

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).

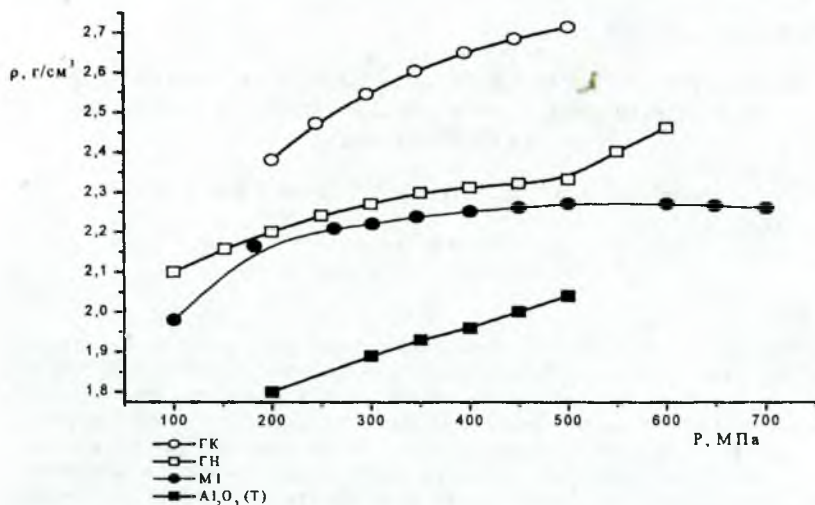


Рис. 1. Зависимость "плотность – давление статического прессования" для образцов из порошков различного дисперсного состава: GK(10мкм), GN(5мкм), M1(1мкм), Al_2O_3 (T) – 0,2 мкм.

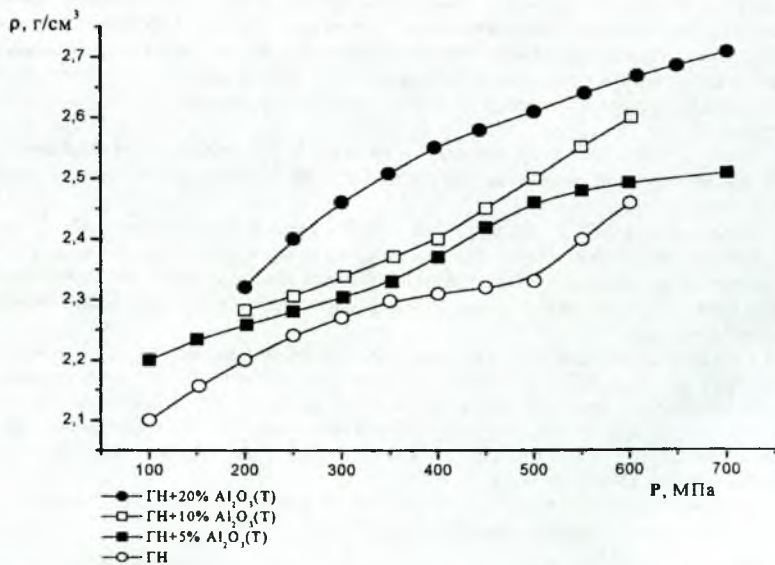


Рис. 2. Влияние давления статического прессования на плотность образцов на основе технического глинозема марки GN с различным содержанием ультрадисперсной добавки Al_2O_3 .

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.

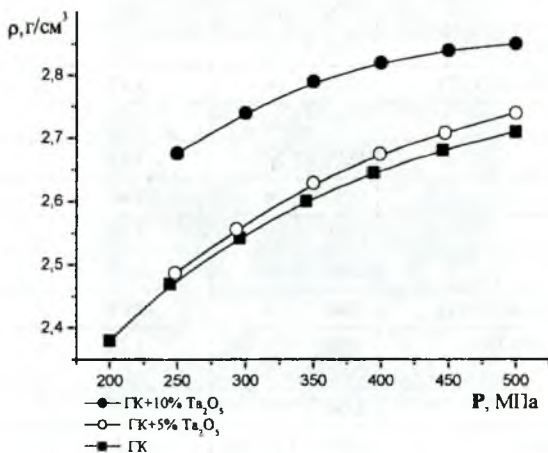


Рис. 3. Влияние давления статического прессования на плотность образцов на основе технического глинозема марки ГК с различным содержанием ультрадисперсной добавки Ta_2O_5 .

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).

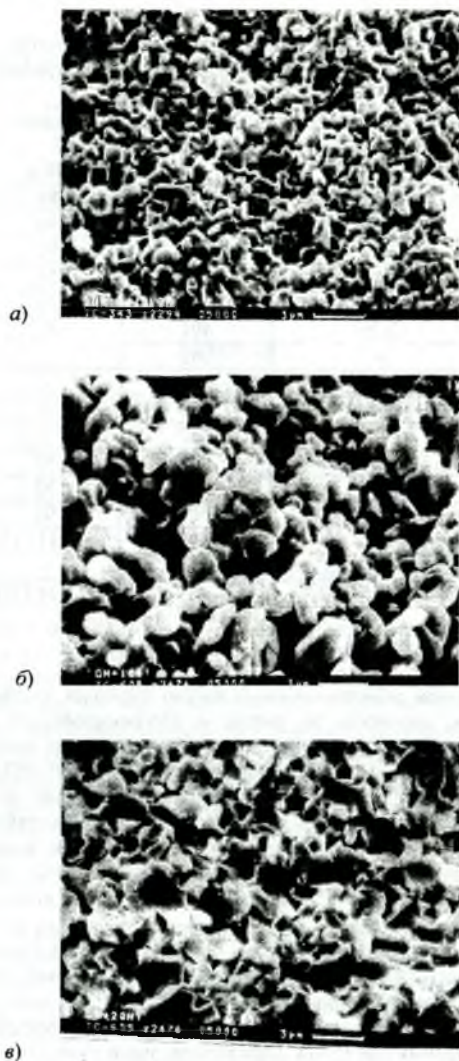


Рис. 4. Влияние содержания легирующей нанодобавки Al_2O_3 (Г) на микроструктуру статически спрессованной спеченной (1580°C , 1 ч) керамики на основе Al_2O_3 , а) – М1; б) – ГН + 10% Al_2O_3 ; в) – ГН + 20% Al_2O_3 .

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
М1	2,26	460	88	1,0-1,8
М1+10%Al ₂ O ₃ (Т)	2,6	682	90	1,5-3,0
М1+20%Al ₂ O ₃ (Т)	2,7	840	91	2,5-5,1
ГН	2,07	353	84	-
ГН+10%Al ₂ O ₃ (Т)	2,2	389	86	1,3-2,8
ГН+20%Al ₂ O ₃ (Т)	2,26	407	87	1,5-2,5
ГК	-	202	-	10,0-11,0
ГК+10%Al ₂ O ₃ (Т)	-	270	-	-
ГК+20%Al ₂ O ₃ (Т)	-	350	-	10,0-11,0
ГК+5%Ta ₂ O ₅	-	332	-	8,0-10,0
М1+1%MgO	2,84	903	92	0,6-1,4
М1+1%Mn ₂ O ₃	4,58	1240	92	1,0-1,5
М1+1%TiO ₂	4,62	709	91	1,0-1,5
Al ₂ O ₃ (Т)	2,8	403	H _v =11 ГПа	1,0-2,5
TiN	1,7	-	-	-
Al ₂ O ₃ (Т)+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).