the substance in the form of nanodispersed particles [11], was used as a starting point.

Figure 1 shows the results of transmission electron microscopy of yttrium oxide powder.

от традиционного прессования (при последовательных прессовании 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 1400 °С и давлении 40 МПа. Скорость нагрева обычно была 100°/мин, выдержки при максимальной температуре не было.

Микротвердость всех образцов керамики исследовалась с помощью микротвердомера ПМТ-3.

На электронном сканирующем микроскопе ZEISS EVO-50WDS-XVP-BU ИТПМ СО РАН исследовались сколы керамики после напыления на них слоя золота.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Диаметр и толщина полученных образцов керамики составляли 9,6 и 3,2 мм.

На рис.2 приведена электронная микроскопия скола керамики. Видно, что размер зерен полученной керамики порядка 1 мкм, то есть с помощью метода SPS создана мелкозернистая плотная керамика.

Микротвердость полученной керамики оказалась достаточно высокой – Hv=18,1 ГПа. Для сравнения, микротвердость керамики, полученной нами в работе [12] традиционным способом (при последовательных прессовании и спекании) из этого же нанопорошка при максимальной температуре спекания 1500 °С, была равна 11 ГПа.

Таким образом, с помощью метода электроискрового спекания (МЭС) на основе наноразмерного порошка оксида иттрия создана мелкозернистая (порядка 1 мкм), плотная, прочная керамика с микротвердостью вплоть до 18 ГПа.

БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает благодарность А.Г.Анисимову, В.И.Мали, В.А.Емелькину и Г.А.Позднякову за помощь в работе.

ИНФОРМАЦИЯ О РЕЦЕНЗИРОВАНИИ

Редакция благодарит анонимного рецензента (рецензентов) за их вклад в рецензирование этой работы, а также за размещение статей на сайте журнала и передачу их в электронном виде в НЭБ eLIBRARY.RU.

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

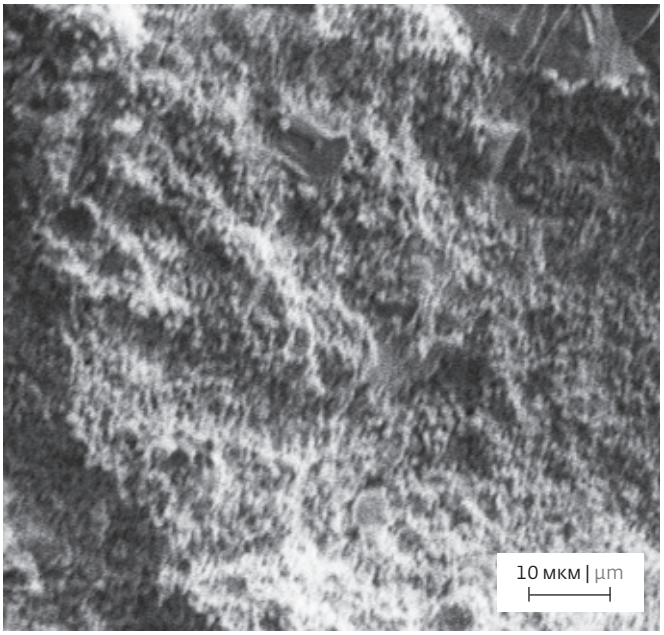

Рис.2. Электронная микроскопия скола керамики
Fig.2. Electron microscopy of a ceramic chip

For this powder sintering was carried out on Labox "Sinter Land" facility of IGIL SB RAS by the spark plasma sintering method (hot pressing with the use of sintering spark plasma) (Spark Plasma Sintering, SPS), when electric current pulses pass through the pre-compressed powder (in these experiments the current strength reached 2 kA at a voltage of 3–4 V). The main difference of SPS from conventional pressing (successive pressing and sintering) is introduction of pulsed electric current directly on the sample, which results in rapid heating of the powder and largely preservation of its microstructural parameters in the consolidated material. The pressing was carried out at a maximum temperature of 1400 °C and a pressure of 40 MPa. The heating rate was typically 100 °C/min and there was no holding time at the maximum temperature.

Microhardness of all ceramic samples was examined with a PMT-3 microhardness tester.

On an electron scanning microscope ZEISS EVO-50WDS-XVP-BU ITPM SB RAS chips of ceramics after gold layer sputtering on them were investigated.

RESULTS AND DISCUSSION

The diameter and thickness of the obtained ceramic specimens were 9.6 and 3.2 mm.

Figure 2 shows an electron microscopy of the ceramic chip. It can be seen that the grain size of the obtained ceramics is about 1 micron, i.e. using SPS method a fine-grained dense ceramic was created.

Microhardness of obtained ceramics was high enough: Hv=18.1 GPa. For comparison, microhardness

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. **Моисеев И.И., Климов Д.М., Спицын Б.В., Котов Ю.А., Русанов А.И., Микаэлян А.Л., Алфимов М.В., Раховский В.И.** Обсуждение проблем нанотехнологии // Вестник Российской академии наук. 2003. Т. 73. № 7. С. 429–449.
2. **Xinzhang Z., Hulbert Dustin M., Kuntz Joshua D., Sadangi Rajendra K., Shukla Vijay, Kear Bernard H., Mukherjee Amiya K.** Superplasticity of zirconia-alumina-spinel nanoceramic composite by spark plasma sintering of plasma sprayed powders // Materials Science and Engineering A. 2005. V. 39. PP. 353–359.
3. **Анциферов В.Н., Перельман В.Е.** Механика процессов прессования порошковых и композиционных материалов. М., 2001. С. 175–202.
4. Физикохимия ультрадисперсных систем (ред. В.Ф.Петрунин). Тезисы V Всероссийской конференции, 9–13 октября 2000 г., Екатеринбург // М.: МИФИ, 2000. 420 с.
5. 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.
6. Nanostructures: Physics and Technology. Proceedings of 16th International Symposium, June 25–29, 2007, Novosibirsk // Ioffe Institute. St.Peterburg, 2007. 370 p.
7. **Лысенко В.И.** Создание и свойства керамики из нанопорошка оксида ниобия // Физика и химия стекла. 2016. Т.42, № 5. С.109–112.
8. **Лысенко В.И.** Создание и свойства керамики из нанопорошка оксида кобальта // Стекло и керамика. 2017. No. 4. С.15–16.
9. **Лысенко В.И.** Керамики 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 оксида молибдена: свойства и создание SPS-методом // НАНОИНДУСТРИЯ. 2022. Т. 15, No. 1. PP. 34–37. https://doi.org/ 10.22184/1993-8578.2022.15.1.34.37
11. **Лукашов В.П., Бардаханов С.П., Салимов Р.А., Корчагин А.И., Фадеев С.Н., Лаврухин А.В.** Способ получения ультрадисперсной двуокиси кремния, устройство для его осуществления и ультрадисперсная двуокись кремния. Патент РФ № 2067077. 1996. Бюл. № 27.
12. **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.

of ceramics obtained by in [12] by traditional way (by successive pressing and sintering) from the same nanopowder at maximum sintering temperature 1500 °C, was equal to 11 GPa.

CONCLUSIONS

Thus, using the electrospark sintering method (ESM) based on nano-sized yttrium oxide powder, a fine-grained (about 1 micron), dense, strong ceramic with microhardness up to 18 GPa was developed.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors thank A.G.Anisimov, V.I.Mali, V.A.Emelkin and G.A.Pozdnyakov for their help and support in this work.

PEER REVIEW INFO

Editorial board thanks the anonymous reviewer(s) for their contribution to the peer review of this work. It is also grateful for their consent to publish papers on the journal's website and SEL eLibrary eLIBRARY.RU.

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.*