

УДК 621.762

ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ Al_2O_3

Шевченко А. А.¹⁾, Виолетий Д. Р.¹⁾, Ломоносов В. А.²⁾¹⁾ *Институт порошковой металлургии НАНБ, г. Минск, Беларусь.*²⁾ *Институт общей неорганической химии*

Изучены закономерности прессования композиций ультрадисперсных и микронных порошков на основе Al_2O_3 . Показано, что ультрадисперсные добавки от 5 до 20 об.% улучшают не только прессуемость композитов, но и меняют характер излома спеченных образцов от чисто интеркристаллитного до смешанного интер- и транскристаллитного. Исследовано влияние размера исходных частиц порошков, составляющих композит, на твердость, прочность на сжатие и трещиностойкость экспериментальных образцов после спекания в интервале температур 1300-1600⁰С. Наиболее высокие значения твердости (92 HRA), трещиностойкости (до 4,6 МПа·м^{1/2}) и предела прочности на сжатие (1200 МПа) получены для композита на основе электрокорунда марки М1 с добавкой Mn_2O_3 после спекания при 1550⁰С (при размере зерен ~ 1 мкм).

Перспективным направлением современной порошковой технологии является создание композитных керамик с высокими механическими и функциональными свойствами. В частности, сочетание тонкой структуры и высокой твердости керамики обеспечивает их более высокую износостойкость при трении, а развитость границ между кристаллами в сочетании с твердостью и тугоплавкостью может приводить к повышенным характеристикам в широких диапазонах тепловых и механических нагрузок.

В связи с этим, целью данной работы является исследование влияния размерных факторов на структуру, твердость, прочность на сжатие и трещиностойкость композитов на основе оксида алюминия.

Объектами данного исследования были различные порошки Al_2O_3 , как микронного, так и нанометрового диапазона. Были приготовлены композиции из смеси указанных выше порошков. Композиции готовились смешиванием и измельчением в планетарной мельнице САНД в этиловом спирте в течение 1 ч и последующей сушкой в сушильном шкафу.

Прессование исходных порошков и полученных смесей проводили статическим методом на разрывной машине ZD-40 в интервале давлений 100-700 МПа с использованием в качестве связующего ПВС. Спекание полученных образцов осуществляли в течение 0,5 - 4 ч в камерной лабораторной электропечи ВТП 12/15 в воздушной атмосфере и в вакууме в печи СНВ-1.3.1/20И1. Температуры спекания варьировали в диапазоне 1300 - 1600⁰С.

Изучено влияние давления статического прессования и дисперсного состава композитов на плотность образцов прессовок (рис. 1,2).

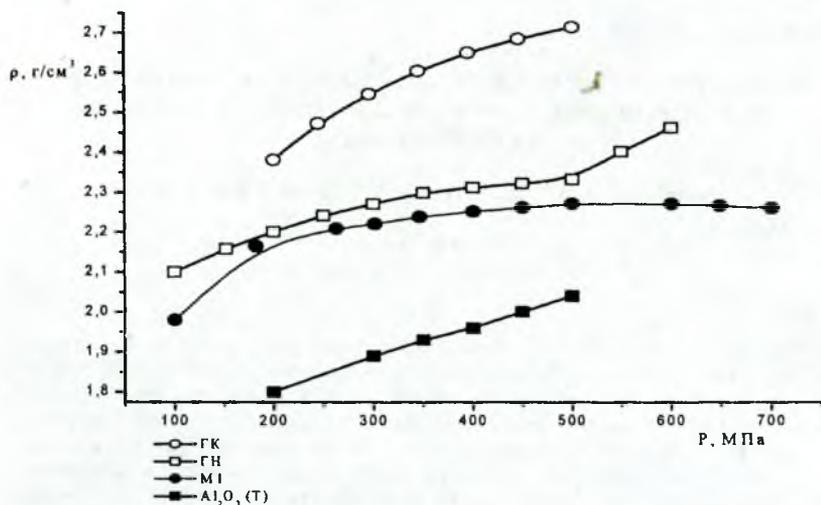


Рис. 1. Зависимость "плотность – давление статического прессования" для образцов из порошков различного дисперсного состава: GK(10мкм), GN(5мкм), M1(1мкм), Al₂O₃ (T) – 0,2 мкм.

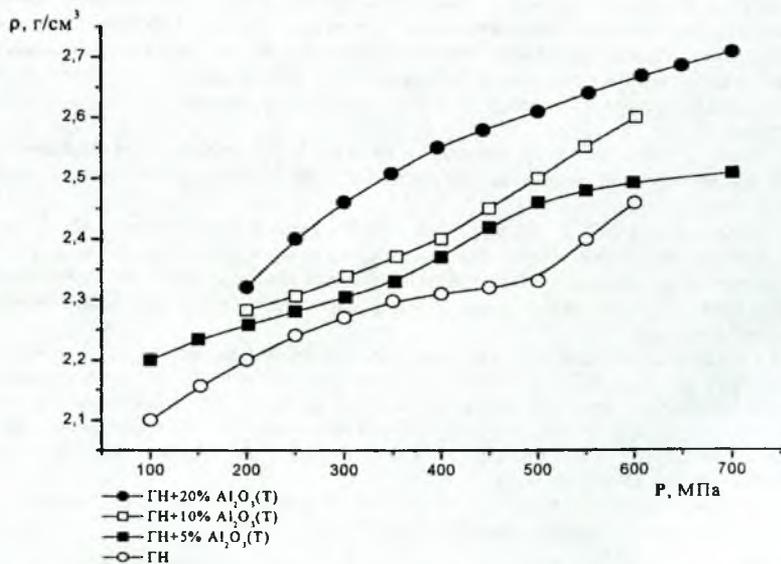


Рис. 2. Влияние давления статического прессования на плотность образцов на основе технического глинозема марки GN с различным содержанием ультрадисперсной добавки Al₂O₃.

Анализ данных закономерностей показал, что плотность прессовок одной химической природы из смесей микронных порошков ГК(ГН, М1) и наноразмерных порошков Al_2O_3 во всех случаях была выше, чем плотность прессовок из исходных наноразмерных или микронных порошков. Аналогичная ситуация наблюдалась и для композиций на основе ГК, ГН, М1 и добавок 5, 10, 20 об.% Ta_2O_5 (рис.3). Следовательно, добавки от 5 до 20 об.% наноразмерных и субмикронных порошков как одной, так и разной химической природы, улучшают прессуемость и формуемость композиционной шихты. В то же время плотность прессовок из наноразмерных порошков плазмохимического синтеза ($d \sim 80$ нм) Al_2O_3 и TiN была на 10-15% выше, чем плотность прессовок на основе смеси этих порошков.

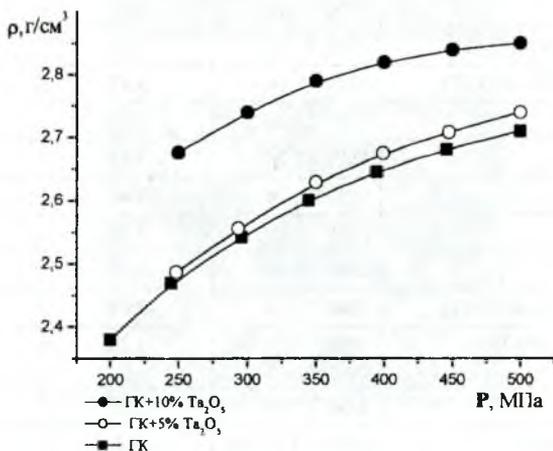


Рис. 3. Влияние давления статического прессования на плотность образцов на основе технического глинозема марки ГК с различным содержанием ультрадисперсной добавки Ta_2O_5 .

Исследовано влияние дисперсного состава исходного материала и режимов спекания композитов на их плотность (относительную плотность) и микроструктуру (табл.1, рис.4). Установлено, что с ростом размера частиц исходных чистых порошков Al_2O_3 (М1, ГН, ГК, соответственно, средний размер частиц 1 мкм, 5 мкм и 10 мкм) плотность спеченных керамик (1550°C, 2 ч) падает от 3,6 г/см³ (для М1) до 2,8 г/см³ (для ГК). Введение в указанные выше исходные материалы до 20 об.% наноразмерного порошка Al_2O_3 способствовало повышению плотности спеченного материала на основе М1 и ГН примерно на 5-10%. Это, по-видимому, связано с сегрегацией ультрадисперсных частичек по границам матричных зерен и высокой скоростью диффузии матрицы через сегрегированную фазу.

Таблица 1. Влияние дисперсного состава исходного материала и режимов спекания композитов на их плотность (относительную плотность).

| № п/п | Состав материала | Режимы спекания | Плотность, ρ , г/см ³ | Относительная плотность, $\rho_{отн.}$, % |
|-------|---|---------------------------|---------------------------------------|--|
| 1 | ГН | 1410 °С, 1ч | 2,37 | 62,3 |
| 2 | ГН+5 об.% Al ₂ O ₃ (Т) | 1410 °С, 1ч | 2,42 | 62,4 |
| 3 | ГН+10об.% Al ₂ O ₃ (Т) | 1410 °С, 1ч | 2,8 | 72 |
| 4 | М1 | 1410 °С, 1ч | 3,3 | 85 |
| 5 | М1+5 об.% Al ₂ O ₃ (Т) | 1410 °С, 1ч | 3,36 | 86 |
| 6 | М1+10 об.% Al ₂ O ₃ (Т) | 1410 °С, 1ч | 3,43 | 88 |
| 7 | М1 | 1550 °С, 2ч | 3,62 | 93 |
| 8 | ГН | 1550 °С, 2ч | 3,42 | 88 |
| 9 | ГН | 1580 °С, 1ч | 3,46 | 89 |
| 10 | М1 | 1580 °С, 1ч | 3,56 | 92 |
| 11 | М1 | 1600 °С, 1ч | 3,53 | 91 |
| 12 | М1+10 об.% Al ₂ O ₃ (Т) | 1580 °С, 1ч | 3,64 | 93,8 |
| 13 | Al ₂ O ₃ (Т)+20%TiN | 1500 °С, 2ч., (вакуум) | 3,26 | 83 |
| 14 | ГК | 1550 °С, 2ч | 2,8 | 72 |
| 15 | ГК+5% Ta ₂ O ₅ | 1550 °С, 2ч., (воздух) | 3,3 | 85 |
| 16 | М1+1% MgO | 1550 °С, 2ч | 3,49 | 85 |
| 17 | М1+1%TiO ₂ | 1550 °С, 2ч | 3,87 | 97 |
| 18 | М1+1%Mn ₂ O ₃ | 1550 °С, 2ч | 3,84 | 96 |

Изучены микрофотографии изломов экспериментальных образцов (рис.4). Показано, что введение в материалы на основе М1 и ГН 10,20 об. % наноразмерного порошка Al₂O₃ приводит к улучшению контактности частичек, большей степени их оплавления и росту размера кристаллитов, наблюдается переход от чисто интеркристаллитного до смешанного интер- и транскристаллитного излома. Это обеспечивает формирование более плотной микроструктуры и в дальнейшем может способствовать улучшению механических свойств композитов по сравнению с чистыми однокомпонентными материалами.

Определены механические свойства экспериментальных образцов из композитов на основе оксида алюминия (табл.2).

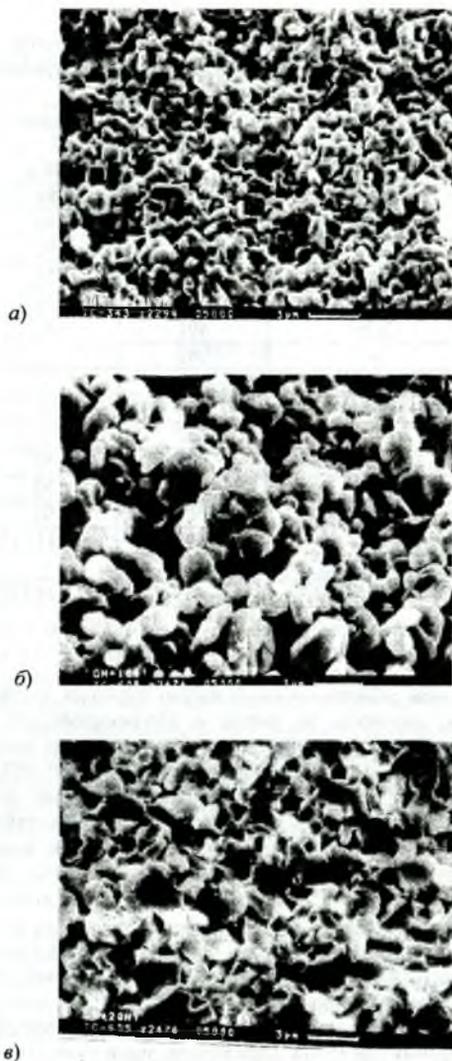


Рис. 4. Влияние содержания легирующей нанодобавки Al_2O_3 (Г) на микроструктуру статически спрессованной спеченной (1580°C , 1 ч) керамики на основе Al_2O_3 , а) – М1; б) – ГН + 10% Al_2O_3 ; в) – ГН + 20% Al_2O_3 .

Таблица 2. Повышение механических свойств некоторых композитов, спеченных при 1550 °С, 2 ч, по сравнению с чистыми материалами за счет введения второй фазы

| Материал | Трещиностойкость, K_{IC} , МПа·м ^{1/2} | Прочность при сжатии, $\sigma_{сж}$, МПа | Твердость, HRA | Размер зерна, L, мкм |
|---|--|---|------------------------|----------------------------|
| M1 | 2,26 | 460 | 88 | 1,0-1,8 |
| M1+10%Al ₂ O ₃ (T) | 2,6 | 682 | 90 | 1,5-3,0 |
| M1+20%Al ₂ O ₃ (T) | 2,7 | 840 | 91 | 2,5-5,1 |
| ГН | 2,07 | 353 | 84 | - |
| ГН+10%Al ₂ O ₃ (T) | 2,2 | 389 | 86 | 1,3-2,8 |
| ГН+20%Al ₂ O ₃ (T) | 2,26 | 407 | 87 | 1,5-2,5 |
| ГК | - | 202 | - | 10,0-11,0 |
| ГК+10%Al ₂ O ₃ (T) | - | 270 | - | - |
| ГК+20%Al ₂ O ₃ (T) | - | 350 | - | 10,0-11,0 |
| ГК+5%Ta ₂ O ₅ | - | 332 | - | 8,0-10,0 |
| M1+1%MgO | 2,84 | 903 | 92 | 0,6-1,4 |
| M1+1%Mn ₂ O ₃ | 4,58 | 1240 | 92 | 1,0-1,5 |
| M1+1%TiO ₂ | 4,62 | 709 | 91 | 1,0-1,5 |
| Al ₂ O ₃ (T) | 2,8 | 403 | H _v =11 ГПа | 1,0-2,5 |
| TiN | 1,7 | - | - | - |
| Al ₂ O ₃ (T)+20%TiN | 3,1 | - | H _v =14 ГПа | 1,0-1,8 |

Исследовано влияние размера исходных частиц порошков, составляющих композит, на их твердость, прочность на сжатие и трещиностойкость после спекания. Показано, что предел прочности на сжатие для композитов на основе технического глинозема ГК (дисперсность 10 мкм) изменялся от 200 до 350 МПа при изменении содержания наноразмерной компоненты в исходном материале от 0 до 20 об.%. Закономерностей изменения твердости и коэффициента трещиностойкости, спеченных в указанных режимах композитов, не установлено, вследствие высокой пористости образцов на основе технического глинозема марки ГК (15-20%). Для композита на основе электрокорунда марки М1 (дисперсность 1 мкм), изготовленного в тех же условиях, $\sigma_{сж}$ возрастало от 460 до 840 МПа, твердость по шкале HRA с 88 до 91, коэффициент трещиностойкости колебался в пределах 2,2-2,7 МПа·м^{1/2} с изменением содержания легирующего компонента от 0 до 20 об.%. Наиболее высокие значения твердости (92 HRA), трещиностойкости (до 4,6 МПа·м^{1/2}) и предела прочности на сжатие (1240 МПа) получены для композитов на основе электрокорунда марки М1 с добавкой Mn₂O₃, спеченных при 1550°С (при размере зерен ~1 мкм).