

## **Otrzymywanie i właściwości nanoproszków dwutlenku cyrkonu stabilizowanego tlenkiem wapnia**

Anna Łabuz, Waldemar Pyda

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, e-mail: [alabuz@agh.edu.pl](mailto:alabuz@agh.edu.pl)

W pracy przedstawiono metodę otrzymywania nanoproszków w układzie CaO-ZrO<sub>2</sub> w wyniku krystalizacji hydrotermalnej współstrąconych żeli i przemywania proszków wodnym roztworem węglanu amonu. Żele 16CaO-ZrO<sub>2</sub> i 6CaO-ZrO<sub>2</sub> współstrącone z wodnych roztworów chlorków cyrkonylu i wapnia za pomocą wodnego roztworu wodorotlenku sodu (4M) krystalizowano hydrotermalnie w 240 °C przez 4 h. Wykrystalizowane proszki przemyto 15-procentowym, wodnym roztworem węglanu amonu i wysuszono do stałej masy w temperaturze 105°C. Każdy etap, w którym dochodziło do odprowadzania roztworu z układu, kontrolowany był za pomocą metody ICP, aby ocenić straty wapnia powstałe podczas preparatyki. Skład fazowy i chemiczny nanoproszków oznaczono odpowiednio metodami dyfrakcji i fluorescencji rentgenowskiej. Morfologię krystalitów charakteryzowano przy użyciu mikroskopii transmisyjnej. Powierzchnię właściwą i rozkład wielkości cząstek badanych nanoproszków zmierzono metodami BET (adsorpcja azotu) i DLS (dyfrakcja laserowa). Przedstawiono charakterystykę zagęszczania otrzymanych proszków na podstawie krzywej prasowania i krzywej dylatometrycznej. Zastosowana metoda przemywania wodnym roztworem węglanu amonu minimalizuje straty wapnia podczas procesu przemywania umożliwiając otrzymywanie nanoproszków CaO-ZrO<sub>2</sub> o założonym składzie chemicznym.

### **Preparation and properties of calcium oxide stabilized zirconia nanopowders**

The work concerns the study on the preparation of calcium oxide stabilized zirconia nanopowders via hydrothermal crystallization of co-precipitated gels followed by washing with an aqueous solution of ammonium carbonate. The calcia-zirconia hydrogels were co-precipitated from an aqueous solution of zirconyl and calcium chlorides with a solution of sodium hydroxide (4M), and hydrothermally treated for 4 h at 240 °C to crystallize zirconia nanopowders containing 16 mol.% and 6 mol.% CaO in the solid solution. The obtained nanopowders were washed with a solution of 15% ammonium carbonate in water, and dried at 105 °C. The ICP method was applied to control losses of calcium species. The phase and

chemical compositions of the nanopowders were determined by X-ray diffraction and X-ray fluorescence analysis, respectively. Transmission electron microscopy, laser diffraction (DLS) and nitrogen adsorption (BET) methods were used to characterize the nanopowders. The densification behaviour of nanopowders was analyzed by determination of compaction and dilatometric curves. The proposed method of preparation of calcia-zirconia nanopowder limits losses of calcium species due to the washing, and saves stoichiometry of the solid solution.