

На правах рукописи



Черкасова Нина Юрьевна

**ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА
КОМПОЗИЦИОННЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ
НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ И ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ С
ВКЛЮЧЕНИЯМИ ГЕКСААЛЮМИНАТА СТРОНЦИЯ**

Специальность: 05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Новосибирск – 2019

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном
учреждении высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Батаев Анатолий Андреевич

Официальные оппоненты: Савченко Николай Леонидович,
доктор технических наук,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт физики прочности
и материаловедения Сибирского отделения
Российской академии наук, лаборатория
контроля качества материалов и конструкций,
ведущий научный сотрудник, г. Томск

Кульметьева Валентина Борисовна,
кандидат технических наук,
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Пермский национальный
исследовательский политехнический
университет», кафедра механики композицион-
ных материалов и конструкций, доцент, г. Пермь

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное обра-
зовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Томский
политехнический университет», г. Томск

Защита состоится «19» декабря 2019 г. в 16⁰⁰ часов в конференц-зале на заседании
диссертационного совета Д 212.173.13 в Новосибирском государственном техни-
ческом университете по адресу: 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Новосибирского
государственного технического университета,

https://www.nstu.ru/science/dissertation_sov/dissertations/view?id=17661

Автореферат разослан « » ноября 2019 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Андрей Геннадиевич Тюрин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Одно из перспективных направлений развития современного материаловедения связано с разработкой высокопрочных керамических материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$, что объясняется сочетанием высоких показателей твердости и износостойкости оксида алюминия с прочностью и трещиностойкостью диоксида циркония. Керамические материалы такого рода нашли применение при изготовлении режущего инструмента, элементов запорной арматуры, эндопротезов суставов и других изделий.

В то же время важнейшей проблемой, характерной для различных типов керамик и ограничивающей применение их в качестве конструкционных материалов, является низкий уровень трещиностойкости. Анализ литературных данных свидетельствует о том, что один из наиболее эффективных механизмов повышения трещиностойкости керамических материалов связан с полиморфным превращением диоксида циркония. Другие механизмы повышения надежности основаны на переориентации направления трещин при их встрече с различными структурными составляющими материалов, к которым, в частности, относятся гексагональные алюминаты, имеющие четко выраженное пластинчатое строение.

Специалистами подробно изучены особенности получения гексаалюминатов различного химического состава, описан их вклад в формирование механических свойств керамических материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$. В современной литературе можно обнаружить весьма ограниченное количество данных о строении кристаллов гексаалюмината стронция ($SrAl_{12}O_{19}$). Формирование кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ возможно путем введения в исходные порошковые смеси соединений на основе стронция, выполняющих функцию пластинообразующих добавок. Таким соединением может быть, например, порошок SrO . Полагают, что для сохранения высокого комплекса механических свойств количество такого рода добавок не должно превышать 1–2 вес. %. В то же время в литературе не сформулированы общепринятые представления о влиянии малых количеств оксида стронция (до 0,5 вес. %, что соответствует содержанию в спеченном материале 3 вес. % $SrAl_{12}O_{19}$) на геометрические параметры образующихся пластин и механические свойства материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$. Актуальность диссертационной работы обусловлена важностью расширения представлений о механизмах образования гексаалюмината стронция в структуре субмикронных композиционных керамических материалов, позволяющих эффективно управлять комплексом их свойств.

Исследования выполнены в Новосибирском государственном техническом университете в рамках проектов по постановлению Правительства РФ № 218 от 09.04.2010 г. «Разработка технологии производства керамики и керамических композитов для нового поколения изделий медицинского назначения, замещающих металлоимплантаты» и «Разработка технологии импортозамещающего производства эндопротеза коленного сустава с суставными поверхностями, выполненными на основе биостабильного керамического матрикса»; проекта РФФИ № 18-33-01239 мол_а «Исследование образования пластинчатых структур $SrAl_{12}O_{19}$ и их

влияние на механические свойства керамических композиционных материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$ »; а также проекта «Разработка передовых керамических материалов для импортозамещающего производства сменных многогранных режущих пластин», поддержанного национальной программой «Национальная технологическая инициатива». Прикладные научные исследования проведены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России, уникальный идентификатор проекта *RFMEFI57417X0179*.

Степень разработанности темы исследования

На протяжении последних десятилетий исследования керамических материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$ с различными добавками проводятся как отечественными, так и зарубежными коллективами специалистов. В частности, следует отметить работы, выполненные научными группами Томского политехнического университета, Института физики прочности и материаловедения СО РАН, Пермского национального исследовательского политехнического университета, Российского химико-технологического университета имени Д. И. Менделеева, Института химии твердого тела и механохимии СО РАН, Института металлургии и материаловедения имени А. А. Байкова РАН и др. Глубокие исследования по созданию алюминатов различного состава и оценке их влияния на механические свойства керамики на основе оксида алюминия проводили Л. И. Подзорова, *Pei-Lin Chen, R. Guo, A. Arab, R. Ahmad, T. Oungkulsolmongkol, F. Zhang* и др. Важные особенности разрушения керамических материалов отражены в работах С. М. Баринаова, В. Я. Шевченко, О. Н. Каньгиной, *J. B. Wachtman, A. G. Evans, T. G. Langdon, R. W. Rice*.

В ряде работ отмечается, что присутствие пластинчатых кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ оказывает благоприятное воздействие на трещиностойкость керамики из $Al_2O_3-ZrO_2$. Следует при этом отметить, что структурные исследования соединения $SrAl_{12}O_{19}$ носят несистемный характер. Практически не отражена последовательность фазовых превращений и структурных преобразований на стадии нагрева субмикронных порошковых смесей систем Al_2O_3-SrO и $Al_2O_3-ZrO_2-SrO$, результатом которых является формирование кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$.

Несмотря на большой объем экспериментальных работ, связанных с изучением керамических материалов на основе Al_2O_3 и ZrO_2 , в технической литературе представлено ограниченное количество данных о влиянии соотношения объемных долей этих оксидов на комплекс механических характеристик материалов. Слабо освещены исследования керамик на основе смесей $Al_2O_3-ZrO_2$ с включениями гексаалюминатов. Практический интерес представляют слабо отраженные в современной литературе данные об уровне критического коэффициента интенсивности напряжений анализируемых в работе материалов, полученных разными методами. Не сформулированы общепринятые представления о влиянии размеров и морфологии субмикронных пластинчатых кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ на траекторию трещин, распространяющихся в условиях контактного нагружения керамических материалов.

Цель диссертационной работы заключается в выявлении закономерностей формирования фазового состава и структуры композиционной керамики на основе Al_2O_3 и ZrO_2 с включениями гексаалюмината стронция и изучении их влияния на твердость, прочность и трещиностойкость материалов.

Для достижения обозначенной цели были сформулированы задачи:

1. Методами растровой электронной микроскопии и рентгенофазового анализа выявить закономерности формирования структуры композиционной керамики с включениями гексаалюмината стронция при различном весовом соотношении оксидов Al_2O_3 и ZrO_2 .
2. Методами структурного анализа изучить зеренное строение и фазовый состав материалов, получаемых при нагреве порошковых композиций Al_2O_3 - SrO и Al_2O_3 - SrO - ZrO_2 .
3. Оценить влияние содержания компонентов исходных порошковых смесей на комплекс механических характеристик композиционной керамики.
4. Выявить влияние пластинчатых кристаллов гексаалюмината стронция $SrAl_{12}O_{19}$ на уровень критического коэффициента интенсивности напряжений керамических материалов с различным соотношением оксидов Al_2O_3 и ZrO_2 при использовании различных методов оценки трещиностойкости.
5. Оценить влияние геометрических параметров кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ и межфазных границ раздела в композиционных керамических материалах на траекторию распространения трещин в условиях контактного нагружения.
6. Разработать технологические рекомендации по формированию структуры композиционной керамики с высоким комплексом механических свойств.

Научная новизна

1. Методами рентгенофазового анализа и растровой электронной микроскопии выявлен двухступенчатый механизм формирования гексаалюмината стронция $SrAl_{12}O_{19}$ в субмикронной оксидной матрице. При нагреве в температурном диапазоне между 900 и 1200 °C оксиды α - Al_2O_3 и SrO взаимодействуют между собой с образованием промежуточного соединения $SrAl_2O_4$. Начало формирования кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ соответствует температуре 1200 °C. Введение диоксида циркония в количестве 50 вес. % в порошковую смесь Al_2O_3 - SrO влияния на последовательность химических реакций при твердофазном синтезе не оказывает, однако приводит к смещению температурного диапазона интенсивного образования гексаалюмината стронция в область более высоких температур (1400–1500 °C).
2. Установлено, что размеры кристаллов оксида алюминия в композиционной керамике Al_2O_3 - $SrAl_{12}O_{19}$ меньше, чем в алюмооксидной керамике без каких-либо добавок, спеченной в одинаковых температурно-временных условиях. Показано, что с увеличением количества оксида стронция, вводимого в порошковую смесь, а, следовательно, с увеличением объемной доли включений $SrAl_{12}O_{19}$ эффект измельчения зерен Al_2O_3 возрастает. Экспериментально зафиксировано измельчение зеренной структуры более чем на 30 %.
3. Доказана эффективность малых добавок оксида стронция с позиции формирования гексаалюмината стронция в керамических материалах системы Al_2O_3 - ZrO_2 при свободном спекании и повышении их трещиностойкости. Присутствие гексаалюмината стронция в малых количествах позволяет сохранить высокий уровень плотности и твердости керамики. Образование в анализируемых керамических материалах кристаллов гексаалюмината стронция пластинчатой формы сопровождается ростом их трещиностойкости. Наиболее высокие значения крити-

ческого коэффициента интенсивности напряжений, зафиксированные при испытании по методу *SEVNB* образцов, содержащих 47 вес. % Al_2O_3 , 3 вес. % $SrAl_{12}O_{19}$ и 50 вес. % ZrO_2 , достигают $9 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, что в три раза превышает аналогичный показатель, соответствующий образцам из алюмооксидной керамики. Предел прочности при изгибе разработанного материала достигает 800 МПа, твердость – 1800 HV.

4. Экспериментально зафиксирован механизм разрушения пластинчатых кристаллов по границам блоков и расположенных внутри них фрагментов. Установлено влияние тонкого строения гексаалюмината стронция на траекторию распространения трещин, возникающих при индентировании субмикронных керамических материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$, содержание пластинчатых кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ в которых не превышает 3 вес. %, а их продольный размер составляет не более 3 мкм. Механизмы торможения трещин в анализируемых материалах связаны с отклонением траектории их распространения и продвижением вдоль ослабленных межфазных границ, формированием трещин-сателлитов, разрушением пластин гексаалюмината стронция $SrAl_{12}O_{19}$.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. Зафиксированные в работе последовательность фазовых превращений и особенности образования пластинчатых кристаллов гексаалюмината стронция расширяют представления о механизме формирования структуры при спекании субмикронных керамических материалов.

2. Выявленные закономерности формирования структуры и особенности влияния ее на механические свойства керамических материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$ с включениями $SrAl_{12}O_{19}$ позволяют расширить область применения композиционной керамики как материала для изготовления изделий, работающих в тяжелых условиях внешнего нагружения.

3. Выявлены закономерности изменения траектории распространяющихся трещин при взаимодействии их как с пластинами гексаалюмината стронция, так и с зернами матричных фаз в композиционных керамических материалах. Полученные данные могут быть использованы для разработки керамических изделий с повышенным уровнем трещиностойкости.

4. Разработан и запатентован способ получения плотных керамических материалов на основе оксида алюминия, обладающих высокими физико-механическими характеристиками, удовлетворяющих медицинским требованиям и пригодных для производства имплантатов (патент *RU2571876C1*).

5. Обоснованы технологические решения по получению керамических материалов на основе системы $Al_2O_3-ZrO_2$ с включениями $SrAl_{12}O_{19}$, отличающихся высокой прочностью на изгиб, высокими значениями твердости и трещиностойкости. Результаты диссертационного исследования используются в производственных условиях АО «НЭВЗ-КЕРАМИКС» при изготовлении эндопротезов тазобедренного и коленного суставов, а также апробированы в ООО ИХ «ЭкоНова» и ООО «Гло-Бел лаб».

6. Результаты проведенных исследований используются в учебном процессе Новосибирского государственного технического университета при выполнении лабораторных работ и в лекционных курсах по дисциплинам «Основы технической

керамики», «Наноструктурированные керамические материалы», «Прогрессивные материалы и технологии».

Методология и методы исследования

Для исследования закономерностей формирования зеренной структуры керамических композиционных материалов были использованы высокочистые субмикронные порошки. Технология получения экспериментальных материалов реализована на современном высокотехнологичном оборудовании в лабораториях НГТУ и на предприятии АО «НЭВЗ-КЕРАМИКС». Диспергирование водных суспензий проводили с использованием горизонтальной бисерной мельницы *NETZCH MiniFer*. Сферический гранулированный порошок был получен на распылительном сушилке *MobileMinor 0,8 (GEA Niro)*. Холодное изостатическое прессование осуществляли на установке *AIP4-16-60 CPA*. Спекание образцов проводили в высокотемпературной печи *LHT 02/17* производства *Nabertherm*.

Прочность на трехточечный изгиб и трещиностойкость по методу *SEVNB* проводили на испытательном комплексе «*Instron 3369*». Микротвердость материалов по Виккерсу оценивали на установке *402MVD (Wolpert Group)*. Трещиностойкость образцов определяли методом индентирования при нагрузке 5 кг на алмазную четырехгранную пирамидку. Фрактографические исследования образцов выполняли с использованием растрового электронного микроскопа *Carl Zeiss EVO 50*. Детальный анализ структурных особенностей керамических шлифов проведен с использованием растрового электронного микроскопа *Carl Zeiss Merlin* с внутрилинзовым детектором *InLess Duo*. Дифракционные картины образцов были зарегистрированы на θ - θ дифрактометре *Thermoscientific ARL X'TRA* с применением в качестве источника рентгеновского излучения медной рентгеновской трубки.

Положения, выносимые на защиту

1. Гексаалюминат стронция в субмикронной оксидной матрице формируется при нагреве порошковых смесей α - Al_2O_3 и SrO в два этапа. В температурном диапазоне 900–1200 °С исходные оксиды взаимодействуют с образованием промежуточного соединения $SrAl_2O_4$, а в интервале 1200–1500 °С формируется гексаалюминат стронция $SrAl_{12}O_{19}$.

2. Присутствие пластинчатых кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ в малых количествах (до 3 вес. %) в субмикронной оксидной керамике системы Al_2O_3 - ZrO_2 является фактором, способствующим повышению трещиностойкости до 9 МПа*м^{1/2} при сохранении предела прочности при изгибе на уровне 800 МПа и микротвердости на уровне 1800 HV.

3. Блочное и фрагментарное строение пластин гексаалюмината стронция, синтезированных в субмикронных керамических материалах системы Al_2O_3 - ZrO_2 в количестве, не превышающем 3 вес. % и с продольным размером до 3 мкм, приводит к реализации комплекса механизмов повышения трещиностойкости. Максимальный уровень трещиностойкости в анализируемых керамических материалах достигается при иницировании механизмов торможения трещин, связанных с отклонением траектории распространения трещины вдоль межфазных границ, формированием трещин-сателлитов, разрушением пластин $SrAl_{12}O_{19}$.

Степень достоверности и апробация результатов работы

Результаты, полученные в ходе экспериментальных исследований, не противоречат сведениям, представленным в российской и зарубежной научно-технической литературе.

Основные результаты и положения работы были представлены на международной конференции «МНСК. Новые конструкционные материалы», г. Новосибирск, 2014, 2015 г.г.; международной научно-практической конференции «Актуальные проблемы в машиностроении», г. Новосибирск, 2014 г.; международной научно-практической конференции «Инновационные технологии и экономика в машиностроении», г. Юрга, 2014 г.; международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении», г. Томск, 2015 г.; международной научно-технической конференции «Высокие технологии в современной науке и технике», г. Томск, 2015 г.; всероссийской научной конференции «Наука. Технологии. Инновации», г. Новосибирск, 2016 г.; международной конференции с элементами научной школы «Современные технологии и материалы новых поколений», г. Томск, 2017 г.

По результатам исследований, проведенных в диссертационной работе, опубликовано 20 научных работ, из них: 8 в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК, в том числе 3 статьи, входящих в базу цитирования *Scopus*; 12 – в сборниках трудов международных и всероссийских научно-технических конференций. Имеется 2 патента на полезную модель и способ получения материала.

Личный вклад автора заключался в формулировании задач диссертационной работы, разработке режимов изготовления керамических образцов, проведении структурных исследований и механических испытаний, анализе и обобщении экспериментальных данных, сопоставлении и обработке результатов исследований, формулировании выводов по полученным результатам.

Соответствие паспорта заявленной специальности

Тема и содержание диссертационной работы соответствуют пунктам 1, 2, 3 и 5 паспорта специальности 05.16.09. – Материаловедение (в машиностроении).

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 5 разделов, заключения, списка литературы, 5 приложений. Текст работы изложен на 181 странице, включая 69 рисунков, 13 таблиц, библиографический список, состоящий из 159 наименований.

Автор выражает благодарность к.т.н. Веселову С. В. за консультации и содействие при проведении совместных исследований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении отражена актуальность работы, дана характеристика области исследования, сформулированы цель и задачи исследования, представлены значимость, научная новизна работы, защищаемые положения.

В первом разделе представлен аналитический обзор литературы по теме исследования. Рассмотрены подходы к получению высокопрочной керамики. Проанализированы механизмы повышения трещиностойкости и методы ее оценки.

Во втором разделе дана характеристика используемых в работе материалов, описаны технологические процессы получения керамических композиционных

материалов, описаны технологические процессы получения керамических композиционных материалов, представлены методы исследования их структуры и свойств. В качестве исходных материалов были использованы субмикронные порошки α - Al_2O_3 производства компании *Almatis CT 3000 SG* (теоретическая плотность 3,99 г/см³) и $3Y-ZrO_2$ (теоретическая плотность 6,12 г/см³) производства *Stanford Materials*. Для формирования в материалах соединения $SrAl_{12}O_{19}$ на стадии диспергирования в суспензию вводили порошок SrO .

Первый этап экспериментальных работ был связан с исследованием фазовых превращений, развивающихся при нагреве порошковых композиций систем Al_2O_3-SrO и $Al_2O_3-ZrO_2-SrO$. Содержание гексаалюмината стронция в спеченном материале составляло 0 – 15 вес. %. Второй этап исследований связан с выявлением закономерности формирования зеренной структуры в системе $Al_2O_3-ZrO_2-SrAl_{12}O_{19}$ в зависимости от соотношения составляющих и оценкой их влияния на механические свойства материалов. Содержание гексаалюмината стронция во всех материалах составляло 1, 2 и 3 вес. %. Образцы готовили в последовательности: диспергирование водных суспензий, гранулирование, прессование, свободное спекание.

Структурно-фазовые преобразования в разработанных керамических материалах изучали с использованием методов растровой и просвечивающей электронной микроскопии, а также рентгенофазового анализа. Плотность и пористость спеченных образцов оценивали методом гидростатического взвешивания. Механические свойства материалов определяли путем проведения прочностных испытаний по схеме трехточечного изгиба образцов, испытаний на микротвердость и трещиностойкость (методами *SEVNB* и индентирования).

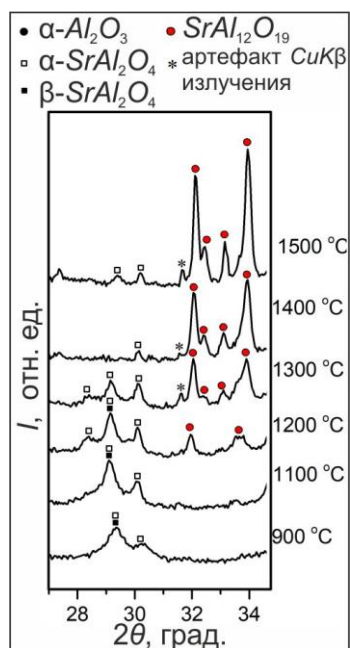


Рисунок 1 – Участки дифрактограмм порошковых смесей системы Al_2O_3-SrO , нагретых до различных температур, с наиболее характерными рефлексами $SrAl_{12}O_{19}$

В третьем разделе диссертации приведены результаты исследования фазового состава и морфологии композиционных материалов как в виде порошков, так и в виде компактов. В качестве базового материала для исследования фазовых превращений, развивающихся в процессе нагрева смеси порошков Al_2O_3-SrO , были выбраны образцы с максимальным содержанием оксида стронция. Термическая обработка материалов была проведена в диапазоне температур 900–1500 °C с шагом в 100 °C и выдержкой в течение 1 часа. Наиболее характерные участки дифрактограмм порошковых смесей приведены на рисунке 1. Дифракционные картины экспериментальных образцов характеризуются присутствием рефлексов от α - Al_2O_3 во всем исследуемом температурном диапазоне. В зависимости от температуры нагрева стронцийсодержащая составляющая представлена моно- (до 1100 °C) или гексаалюминатом стронция (1400–1500 °C), а также их смесью (1200–1400 °C).

Дифракционные картины порошковых смесей, термически обработанных при 900, 1000 и 1100 °C, свидетельствуют о том, что моноалюминат стронция представлен низкотемпературной моноклинной (α) и высоко-

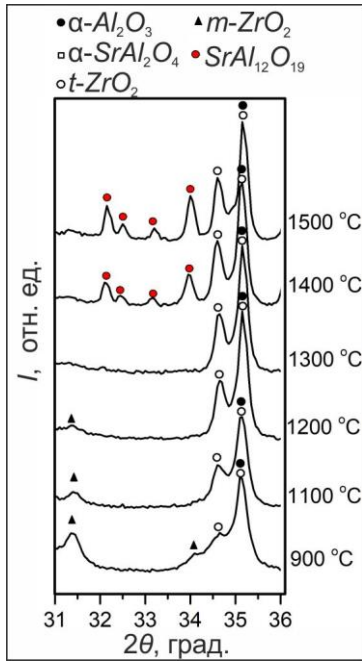


Рисунок 2 – Участки дифрактограмм с наиболее характерными рефлексами $SrAl_{12}O_{19}$ в порошковых смесях системы $Al_2O_3-ZrO_2-SrO$ после нагрева до различных температур

зона интенсивного образования гексаалюмината стронция в область более высоких температур (1400 и 1500 °C).

На рисунке 3 представлен снимок смеси порошковых частиц системы $Al_2O_3-ZrO_2-SrO$, нагретых до 1500 °C. Для идентификации химического состава порошковых частиц были проведены исследования с использованием просвечивающей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. Карты распределения элементов свидетельствуют о том, что в зерне вытянутой формы содержатся Sr , Al и O . На основании полученных данных и результатов рентгенофазового анализа сделан вывод о том, что анализируемая область является соединением $SrAl_{12}O_{19}$.

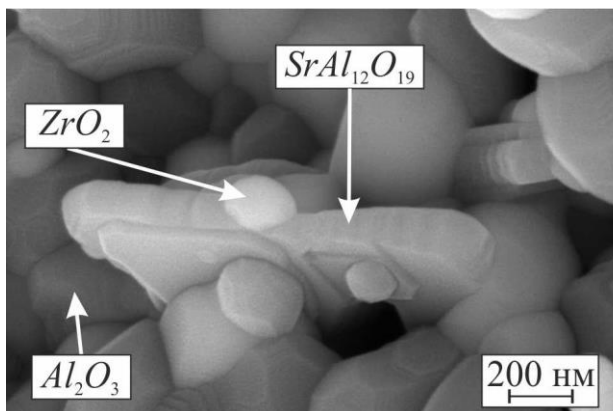


Рисунок 3 – Снимок порошковой смеси системы $Al_2O_3-ZrO_2-SrO$, содержащей 12 вес. % $SrAl_{12}O_{19}$ и спеченной в течение 1 часа при 1500 °C

температурной гексагональной (β) фазами. При нагреве порошковой смеси до 1200 °C рефлексы гексагонального моноалюмината стронция не зафиксированы. Анализ эволюции фазового состава порошковых смесей после нагрева до различных температур позволяет сделать вывод о том, что гексаалюминат стронция образуется в интервале от 1200 до 1500 °C в результате химической реакции моноалюмината стронция с избытком оксида алюминия.

С целью выявления вклада ZrO_2 -составляющей в структурообразование кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ в субмикронных композиционных керамических материалах были проанализированы порошковые смеси системы $Al_2O_3-ZrO_2-SrO$. На рисунке 2 приведены результаты рентгенофазового анализа порошковых смесей $\alpha-Al_2O_3$, ZrO_2 и SrO , нагретых до различных температур.

Формирование в исследуемой системе моноалюмината стронция как предшественника гексаалюмината стронция, а также отсутствие промежуточных цирконатов стронция свидетельствуют о незначительном влиянии диоксида циркония на общую последовательность химических реакций при твердофазном синтезе. Введение 50 вес. % диоксида циркония в порошковую смесь Al_2O_3-SrO приводит к смещению температурного диапа-

зона интенсивного образования гексаалюмината стронция в область более высоких температур (1400 и 1500 °C).

Анализ порошковых материалов позволил оценить характер взаимодействия между компонентами систем Al_2O_3-SrO и $Al_2O_3-ZrO_2-SrO$ и выявить фазовые превращения, развивающиеся в порошковых смесях при их нагреве. Консолидация материалов приводит к

Таблица 1 – Химический состав и маркировка материалов системы Al_2O_3 - SrO

Расчетный состав материалов после спекания, вес. %		Маркировка серий образцов
Al_2O_3	$SrAl_{12}O_{19}$	
100	0	c1_100A
97	3	c2_97A-3(SrA_6)
94	6	c3_94A-6(SrA_6)
91	9	c4_91A-9(SrA_6)
88	12	c5_88A-12(SrA_6)
85	15	c6_85A-15(SrA_6)

от 0,55 мкм до 0,80 мкм, а d_{90} – от 1,0 мкм до 1,50 мкм.

Гистограммы распределения размеров зерен оксида алюминия приведены на рисунке 4. Установлено, что материал серии c6_85A-15(SrA_6) характеризуется при-

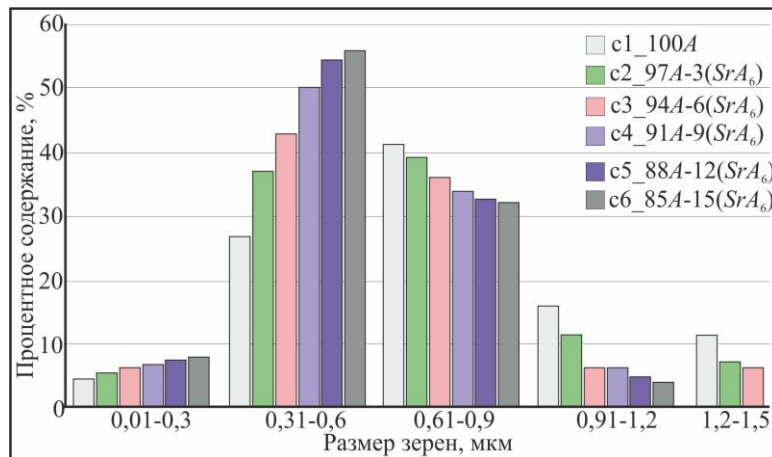


Рисунок 4– Гистограммы распределения размеров зерен оксида алюминия в материалах с различным содержанием гексаалюмината стронция

алюмината стронция в композиционных материалах приводит к снижению размеров зерен алюмооксидной составляющей более чем на 30 %.

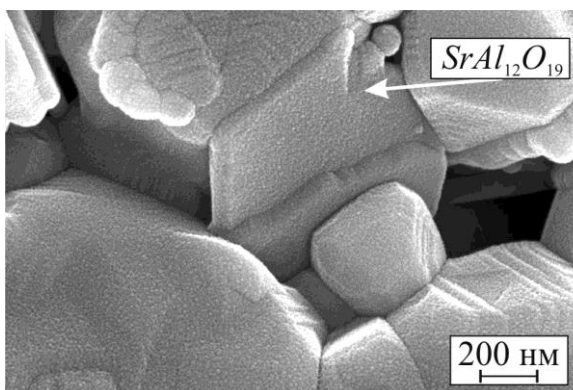


Рисунок 5 – Структура материала серии c5_88A-12(SrA_6), спеченного при 1500 °C

увеличению точек контакта частиц реагентов, что оказывает влияние на морфологию пластинчатых кристаллов гексаалюмината стронция. Химический состав и маркировка образцов приведены в таблице 1.

В материалах с различным содержанием гексаалюмината стронция был проведен анализ размеров зерен оксида алюминия. Установлено, что в керамических материалах всех экспериментальных серий параметр d_{10} составляет ~ 0,20 мкм, d_{50} находится в диапазоне

от 0,31 до 0,6 мкм), в то время как в алюмооксидной керамике без добавок наблюдается более широкий диапазон распределения кристаллов по размерам. Максимальный размер Al_2O_3 -зерен в материале с гексаалюминатом стронция составлял 1,0 мкм, в алюмооксидной керамике серии c1_100A размер 10 % зерен находился в диапазоне от 1,2 до 1,5 мкм. Таким образом, увеличение содержания гекса-

алюмината стронция в композиционных материалах приводит к снижению размеров зерен алюмооксидной составляющей более чем на 30 %.

Детальное изображение кристаллов гексаалюмината стронция приведено на рисунках 5, 6 и 7. Выявленное фрагментарное, упорядоченное строение пластинок $SrAl_{12}O_{19}$ свидетельствует об их явно выраженной анизотропии и дефектном состоянии. В большинстве случаев кристаллы состоят из одного блока (пластины), окруженного зернами оксида алюминия изометрического облика.

Реже встречаются пластины в виде двух и более одинаковых по размерам

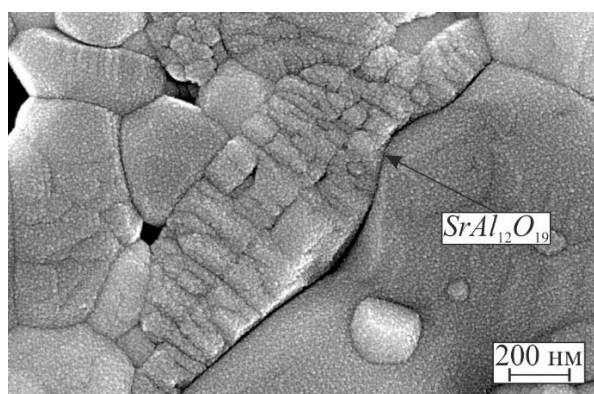


Рисунок 6 – Структура образца серии $cb_50(A-15SrA_6)-50Z$, спеченного при $1500\text{ }^\circ\text{C}$

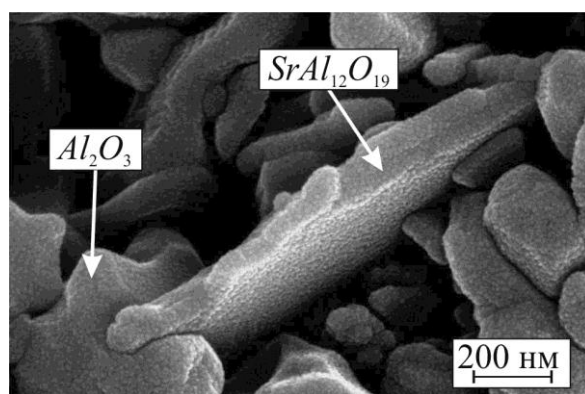


Рисунок 7 – Структура образца серии $cb_85A-15(SrA_6)$, спеченного при $1400\text{ }^\circ\text{C}$

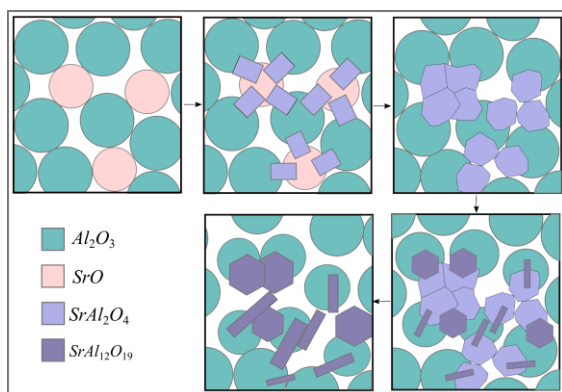


Рисунок 8 – Схема механизмов формирования гексаалюмината стронция

алюмината стронция глубоко внедрен в алюмооксидное зерно. На основании проведенных исследований предложена схема образования и роста пластин гексаалюмината стронция в процессе спекания исходных субмикронных оксидных порошков, представленная на рисунке 8.

Четвертый раздел работы посвящен выявлению закономерностей формирования зеренной структуры в системе $Al_2O_3-ZrO_2-SrAl_{12}O_{19}$ в зависимости от соотношения составляющих и оценке их влияния на комплекс механических свойств материалов. Для решения задачи, связанной с выявлением закономерностей формирования зеренной структуры в системе $Al_2O_3-ZrO_2$ с включениями $SrAl_{12}O_{19}$ при

сросшихся между собой блоков. Каждый из блоков состоит из набора плоских фрагментов, параллельных друг другу. Наличие границ между фрагментами, выявляемых в процессе скола кристаллов и термического травления, свидетельствует об их дефектном состоянии и может объясняться действием остаточных напряжений, возникающих в процессе роста гексаалюмината стронция. Толщина одного блока составляет $\sim 100-200\text{ нм}$.

В случае формирования пластин, состоящих из одного блока, наблюдается более высокое соотношение между их длиной и толщиной. При возникновении пластин в виде конгломератов из двух и более блоков это соотношение снижается. Объяснить этот факт можно срастанием по базисным плоскостям двух пластин гексаалюмината одинаковой толщины. Установлено, что в алюмооксидной керамике пластины состоят из 1–2 слоев, а в материалах, содержащих диоксид циркония, встречаются пластины из 2–3 слоев. Присутствие диоксида циркония является фактором, сдерживающим продольный рост пластин гексаалюмината стронция (рисунок 6).

Экспериментально зафиксирован ряд структурных особенностей гексаалюмината стронция. Образцы, спеченные при $1400\text{ }^\circ\text{C}$, имеют ориентировку пластин $SrAl_{12}O_{19}$ в радиальном направлении по отношению к зерну оксида алюминия (рисунок 7). Хорошо видно, что кристалл гекса-

различном количественном соотношении основных составляющих, были подготовлены серии экспериментальных образцов, содержание оксида алюминия и диоксида циркония в которых варьировалось в широком диапазоне составов (таблица 2). С увеличением содержания диоксида циркония относительная плотность образцов снижается, что обусловлено увеличением в них количества пор. В материалах, при получении которых в суспензию был введен SrO , наблюдается незначительное снижение относительной плотности в сравнении с материалами без стронцийсодержащей добавки. В то же время анализ физических характеристик свидетельствует о получении высокоплотной керамики. Согласно результатам рентгенофазового анализа во всех образцах, при получении которых в суспензию был введен оксид стронция, наряду с матричными фазами ($\alpha-Al_2O_3$, $t-ZrO_2$, $c-ZrO_2$) присутствуют рефлексы $SrAl_{12}O_{19}$ (рисунок 9)

Таблица 2 – Химический состав, маркировка, относительная плотность (% от теоретической) и открытая пористость экспериментальных материалов

Химический состав материала, вес. %	Серия	Относит. плотность, % от теор.	Открытая пористость, %
100% Al_2O_3	100A	98,3±0,05	0,35±0,11
97 % Al_2O_3 – 3 % $SrAl_{12}O_{19}$	100(A-3SrA ₆)	97,8±0,10	0,64±0,07
80 % Al_2O_3 – 20 % ZrO_2	80A-20Z	97,9±0,10	0,35±0,1
77% Al_2O_3 – 3% $SrAl_{12}O_{19}$ – 20% ZrO_2	80(A-3SrA ₆)-20Z	97,2±0,10	0,53±0,05
70 % Al_2O_3 – 30% ZrO_2	70A-30Z	97,6±0,05	0,12±0,1
67 % Al_2O_3 – 3 % $SrAl_{12}O_{19}$ – 30 % ZrO_2	70(A-3SrA ₆)-30Z	97,3±0,10	0,45±0,12
50% Al_2O_3 – 50% ZrO_2	50A-50Z	98,6±0,50	0,59±0,1
47% Al_2O_3 – 3 % $SrAl_{12}O_{19}$ – 50 % ZrO_2	50(A-1SrA ₆)-50Z	95,3±0,10	0,61±0,1
48% Al_2O_3 – 2% $SrAl_{12}O_{19}$ – 50% ZrO_2	50(A-2SrA ₆)-50Z	97,3±0,10	0,58±0,1
49% Al_2O_3 – 1% $SrAl_{12}O_{19}$ – 50% ZrO_2	50(A-3SrA ₆)-50Z	95,2±0,25	0,61±0,2
15% Al_2O_3 – 85% ZrO_2	15A-85Z	93,30,25	0,25±0,1
12 % Al_2O_3 – 3 % $SrAl_{12}O_{19}$ – 85 % ZrO_2	15(A-3SrA ₆)-85Z	97,6±0,10	0,30±0,03

Средние значения размеров зерен Al_2O_3 в материалах с различным соотношением составляющих приведены в таблице 3. Введение в состав порошковой смеси 20 вес. % диоксида циркония приводит к формированию структуры, средний размер зерен оксида алюминия в которой в 1,5 раза меньше по сравнению с алюмооксидной керамикой без добавок ZrO_2 . При дальнейшем увеличении количества диоксида циркония (от 20 до 85 вес. %) отмеченный эффект проявляется в меньшей степени.

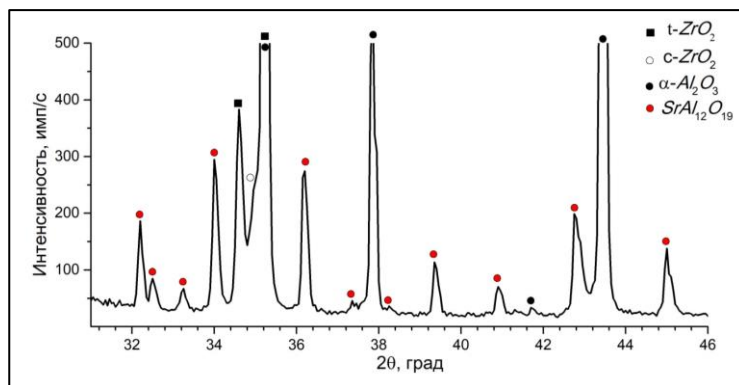


Рисунок 9 – Участок дифрактограммы образца серии 80(A-3SrA₆)-20Z с характерными рефлексами $SrAl_{12}O_{19}$

сталлов гексаалюмината стронция больше, чем в трехфазной керамике. С увеличением содержания $SrAl_{12}O_{19}$ диапазон разброса значений длины пластин становится

Количественный анализ структурных составляющих позволил сделать выводы о доле пластинчатой фазы в исследуемых материалах. В образцах серии 97A-3(SrA₆) количество кристаллов гексаалюмината стронция больше, чем в трехфазной керамике. С увеличением содержания $SrAl_{12}O_{19}$ диапазон разброса значений длины пластин становится

Количественный анализ структурных составляющих позволил сделать выводы о доле пластинчатой фазы в исследуемых материалах. В образцах серии 97A-3(SrA₆) количество кристаллов гексаалюмината стронция больше, чем в трехфазной керамике. С увеличением содержания $SrAl_{12}O_{19}$ диапазон разброса значений длины пластин становится

меньше. Поперечный размер пластин в керамических материалах различных серий существенно не отличается. В сравнении с серией 80A-20Z в материале типа 80(A-3SrA₆)-20Z экспериментально зафиксировано снижение размеров зерен алюмооксидной составляющей.

Уровень микротвердости и линейный характер его изменения с уменьшением содержания оксида алюминия в составе композиционных керамических материала-

Таблица 3 – Размеры зерен Al₂O₃ и ZrO₂ в спеченных керамических материалах различного состава

Серия образцов	Средний размер зерен Al ₂ O ₃ , мкм	Средний размер зерен ZrO ₂ , мкм
100A	1,43	0,4
80A-20Z	0,82	0,4
70A-30Z	0,73	0,4
50A-50Z	0,57	0,4
15A-85Z	0,41	0,4

лов соответствуют литературным данным. Максимальное значение микротвердости зафиксировано у материала серии 100A и составляет 2200±150 HV. Наименьшим уровнем прочностных свойств при изгибе обладает алюмооксидная керамика (рисунок 10). Введение в алюмооксидную матрицу 20 вес. % ZrO₂ приводит к росту предела

прочности керамики на ~ 75 %. Увеличение содержания диоксида циркония до 50 вес. % позволило получить материал с прочностью 950 МПа. Однако при испытаниях материала, содержащего 85 вес. % ZrO₂ (образцы серии 15(A-3SrA₆)-85Z), наблюдали резкое падение прочностных свойств, что коррелирует с характером снижения его относительной плотности. Результатом формирования соединения SrAl₁₂O₁₉ во всех спеченных материалах является снижение уровня их прочности на 11–18 %.

Значения критических коэффициентов интенсивности напряжений K_{IC} , определенные методом SEVNB, представлены на рисунке 11. Установлено, что присутствие в композиционной оксидной керамике ZrO₂- и SrAl₁₂O₁₉-составляющих сопровождается ростом уровня трещиностойкости. При испытании материалов си-

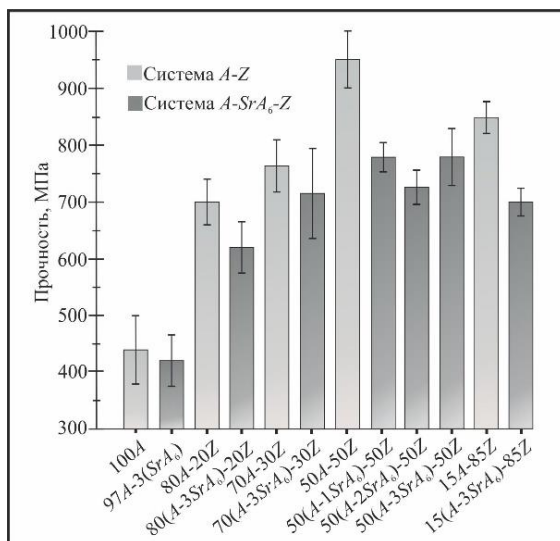


Рисунок 10 – Результаты прочностных испытаний композиционных керамических материалов при нагружении по схеме трехточечного изгиба

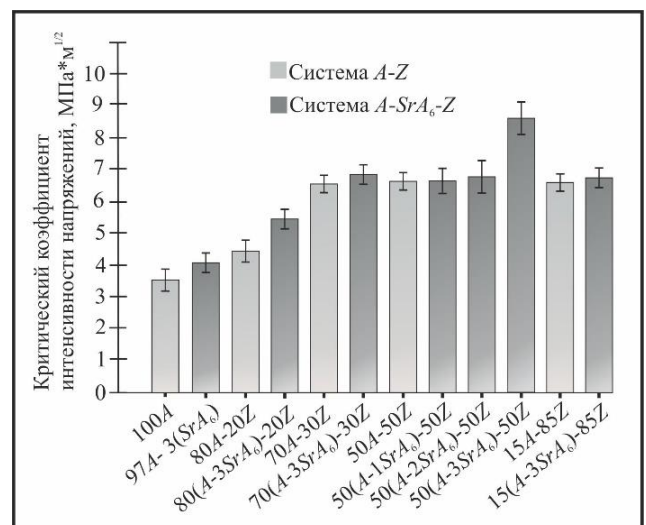


Рисунок 11 – Значения критического коэффициента интенсивности напряжений, определенные методом четырехточечного изгиба керамических балок с заранее нанесенными V-образными надрезами

стемы Al_2O_3 - ZrO_2 с повышением содержания диоксида циркония до 30 вес. % зафиксирован линейный рост уровня K_{IC} в диапазоне от 3,5 МПа*м^{1/2} до 6,5 МПа*м^{1/2}. Дальнейшее увеличение количества ZrO_2 -составляющей существенного влияния на уровень трещиностойкости анализируемых керамических материалов не оказало.

Формирование пластинчатых кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ способствует повышению трещиностойкости керамики серий 80(A-3SrA₆)-20Z и 50(A-3SrA₆)-50Z в сравнении с материалами с аналогичным содержанием ZrO_2 -составляющей. Максимальные значения критического коэффициента интенсивности напряжений, зафиксированные при испытании образцов серии 50(A-3SrA₆)-50Z, достигают 9 МПа*м^{1/2}, что практически в три раза превышает аналогичный показатель для алюмооксидной керамики.

Результаты расчетов значений K_{IC} , определенных методом индентирования полированных образцов, выявили эффективность введения в состав материалов диоксида циркония и гексаалюмината стронция, препятствующих распространению трещин. При испытании материалов, содержащих 50 вес. % диоксида циркония, зафиксирован линейный рост уровня трещиностойкости с увеличением содержания кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ в пределах от 1 до 3 вес. %. Наиболее высокие значения K_{IC} получены при испытании образцов серии 80(A-3SrA₆)-20Z и составляют $7 \pm 1,5$ МПа*м^{1/2}. В сравнении с материалом серии 80A-20Z уровень их трещиностойкости выше примерно на 65 %.

Механизм отклонения фронта трещины кристаллами пластинчатой формы убедительно проявляется лишь в материале серии 80(A-3SrA₆)-20Z и менее значим в образцах серии 97A-3(SrA₆). В образцах других типов роль данного механизма несущественна. Ослабление роли пластинчатых кристаллов объясняется существенным увеличением расстояния между пластинами гексаалюмината стронция в материалах с малым количеством исходного прекурсора (оксида стронция).

Один из механизмов повышения трещиностойкости керамических материалов в присутствии пластин гексаалюмината стронция связан с рассеянием энергии на образование трещин-сателлитов по ослабленным границам раздела между кристаллами $SrAl_{12}O_{19}$ и зернами Al_2O_3 , что обусловлено различной природой фаз, присутствующих в керамике, а также различием их температурных коэффициентов линейного расширения. Образование микротрещин вдоль слабых межфазных границ способствует релаксации растягивающих напряжений в зоне, находящейся на некотором расстоянии от фронта магистральной трещины.

Зафиксированы многочисленные случаи локального разрушения с продвижением микротрещин по телу кристаллов гексаалюмината стронция (рисунок 12). Трещина, подходя к торцу кристалла гексаалюмината стронция, отклоняется от своего первоначального направления примерно на 60° и продолжает распространение вдоль пластины по границе между

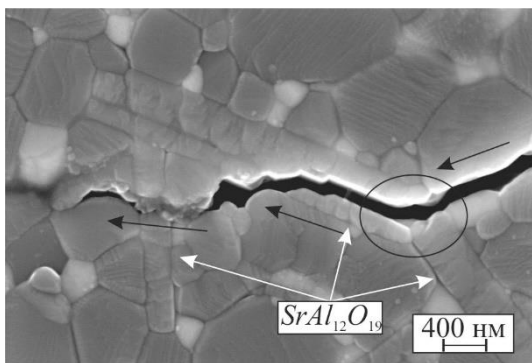
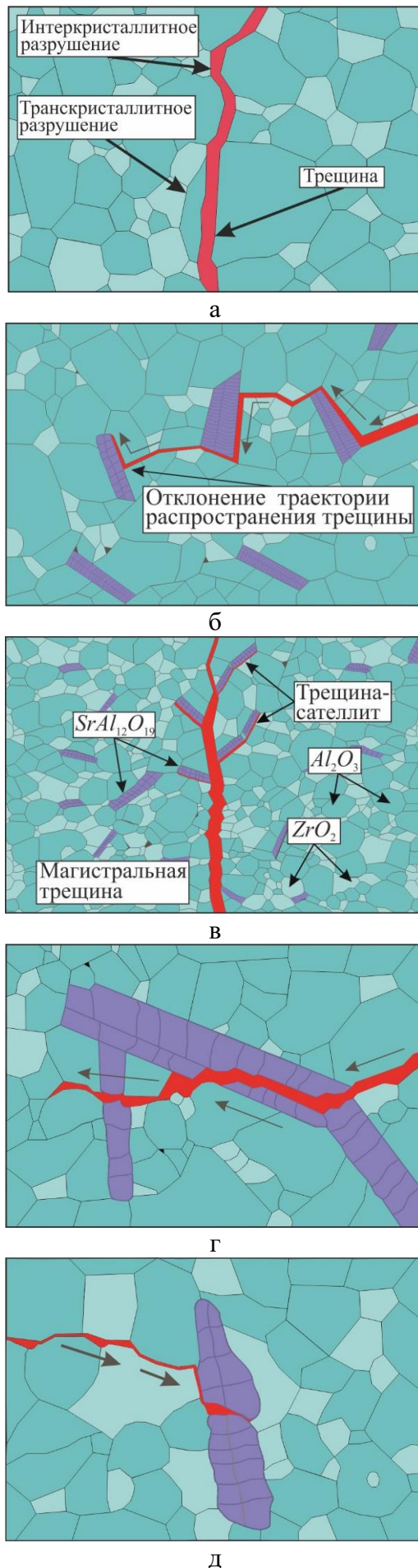


Рисунок 12 – Разрушенная пластина гексаалюмината стронция в материале серии 80(A-3SrA₆)-20Z



двумя блоками (выделено овалом). Разрушение пластин с одновременным изменением траектории распространяющихся трещин зафиксировано при анализе материала серии 80(A-3SrA₆)-20Z. Зигзагообразная траектория распространения трещины через пластины обусловлена слоистым строением гексаалюмината. Благоприятное влияние пластин SrAl₁₂O₁₉ выражается в затруднении развития трещин в керамических материалах, а, следовательно, в росте их трещиностойкости. Схематически механизмы продвижения трещин в керамических материалах с различной морфологией кристаллов отображены на рисунке 13.

В пятом разделе диссертационной работы приведены данные о практическом использовании результатов исследований. На способ получения керамики и разработанный керамический композиционный материал получены патенты РФ RU2571876C1 и RU189195U1. Результаты исследований используются в АО «НЭВЗ-КЕРАМИКС» при изготовлении эндопротезов тазобедренного и коленного суставов. Проведена апробация полученных материалов в ООО ИХ «ЭкоНова» на примере керамических шайб, используемых в конструкции жидкостного хроматографа и в ООО «Гло-Бел лаб» на примере поверхностного упрочнения штоков плунжерных насосов. Отражено использование результатов диссертационной работы в учебном процессе.

Рисунок 13 – Механизмы продвижения трещин в керамических материалах с различной морфологией кристаллов. а – транскристаллитное и интеркристаллитное разрушение алюмооксидной керамики; б – отклонение траектории распространения трещины в присутствии пластин гексаалюмината стронция, в – формирование трещин-сателлитов в присутствии пластин гексаалюмината стронция, г – смешанное (продольное и поперечное) разрушение пластин SrAl₁₂O₁₉ трещиной, д – разрушение пластины SrAl₁₂O₁₉ с остановкой трещины

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Основным фактором, препятствующим использованию алюмоциркониевых керамических материалов при изготовлении машиностроительных и биомедицинских изделий ответственного назначения, является относительно невысокий уровень их трещиностойкости. Одно из наиболее рациональных решений данной проблемы заключается в формировании структуры, способствующей торможению магистральных трещин, и связано с синтезом в керамике включений гексаалюмината стронция $SrAl_{12}O_{19}$.

2. Установлено, что при термической обработке субмикронных порошковых смесей гексаалюминат стронция формируется в два этапа. При нагреве в диапазоне температур 900–1200 °C оксиды $\alpha-Al_2O_3$ и SrO взаимодействуют между собой с образованием моноалюмината ($SrAl_2O_4$), а в температурном интервале 1200–1500 °C образуется соединение $SrAl_{12}O_{19}$. Введение диоксида циркония в количестве 50 вес. % в порошковую смесь $\alpha-Al_2O_3-SrO$ не влияет на последовательность химических реакций при твердофазном синтезе оксидов, однако способствует смещению температурного диапазона интенсивного образования гексаалюмината стронция в область более высоких температур (1400–1500 °C).

3. Установлено, что размеры кристаллов оксида алюминия в композиционной керамике $Al_2O_3-SrAl_{12}O_{19}$ меньше, чем в алюмооксидной керамике без каких-либо добавок, спеченной в одинаковых температурно-временных условиях. Показано, что с увеличением количества оксида стронция, вводимого в порошковую смесь, а, следовательно, с увеличением объемной доли включений $SrAl_{12}O_{19}$ эффект измельчения зерен Al_2O_3 возрастает. Максимальный размер кристаллов Al_2O_3 в алюмооксидной керамике составлял 1,5 мкм, в композиционной керамике этот параметр был менее 1,0 мкм. Таким образом в присутствии гексаалюмината стронция зеренная структура может быть измельчена более чем на 30 %.

4. На основании данных рентгенофазового анализа и электронной микроскопии предложена схема формирования в субмикронной алюмооксидной матрице кристаллов гексаалюмината стронция, включающая стадии образования моноалюмината стронция и пластин соединения $SrAl_{12}O_{19}$ в процессе спекания смеси оксидов Al_2O_3-SrO .

5. Введение в исходную порошковую смесь 20 вес. % диоксида циркония сопровождается полуторакратным снижением среднего размера зерна Al_2O_3 в спеченной керамике. При дальнейшем увеличении количества ZrO_2 до 85 вес. % эффект измельчения структуры проявляется значительно в меньшей степени. Анализ механических свойств исследуемых материалов показал, что с позиции сочетания показателей прочности, твердости и трещиностойкости наиболее рационально равное соотношение структурных составляющих композиционной керамики (50 вес. % Al_2O_3 : 50 вес. % ZrO_2). Полученный из такой смеси керамический материал обладает пределом прочности при изгибе на уровне 1000 МПа (максимальное значение среди материалов всех серий), средними значениями трещиностойкости $6,5 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ (при нагружении по схеме четырехточечного изгиба) и микротвердости 1800 HV.

6. Экспериментально доказана эффективность малых количеств гексаалюмината стронция, вводимых для повышения трещиностойкости керамических материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$. При проведении испытаний материалов по методу SEVNB установлено, что образование в разработанных керамических материалах

пластинчатых кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ сопровождается ростом трещиностойкости в сравнении с аналогичными материалами без включений гексаалюмината стронция. Наиболее высокие значения критического коэффициента интенсивности напряжений, зафиксированные при испытании образцов, содержащих 47 вес. % Al_2O_3 , 3 вес. % $SrAl_{12}O_{19}$ и 50 вес. % ZrO_2 , достигают $9 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, что в три раза превышает аналогичный показатель для алюмооксидной керамики при сохранении предела прочности при изгибе на уровне 800 МПа и микротвердости на уровне 1800 HV.

7. Установлено влияние блочного и фрагментарного строения гексаалюмината стронция на траекторию распространения трещин, возникающих при индентировании субмикронных керамических материалов системы $Al_2O_3-ZrO_2$, содержание пластинчатых кристаллов $SrAl_{12}O_{19}$ в которых не превышает 3 вес. %, а их продольный размер составляет не более 3 мкм. Выявленные механизмы торможения трещин связаны с отклонением траектории их распространения и продвижением вдоль ослабленных межфазных границ, формированием трещин-сателлитов, разрушением пластин гексаалюмината стронция $SrAl_{12}O_{19}$. Экспериментально зафиксирован механизм разрушения пластинчатых кристаллов по границам блоков и расположенных внутри них фрагментов.

8. Разработан и запатентован способ получения плотных керамических материалов на основе оксида алюминия (патент RU2571876C1) с высокими физико-механическими характеристиками, удовлетворяющих медицинским требованиям и пригодных для производства биомедицинских имплантатов. Разработанные технологические решения, позволяющие получать керамические изделия системы $Al_2O_3-ZrO_2$ с пластинчатыми включениями $SrAl_{12}O_{19}$, отличающиеся высокой прочностью на изгиб, высокими значениями твердости и трещиностойкости, используются в АО «НЭВЗ-КЕРАМИКС» при изготовлении эндопротезов тазобедренного и коленного суставов, а также апробированы в ООО ИХ «ЭкоНова» на примере керамических шайб, используемых в конструкции жидкостного хроматографа и в ООО «Гло-Бел лаб» на примере поверхностного упрочнения штоков плунжерных насосов.

9. Результаты проведенных исследований используются в учебном процессе Новосибирского государственного технического университета в лекционных курсах и при выполнении лабораторных работ по дисциплинам «Основы технической керамики», «Наноструктурированные керамические материалы», «Прогрессивные материалы и технологии».

Перспективы дальнейшей разработки темы

Проведенные исследования показали перспективность разработки керамических материалов для изготовления изделий, отличающихся высокой прочностью, твердостью и трещиностойкостью. В частности, к таким изделиям относятся сменные режущие пластины для чистовой и отделочной механической обработки материалов с высоким уровнем твердости, детали запорной арматуры в устройствах высокого давления, детали высокоскоростных подшипниковых узлов. К перспективным направлениям развития тематики диссертационной работы относятся поиск новых метастабильных фаз и модифицирование известных, а также получение многокомпонентных материалов, содержащих слоистые соединения. Дополнительные исследования позволят адаптировать керамические материалы к конкретным условиям эксплуатации и расширить область их применения.

Список основных научных публикаций по теме диссертации:

В изданиях, рекомендованных ВАК

1. Структура и трещиностойкость керамики на основе Al_2O_3 и ZrO_2 с добавкой $SrAl_{12}O_{19}$ / Н. Ю. Черкасова, А. А. Батаев, С. В. Веселов, Р. И. Кузьмин, Н. С. Стукачева, Т. А. Зимоглядова // Письма о материалах. – 2019. – Т.9. – №2. – С. 179-184
2. Влияние процентного содержания $SrAl_{12}O_{19}$ на трещиностойкость алюмоциркониевой керамики / Н. Ю. Черкасова, А. А. Батаев, С. В. Веселов, Р. И. Кузьмин, А. В. Фелюфьянова, Л. С. Чемерис // Огнеупоры и техническая керамика. – 2019. – № 4-5. – С. 18–23.
3. Влияние молекулярной массы технологической добавки ПЭГ на структуру и свойства 3Y-TZP керамики / Н. Ю. Черкасова, С. В. Веселов, А. В. Фелюфьянова, Р. И. Кузьмин, Р. А. Максимов, Р. Р. Хабиров // Огнеупоры и техническая керамика. – 2018. – № 11-12. – С. 9-15
4. Влияние режимов предварительного свободного спекания Al_2O_3 -(3Y)ZrO₂ керамики на структуру и свойства заготовок для последующего ГИП / Р. И. Кузьмин, С. В. Веселов, Н. Ю. Черкасова, А. В. Фелюфьянова, В. И. Квашнин, Е. Д. Зыкова // Огнеупоры и техническая керамика. – 2018. – № 11-12. – С. 16-21. –
5. *Change of the phase composition and strength of Al_2O_3 -ZrO₂-ceramic after hydrothermal aging* / S. Veselov, R. Kuzmin, N. Cherkasova, N. Stukacheva, Y. Maljutina, V. Skiba // *Glass and Ceramics*. – 2018. – Vol. 74. – № 11–12. – P. 415–419
6. Структура и механические свойства керамических материалов системы Al_2O_3 -ZrO₂ / С. В. Веселов, Н. С. Стукачева, Р. И. Кузьмин, Н. Ю. Черкасова, М. Ю. Перепёлкин, А. Л. Мызь // Научный вестник Новосибирского государственного технического университета. – 2016. – № 4 (65). – С. 207-217
7. Эффективность использования нанодисперсного порошка диоксида циркония для упрочнения алюмооксидной керамики / Н. С. Стукачева, С. В. Веселов, Н. Ю. Черкасова, Р. И. Кузьмин, Н. А. Неупокоев, А. В. Фелюфьянова // Доклады Академии наук высшей школы Российской Федерации. – 2016. – № 4(33). – С. 33-42
8. *Microstructure and properties of 3Y-TZP ceramic fabricated using PEG temporary binder* / S. Veselov, N. Cherkasova, R. Kuzmin, E. Drobyaz, A. Felofyanova, Y. Kalugina // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2018. – Vol. 286. – 2017. – Art. 012022 (5 p.)

В прочих изданиях

9. Оценка свойства Al_2O_3 -керамики с добавкой $SrAl_{12}O_{19}$ / Н. Ю. Черкасова, Р. И. Кузьмин, Е. А. Пурис, Р. Р. Хабиров // Перспективные материалы конструкционного и медицинского назначения: сборник тр. Международной науч.-техн. мол. конф., Томск, 26-30 ноября 2018 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2018. – С. 258-259
10. Структура и свойства алюмооксидной керамики с добавкой гексаалюмината стронция / А. В. Фелюфьянова, Н. Ю. Черкасова, Р. И. Кузьмин, А. А. Батаев // Наука. Технологии. Инновации: сборник науч. тр. Всерос. науч. конф., Новосибирск, декабрь 2018 г. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2018. – Ч. 3. – С. 275-278
11. Исследование способов повышения плотности компактов оксидной биокерамики / А. В. Фелюфьянова, Н. Ю. Черкасова, Р. И. Кузьмин, С. В. Веселов // Химические технологии функциональных материалов: материалы III Международной Российско-Казахстанской конф. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2017. – С. 185-187
12. Эффективность использования пластинчатых структур для повышения трещиностойкости оксидной керамики / Н. Ю. Черкасова, Р. И. Кузьмин, Н. А. Неупокоев, Я. Г. Калугина // Современные технологии и материалы новых

поколений: сборник трудов Международной конференции, г. Томск, 09-13 октября 2017 г. – Томск: Изд-во ТПУ. – 2017. – С. 344-345

13. Создание керамического материала с субмикроструктурной структурой / Н. Ю. Черкасова, Н. С. Белоусова, С. В. Веселов, Р. И. Кузьмин, М. Ю. Перепелкин, А. В. Фелофьянова, Р. С. Воробьев // *Science for the Future*. 1ая ежегод. российская нац. конф. по нанотехнологиям, наноматериалам и микросистемной технике, Новосибирск, 26-29 июня. – Новосибирск: Изд-во НГТУ. – 2016. – С. 123-127

14. Исследование прочности ZrO_2 керамики при изменении режимов прессования / Н. Ю. Черкасова, А. В. Фелофьянова, Н. А. Неупокоев, Н.С. Стукачева // Наука. Технологии. Инновации: сборник научных трудов Всерос. науч. конф. молодых ученых в 9 ч. – Новосибирск: Изд-во НГТУ. – 2018. – Ч. 3. – С. 204-205

15. Влияние времени выдержки при спекании на структуру и свойства плотной керамики / С. В. Веселов, Н. Ю. Черкасова, М. Ю. Перепелкин, А. О. Лазарев // *Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении: сб. тр. Междунар. конф.*, Томск, ноябрь 2015 г. – Томск: Изд-во ТПУ. – 2015. – С. 183-185.

16. Веселов С. В. Оценка влияния способа диспергирования порошка диоксида циркония на структуру и свойства $Al_2O_3-ZrO_2$ керамики / С. В. Веселов, Н. Ю. Черкасова, Р. С. Тимаревский // *Инновационные технологии и экономика в машиностроении: сб. тр. Междунар. конф.*, Юрга 22-23 мая 2014 г. – Томск: Изд-во ТПУ. – 2014. – С. 445-448

17. *Veselov S. V. The influence of zirconia powder dispersion technique on microstructure and properties of $Al_2O_3 - ZrO_2$ ceramic / S. V. Veselov, N. Y. Cherkasova, R. S. Timarevskiy // Applied Mechanics and Materials. – 2014. – Vol. 682. – P. 109-112.*

18. Оценка влияния добавки диоксида циркония на структуру и свойства алюмооксидной керамики / С. В. Веселов, Н. С. Белоусова, Н. Ю. Черкасова, О. А. Горяйнова, Е. В. Мельникова, А. О. Лазарев // *Актуальные проблемы в машиностроении.* – 2014. – №. 1. – С. 473-477.

Патенты:

1. Пат. № 2571876 Российская Федерация, С04В 35/111 (2006.01), С04В 35/626 (2006.01). Способ получения керамики / Батаев В. А., Веселов С. В., Тюрин А. Г., Белоусова Н. С., Батаев А. А., Рахимьянов Х. М., Шемякина И. В., Аронов А. М., Медведко О. В., Медведко В. С., Черкасова Н. Ю., Мельникова Е. В., Горяйнова О. А., Тимаревский Р. С., Ануфриенко Д. А.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО Новосибирский государственный технический университет. – 2014151238/03; заявл. 18.12.2014, опубл. 27.12.15, Бюл. № 36, 6 с.

2. Пат. № 189195 Российская Федерация, С04В 35/119 (2019.02), С04В 35/78 (2019.02), С04В 35/6455 (2019.02). Керамический композиционный материал / Веселов С. В., Тюрин А. Г., Рахимьянов Х. М., Иванцовский В. В., Медведко О. В., Кузьмин Р. И., Аникеева И. Л., Черкасова Н. Ю., Локтионов А. А., Рахимьянов А. Х., Батаев В. А., Рахимьянов К. Х., Смирнов А. И.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО Новосибирский государственный технический университет. – 2018139642; заявл. 12.11.2018, опубл. 15.05.2019, Бюл. № 14, 10 с.

Отпечатано в типографии Новосибирского
государственного технического университета
630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20,
Тел./факс: (383)346-08-57
формат 60x84 1/16, объем 1,25 п.л., тираж 100 экз.
заказ № 1418 подписано в печать 17.10.2019 г.