

Strona czasopisma: <http://analit.agh.edu.pl/>

Opracowanie metodyki wykonania spieków wykonanych z tlenku cyrkonu dotowanych wybranymi tlenkami lantanowców o wysokiej porowatości otwartej

Developing of a methodology for preparation of high open porosity sinters made of zirconia oxide subsidized with the selected lanthanide oxides

Katarzyna Drewnicka ^[a], Jan Wyrwa ^[a]

[a] AGH Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Polska

ABSTRAKT: Celem pracy było opracowanie metodyki wykonywania spieków na bazie tlenku cyrkonu stabilizowanych tlenkiem itru o składzie 97%mol ZrO₂ i 3%mol Y₂O₃ z dodatkiem wybranych tlenków lantanowców, uzyskanie odpowiedniego stopnia porowatości otwartej oraz porównanie podstawowych własności otrzymanych materiałów. Zsyntezowano cztery rodzaje proszków: bez dodatku lantanowca o składzie 97%mol ZrO₂ i 3%mol Y₂O₃ oraz z dodatkami tlenków: neodymu -97%mol ZrO₂, 2%mol Y₂O₃ i 1%mol Nd₂O₃, ceru -97%mol ZrO₂, 2%mol Y₂O₃ i 1%mol CeO₂ oraz lantanu -97%mol ZrO₂, 2%mol Y₂O₃ i 1%mol La₂O₃. W pracy wykorzystano syntezę żelatynową - należącą do metod zol-żel. Zmierzono gęstość i objętość otrzymanych proszków za pomocą piknometru helowego. Pomiaru dokonano trzykrotnie: przed mieleniem w młynie kulowym, po mieleniu oraz po wypaleniu. Zauważono znaczące różnice między materiałami. Zaznaczył się wyraźny podział pomiędzy proszkami zawierającymi tlenek ceru oraz lantanu, a proszkiem bez dodatku i z dodatkiem tlenku neodymu. Ponadto otrzymane spieki powinny charakteryzować się wysokim stopniem porowatości oraz odpowiednią wytrzymałością mechaniczną. Dodano: 20%, 40% oraz 60% wodorowęglanu amonu, wcześniej wyznaczając gęstość nasypową sporządzonych proszków YSZ. Dodatkowo, z powodu dobrej wytrzymałości mechanicznej sporządzonych pastylek, z materiału YSZ +Nd₂O₃ wykonano spieki o 70% i 80% dodatku środka porotwórczego. Otrzymane pastylki spieczono w temperaturze 1200⁰C i zbadano ich podstawowe właściwości: wyznaczono stopień porowatości otwartej i zamkniętej za pomocą pomiarów geometrycznych i piknometrycznych, zbadano przepuszczalność dla wody destylowanej oraz wykonano zdjęcia SEM w celu zbadania wielkości i kształtu ziaren. Spieki o największym stopniu porowatości otwartej uzyskano z proszków domieszkowanych tlenkiem neodymu, otrzymano ponad 90% stopień porowatości otwartej, spieki z dodatkiem tlenku neodymu oraz bez dodatku lantanowca, charakteryzowały się maksymalnie 2% stopniem porowatości zamkniętej, podczas gdy spieki z dodatkiem tlenku ceru i lantanu wykazały ponad dwa razy wyższą zawartość porów zamkniętych. Tłumaczy to ich gorsze parametry mechaniczne. Najwyższą wartość gęstości nasypowej uzyskano dla proszków z dodatkiem ceru i lantanu, niemalże dwa razy większą od proszku z dodatkiem neodymu. Gęstość piknometryczna dla pastylek z dodatkiem tlenku neodymu i bez dodatku lantanowca wynosiła około 6 g/cm³, co było zgodne z wartościami literaturowymi. Najlepszą przepuszczalność wykazały spieki z dodatkiem tlenku neodymu, gorsze parametry wykazywały spieki z dodatkiem ceru – świadczy to o niekorzystnym wpływie występujących porów zamkniętych. Wykonane zdjęcia SEM potwierdziły wysoki stopień rozwinięcia powierzchni we wszystkich wykonanych spiekach, potwierdza to możliwość zastosowania ich jako filtry, przy zastosowaniu odpowiedniego stopnia porowatości otwartej.

ABSTRACT: The aim of this work was to develop methodology of synthesis of yttrium-stabilized zirconia, which contains 97% mol of ZrO₂ and 3%mol of Y₂O₃, with the addition of the chosen lanthanides oxides, to obtain high open porosity and to comparison their basic physical properties. Four types of powders were prepared: without lanthanides oxides-97%mol ZrO₂ i 3%mol Y₂O₃ and containing neodymium oxide -97%mol ZrO₂, 2%mol Y₂O₃ and 1%mol Nd₂O₃, cerium oxide -97%mol ZrO₂, 2%mol Y₂O₃ and 1%mol CeO₂ and lanthanum oxide -97%mol ZrO₂, 2%mol Y₂O₃ and 1%mol La₂O₃. The utilized method was sol-gel with gelatin as natural polymer matrix.

Volume and density of the used materials were tested by the use of helium pycnometer before and after grinding and also after calcination. It should be noted, that powders could be divided into two groups: YSZ without oxide of lanthanides and YSZ doped with Nd_2O_3 and the two remaining. The sinters should have high degree of porosity and appropriate durability. To achieve the open porosity 20 %, 40% and 60% of ammonium bicarbonate was added, before that, the bulk density was tested. Furthermore, due to endurance of the formed pills, for YSZ doped with Nd_2O_3 added 70% and 80% ammonium bicarbonate. The pills were sintered at the temperature of 1200 degrees C and their basic properties such as: open and closed porosity, distilled water permeability were tested. The highest open porosity has been obtained in sinters doped neodymium oxide, above 90%. Furthermore the SEM image of the surface were made due to verification size and shape of pores. Sintors, which had the highest degree of open porosity contained neodymium oxides, as expected they had the best permeability. Sintors doped cerium and lanthanum oxides had the closed porosity of 5 %, thus about twice that of the other sintors. The bulk density, which has been obtained for powders doped lanthanum and cerium oxides was significantly higher than the other powders. SEM image confirmed the great surface area, thus they could be used as filters.

Słowa kluczowe: tlenek cyrkonu, Y-TZP, ceramika porowata