

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Н. С. ЛИДОРЕНКО, С. П. ЧИЖИК, Я. Т. ШЕРМАЗАНЯН, В. В. ШАХПАРОНЯН,
 Т. В. ЕФИМОВСКАЯ, А. А. ЛАНИН, Л. А. ЛЮЩАРЕВА, С. П. ШУМАНОВА

ПОЛУЧЕНИЕ ПРОЗРАЧНОЙ ДВУОКИСИ ЦИРКОНИЯ В
 ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СОЛНЕЧНОЙ УСТАНОВКЕ*

Получение прозрачных материалов из чистых окислов представляет определенный интерес, так как позволяет приблизить плотность поликристаллического материала к плотности монокристалла, значительно улучшив его специфические свойства.

Известно, что прозрачный материал на основе двуокиси циркония был получен спеканием тонкодисперсных порошков двуокиси циркония и окиси иттрия, смешанных в строго определенных соотношениях. Порошки окислов осаждают при гидролизе предварительно синтезированных алкоколятов циркония и иттрия [1]. Гидролиз алкоколятов протекает медленно; необходимо присутствие бензола, требуется интенсивное перемешивание. Полученные порошки промываются, высушиваются в течение 24 часов, измельчаются в среде инертного газа до полного разрушения агрегатов и прокаливаются при 1130 К. Из полученной смеси прессуют образцы, которые обжигают при 1720 К в течение 16 часов. Таким образом, известный способ получения прозрачной двуокиси циркония сложен и трудоемок.

Нами, в Армянском отделении ВНИИТ в г. Ереване, проводились экспериментальные исследования возможности получения прозрачного материала из стабилизированной двуокиси циркония путем плавления ее в высокотемпературной солнечной установке непосредственного слежения* с полутораметровым зеркальным параболоидным концентратором (рис. 1). Схема установки приведена на рис. 2.

Установка оборудована: автоматической системой слежения за солнцем; автоматической системой регулирования мощности концентрированной лучистой энергии типа «внутренний цилиндр» (1); приводом вращения (2) контейнера (3) с плавным регулированием числа оборотов электродвигателем постоянного тока от 0 до 2000 об/мин; контактным устройством (4) для многоточечного измерения температуры в теле образца термопарамн (5); быстродействующим отсекателем лучистого потока (6). Выпалы вольфрам-ренийных термопар, а также

* Способ изготовления керамического материала. Авторское свидетельство № 320466.

датчика (7) интенсивности прямой солнечной радиации подсоединены посредством токоъемника к многоточечному самопишущему потенциометру ЭПП-09 (8).

В качестве исходного материала использовался порошок двуокиси циркония (марки «Ч», содержащей 98,8% основного вещества), предварительно стабилизированной различными оксидами SiO_2 , I_2O_3 , Se_2O_3 . Дисперсность порошка варьировалась в широких пределах; использовались порошки с размерами частиц от 3 до 300 мк.

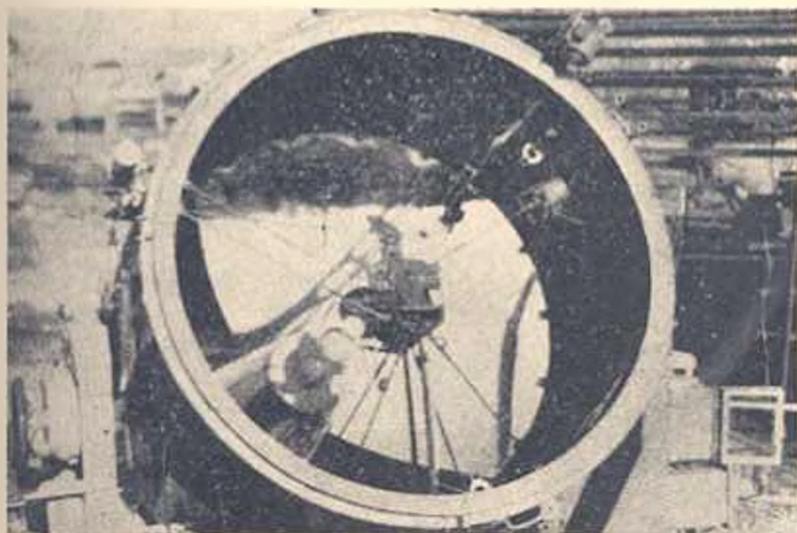


Рис 1. Высокотемпературная солнечная установка с концентратором диаметром 1,5 м

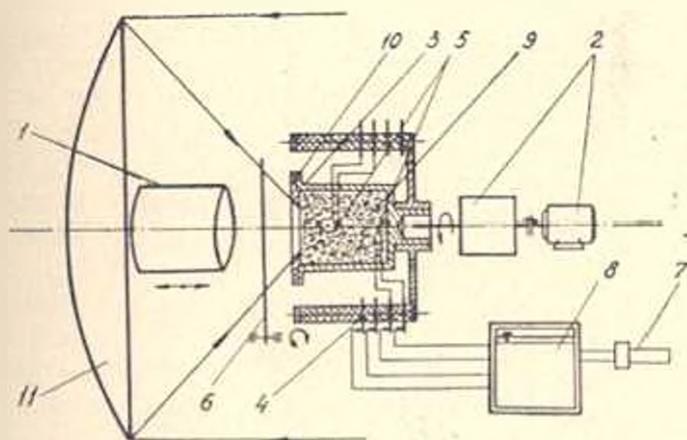


Рис 2. Схема солнечной установки для исследования процесса плавления

Порошки прессовались в цилиндре диаметром 30 мм и высотой 35 мм при удельном давлении 450–1000 кг/см². Объемный вес заготовок составлял 2,8–3,3 г/см³.

Образец (9) помещался в металлический контейнер, прижимался металлической крышкой (10) с центральным отверстием диаметром 17 мм. В образец перпендикулярно оси на определенную глубину вводились специально изготовленные миниатюрные термометры, выводы которых присоединялись к токосъемнику. Приемник лучистой энергии и сборе закреплялся на валу привода вращения, выставлялся в фокальную зону концентратора (11) торцом по фокальной плоскости и приводился во вращение со скоростью 1000 об/мин. После фокусировки установки на солнце, регулятором лучистого потока и отсекателем осуществлялась быстрая подача лучистой энергии на образец и выдержка требуемого уровня нагрева. При этом на самопишущем многоточечном потенциометре ЭП-09 велась одновременная запись

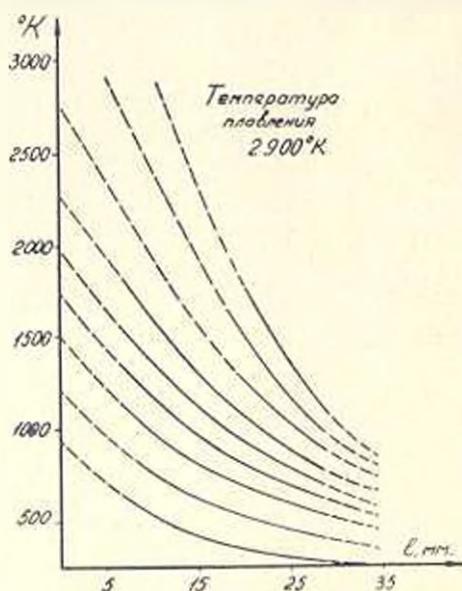


Рис. 3. Зависимость распределения температуры вдоль оси образца при разных уровнях нагрева торца (сплошными линиями показаны границы измеренных температур, пунктиром — проведенная экстраполяция с учетом температуры плавления и глубины образующейся полости)

термо-э. д. с. датчиков температуры и уровня прямой солнечной радиации. На рис. 3 приведено распределение температуры по оси образца при разных уровнях нагрева торца.

Для процесса плавления двуокиси циркония характерно следующее: плавление материала возможно при минимальном значении солнечной радиации 450 Вт/м²; плавление, при среднем уровне радиации 850 Вт/м², наступает по истечении 4–5 сек с начала подачи лучистого потока, средний диаметр образовавшейся полости равен 7 мм. Образование полости глубиной 10–15 мм происходит за 5–10 мин.

Режим плавления был принят следующим: нагрев приблизительно в течение трех часов, выдержка и охлаждение в течение 4–6 часов. В зоне плавления образуется цилиндрический канал (полость), стенки которого представляют собой монолитный, плавленый, беспористый, прозрачный материал толщиной до 3 мм, с постепенным переходом через спекшуюся зону к исходному материалу, не претерпевшему изменений в процессе плавки. Граница между этими зонами зигзагообразная.

Беспористый прозрачный материал был получен из всех порошков, независимо от вида стабилизатора. Дисперсность исходного порошка

также не оказывала существенного влияния на формирование прозрачного материала.

Микроскопическими исследованиями в проходящем и отраженном свете установлено, что плавленная часть образца состоит из крупных кристаллов кубической двуокиси циркония размером до 1—2 мкм. Кристаллы имеют чаще неправильную, реже идиоморфную форму, и настолько плотно срастаются друг с другом, что граница между двумя зернами является одновременно составной частью как одного, так и другого кристалла. Отсутствует внутрикристаллическая пористость. Следует подчеркнуть, что описанный характер межкристаллических границ свидетельствует также об отсутствии примесей (вытесняемых обычно, при кристаллизации зерен во время спекания на их границу).

Другой особенностью структуры этого материала является отсутствие в кристаллах (при рассмотрении их в проходящем свете в скрещенных николях) поляризующих примесей, натяжений, реликтовых границ исходных зерен, которые всегда встречаются при получении материала по обычной керамической технологии. Описанные особенности свидетельствуют об относительно совершенной кристаллической решетке.

Таким образом, проведенными исследованиями показано, что с применением солнечной высокотемпературной установки относительно просто может быть получен прозрачный, беспористый материал на основе двуокиси циркония, стабилизированной различными окислами. Структура этого материала более совершенна, чем полученного методом спекания. Кроме того, характер микроструктуры свидетельствует о том, что в процессе термической обработки на солнечной установке имеет место очистка от примесей за счет их улетучивания. Плотность полученного материала близка к теоретической.

Дисперсность исходных материалов может колебаться в широких пределах, не оказывая влияния на процесс получения прозрачной двуокиси циркония.

Всесоюзный ордена Трудового Красного
Знамени научно-исследовательский проектно-
конструкторский и технологический ин-
ститут негочников тока (ВНИИТ)

Поступило 21. III. 1972.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Mazdiyashi K. S., Lynch C. T., Smith L. S.*, Journ. Amer. Ceram. Soc., 1967, 10, p. 532—537.

Ն. Գ. ԼՐԵՐԵՆԿՈ, Ս. Պ. ՉԵԲԵՆ, ՅՈՒ. Տ. ՇԵՐԵՆԶԻՅԱՆ, Վ. Վ. ՇԱՀՊԱՐՈՆՅԱՆ,
Տ. Վ. ԵՅԵՐԵՈՎԻԿԱՅՅ, Ա. Բ. ԼՈՆԻՆ, Է. Ա. ԼՅՈՒՅԱՐՅՈՎԱ, Ս. Պ. ՇՈՒՐԵՆՈՎԱ

**ՑԻՐԿՈՆԻՈՒՄԻ ԹԱՓԱՆՑԻԿ ԵՐԿՕՔՄԵԿԻ ՍՏԱՅՈՒՄԸ ԲԱՐՉՐԱՋՆԵՐԲԱՍՏԻՃԱ-
ՆԱՅԻՆ ԱՐԵՎԱՅԻՆ ԿԱՅԱՆՔՈՒՄ**

Ա մ փ ո փ ու մ

Հողվածում նկարագրված է անմիջական հետևման 1,5-մետրանոց հայն-
լավոր հավաքիչով բարձրաջերմաստիճանային արևային կայանքում ցիր-
կոնիտմի կայունացված երկօրսիգի հիման վրա թափանցիկ նյութ սաանաչու
համար կատարված հետազոտությունների արդյունքները: Ստացված նյութի
կառուցվածքը ավելի կատարյալ է՝ քան թրծման մեթոդով ստացվածինը և
խառնուրդներից մաքրում է աեղի անկնում: