

СРОЧНЫЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 541.1.034:666.762.5

А. Г. Белошапко, А. А. Букаемский, И. Г. Кузьмин, А. М. Ставер

**УЛЬТРАДИСПЕРСНЫЙ ПОРОШОК  
СТАБИЛИЗИРОВАННОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ,  
СИНТЕЗИРОВАННЫЙ ДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

Существует научно-техническая проблема получения порошков стабилизированного диоксида циркония с размером частиц менее 1 мкм. Установлено, что с возрастанием дисперсности применяемого порошка улучшаются эксплуатационные характеристики изделий из циркониевой керамики: прочность, ударная вязкость, химическая стойкость и др. [1]. Получение порошков субмикронного размера связано с проблемой разработки новых способов синтеза. Одним из перспективных направлений, на наш взгляд, являются динамические методы, использующие различные способы высокоэнергетического, импульсного воздействия на исходное вещество.

Метод синтеза аналогичен описанному в [2]. В качестве взрывчатого вещества использовался гексоген насыпной плотности. Ударно-волновому нагружению подвергалось соединение, разлагающееся при температурном воздействии до диоксида циркония. Стабилизирующие добавки окиси иттрия содержались в исходном веществе.

Конденсированный продукт синтеза представлял собой высокопористый порошок серого цвета, насыпной плотности  $\rho = 0,52 \text{ г/см}^3$ . Серый цвет обусловлен присутствием углерода, образующегося в результате детонационного разложения взрывчатого вещества. После отжига на воздухе при температуре  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  цвет порошка становится светло-желтым. Количество углерода, определенное по изменению массы навески при отжиге, составляет 1,2 %.

При исследовании синтезированного порошка на электронном микроскопе показано, что он состоит из бесформенных образований, покрытых слоем наночастиц углерода, аналогичного получаемому при детонационном разложении углеродсодержащих ВВ (рис. 1) [3]. Чрезвычайно низкие значения насыпной плотности ( $\approx 0,03 \text{ г/см}^3$  [3]) обуславливают значительную толщину углеродного слоя. Вследствие этого затруднена визуализация частиц диоксида циркония.

После отжига углерода обнаружено, что частицы синтезированного диоксида циркония имеют форму, близкую к сферической, на некоторых видна огранка (рис. 2), средний размер частиц 30 нм. Частицы образуют конгломераты, размер которых изменяется от 100 до 500 нм.

Удельная поверхность  $S$  синтезированного порошка, определенная методом БЭТ, составляет  $58 \text{ м}^2/\text{г}$ . С учетом количественного вклада в  $S$  наночастиц углерода ( $S_C \approx 400 \text{ м}^2/\text{г}$  [3]), среднестатистический размер частиц диоксида циркония составляет 20 нм.

Рентгеноструктурный анализ показал, что синтезированный порошок стабилизируется в тетрагональной модификации. Степень тетрагональности, определенная как отношение параметров кристаллической решетки,

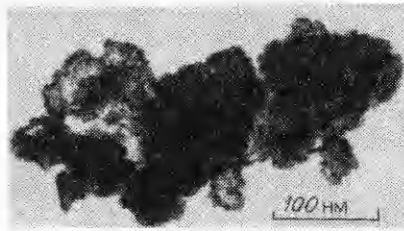


Рис. 1.

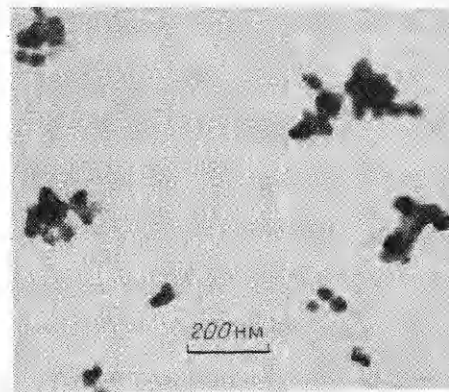


Рис. 2.

$\alpha = 1,01$ . При статическом отжиге исходного вещества ( $T = 1200$  °С) диоксид циркония характеризуется значением  $\alpha_{ст} = 1,014$ .

Отжиг синтезированного порошка в течение двух часов при  $T = 950$  °С приводит к уменьшению  $\alpha$ , если  $T = 1200$  °С, тетрагональная модификация переходит в кубическую. При циклическом отжиге на Q-дерииватографе ( $\Delta T = 700 \div 1500$  °С,  $|T| = 15$  К/мин) при первом нагреве фиксируется эндотермический фазовый переход, если  $T = 1200 \pm 10$  °С. Обратный переход отсутствует.

Возможна стабилизация кубической модификации непосредственно в процессе синтеза, например при использовании более мощного взрывчатого вещества — литого ТГ 60/40. При этом возрастает количество плакирующего нанофазного слоя углерода.

Таким образом, показано, что стабилизация кубической модификации диоксида циркония происходит как за счет добавок окиси иттрия, так и за счет малого размера частиц и условий синтеза. Методом рентгеноструктурного анализа [4] определялся средний размер характерных блоков мозаики. Для синтезированного порошка он составляет 32 нм, при этом разделяется вклад в уширение линий рентгеновской дифракции как размеров частиц, так и внутренних микронапряжений.

Динамическим методом синтеза получен порошок стабилизированного диоксида циркония в тетрагональной ( $\alpha = 1,01$ ) и кубической модификациях. Средний размер частиц, определенный несколькими методами, составляет 25 нм. Частицы образуют конгломераты размером до 50 нм. Возможно плакирование порошка нанофазным углеродом, количество которого зависит от условий синтеза. При температуре 1200 °С тетрагональная модификация необратимо переходит в кубическую.

Авторы работы выражают благодарность А. П. Пузырю за проведение исследований на электронном микроскопе.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Витязь П. А., Ермоленко И. Н. и др. // ПМ.— 1989.— № 2.— С. 45.
2. Белошапко А. Г., Букаемский А. А., Ставер А. М. Образование ультрадисперсных соединений при ударно-волновом нагружении пористого алюминия. Исследование полученных частиц // ФГВ.— 1990.— 26, № 4.— С. 93.
3. Ставер А. М., Губарева Н. В. и др. Ультрадисперсные алмазные порошки, полученные с использованием энергии взрыва // Там же.— 1984.— 20, № 5.— С. 100.
4. Горелик С. С., Расторгуев А. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электронооптический анализ.— М.: Наука, 1970.

660036, г. Красноярск,  
Красноярский научный центр  
СО РАН

Поступила в редакцию 17/III 1993