

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДИСПЕРСНОСТИ СПЕКАЮЩИХ ДОБАВОК НА СИНТЕЗ ОКСИНИТРИДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

А.С. ШУЛЬЖЕНКО, И.Б. РЕВВА, А.А. ДИТЦ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: alshs93@mail.ru

INFLUENCE OF DISPERSION OF SINTERING ADDITION ON SYNTHESIS OXYNITRIDE MATERIALS

A.S.SHULZHENKO, I.B. REVVA, A.A.DITTS

National Research Tomsk Polytechnic University

E-mail: alshs93@mail.ru

Annotation. Problem of studying transparent ceramic materials is extremely important. In this paper is reviewed the effect of dispersion sintering additive yttrium oxide on the synthesis of aluminum oxynitride. Firing was conducted at 1850°C and held at a maximum temperature per 6 hours.

Исследования прозрачных керамических материалов обусловлено потребностями тех областей техники, использование стекла в которых ограничивает возможности приборов. Керамика становится прозрачной, если она не имеет поглощающих и рассеивающих центров, к которым в первую очередь можно отнести пористость и границы кристаллов. Таким образом, одним из основных требований при получении керамики с высокими оптическими свойствами является максимальное снижение остаточной пористости, особенно микропористости, которая интенсивно поглощает и рассеивает свет [1]. Этого можно достигнуть путем введения добавок для спекания, которые способствуют уплотнению, образуя жидкую фазу.

Целью исследования является изучение влияния дисперсности добавок на процессы синтеза оксинитрида алюминия. Существует несколько методов получения оксинитрида алюминия, такие как: реакционное спекание [2], микроволновое спекание [3], карботермическое азотирование оксида алюминия [4, 5].

В качестве основных компонентов для синтеза оксинитрида алюминия использовали порошок Al_2O_3 Almatis 3000 (Германия), который представляет собой мелкодисперсный порошок белого цвета, с насыпной плотностью $0,996 \text{ г/см}^3$. В качестве второго основного компонента использовали порошок нитрида алюминия, полученный методом СВС, марки СВС-И (Россия). Исходный порошок имеет светло-серый цвет, насыпную плотность – $0,460 \text{ г/см}^3$.

В качестве спекающей добавки был выбран оксид иттрия. Используемый микронный порошок оксида иттрия имеет удельную площадь поверхности $18,1 \text{ м}^2/\text{г}$ со средним размером частиц $1,5 \text{ мкм}$. Для изучения влияния дисперсности вводимых добавок на синтез оксинитридной фазы использовали наноразмерный порошок оксида иттрия, площадь удельной поверхности которого составила $41,4 \text{ м}^2/\text{г}$, средний размер частиц $0,08 \text{ мкм}$.

По данным рентгенофазового анализа, как микронный порошок, так и наноразмерный порошок сложены единственной фазой – кубический Y_2O_3 .

На микрофотографиях (рис. 1) видно, что частицы порошка микронного размера имеют неправильную чешуйчатую форму. Большая часть порошка сложена

частицами размером больше 1 мкм. В то время как, большая часть частиц нанопорошка имеет размер меньше 0,1 мкм, из-за повышенной поверхностной энергии частицы активно агломерируют в шаровидные формы.

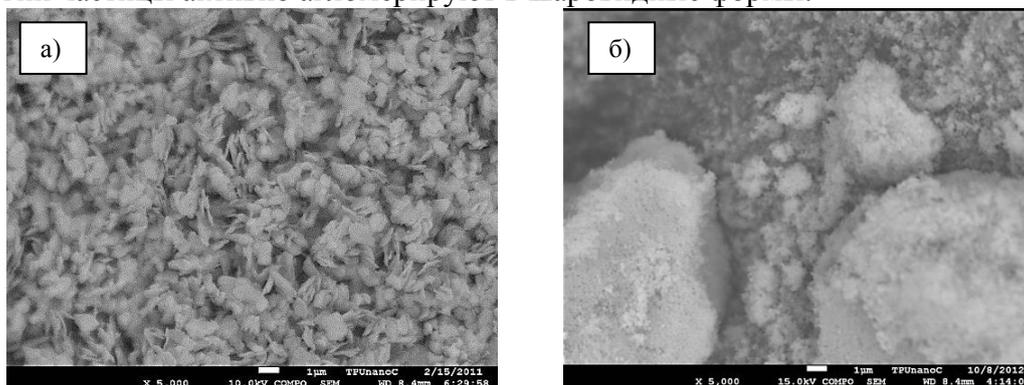


Рисунок 1 – Микрофотографии (x 5000) исходных порошков Y_2O_3 : а) микронного размера, б) нанопорошок

Для получения оксинитрида алюминия заданного состава γ -AlON рассчитывали соотношение исходных компонентов согласно фазовой диаграмме $AlN-Al_2O_3$ [6]. Для оценки действия спекающих добавок исследовали состав без добавок – состав Б, состав с микронным порошком оксида иттрия – И-1, с нанопорошком – И-3.

С целью равномерного распределения добавок и исходных порошков сырьевые смеси готовили следующим образом. Навески порошков смешивали в планетарной мельнице по мокрому способу в инертной среде. Приготовленную суспензию высушивали при 60 °С. Для обеспечения более полного контакта между частицами формовали образцы в виде дисков диаметром 30 мм и высотой 3 – 4 мм при удельном давлении прессования 70 МПа.

Спекание проводили в токе азота при температуре 1850 °С с выдержкой при максимальной температуре в течение 6 часов. После обжига определяли линейную усадку и пористость образцов, данные на рисунке (рис. 2).

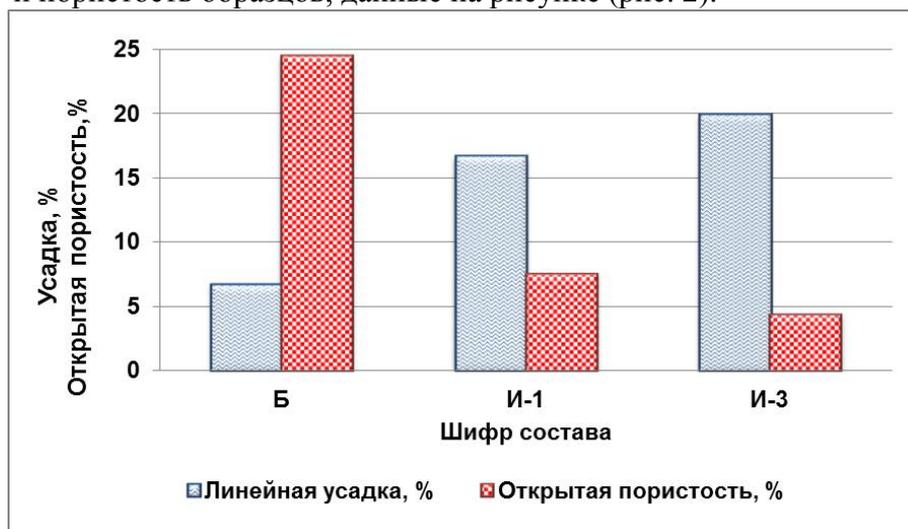


Рисунок 2 – Свойства обожженных образцов

Установлено, что введение добавок оксида иттрия любой дисперсности приводит к интенсификации процессов спекания по сравнению с составом без добавок. При этом добавка нанопорошка оксида иттрия приводит к более интенсивному спеканию по сравнению с микронным порошком Y_2O_3 , что подтверждается данными определения усадки и открытой пористости обожженных образцов. Бездобавочный состав после обжига имеет усадку 6,7 %, образцы состава И-3 дают большую усадку (20,0 %), чем состава И-1 (16,7 %). При этом в случае использования наноразмерного порошка оксида иттрия открытая пористость в 1,6 раза меньше, чем в случае использования микронного порошка, и в 5 раз меньше, чем у бездобавочного состава. Это может быть связано с образованием наиболее плотной упаковки и равномерным распределением жидкой фазы.

Фазовый состав обожженных образцов (рис. 3) оценивали с помощью рентгенофазового анализа. Основными фазами во всех образцах со спекающими добавками являются: оксинитрид алюминия (γ -AlON) (PDF 000-18-0052), нитрид алюминия (AlN) (PDF 000-08-0262), и оксикарбид алюминия (Al_4O_4C).

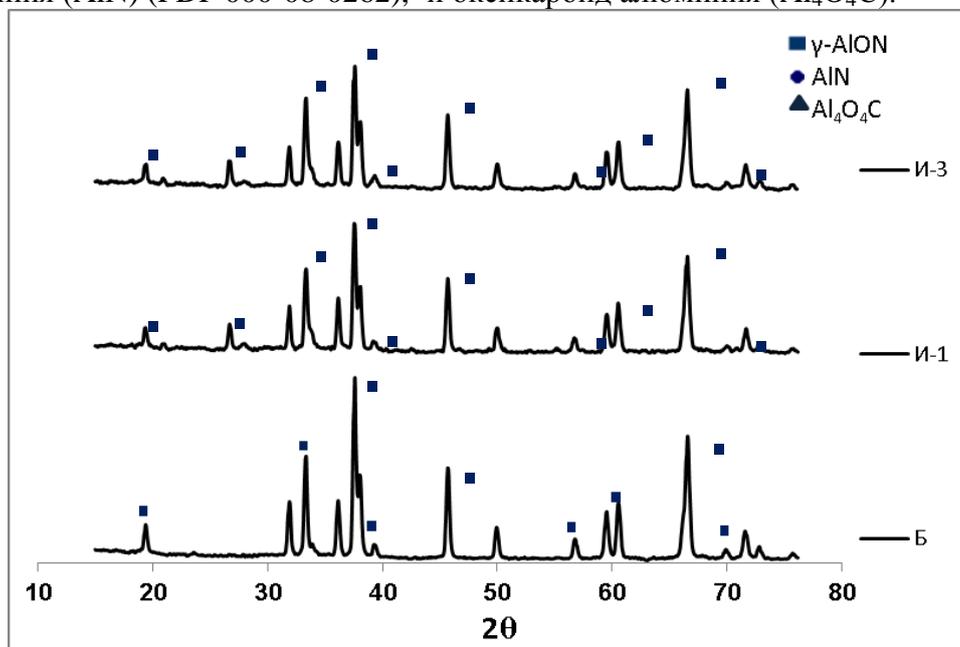


Рисунок 3 – Дифрактограммы обожженных образцов

Наличие остаточного нитрида алюминия в составе обожженных образцов связано с недостатком оксида алюминия, часть которого прореагировала с углеродом с образованием оксикарида алюминия. Синтез оксикарида алюминия связан с особенностями обжига, проводимого в графитовой печи.

В результате выполненных работ установлено, что введение наноразмерной спекающей добавки оксида иттрия более эффективно по сравнению с микронным порошком Y_2O_3 . При этом образцы обладают большей усадкой и меньшей пористостью.

Список литературы

1. Лукин Е.С., Попова Н.А., Ануфриева Е.В. и др. Современная оксидная керамика и области ее применения. // Известия Академии инженерных наук им. А.М. Прохорова. – 2014. - № 2. – С. 30 – 38.

2. J. McCauley, N. Corbin. Phase Relations and Reaction Sintering of Transparent Cubic Aluminum Oxynitride Spinel (AlON) // Journal American Ceramic Society. – 1979. – Vol. 62. – P. 476-479.
3. Jiping Cheng, D. Agrawal. Microwave reactive sintering to fully transparent aluminumoxynitride (ALON) ceramics // Journal of Materials Science Letters. – 2001. – Vol. 20. – P. 77–79.
4. Jie Zheng, Bertil Forslund. Carbothermal Synthesis of Aluminium Oxynitride (AlON) Powder: Influence of Starting Materials and Synthesis Parameters// Journal of the European Ceramic Society. – 1995. – Vol. 15. – P. 1087-1100.
5. Ying Wang, Xiumin Xie, et al. Two-step preparation of AlON transparent ceramics with powder synthesized by aluminothermic reduction and nitridation method // Journal of Materials Research. – 2014. – Vol. 29. – No. 19. – P. 2325-31.
6. ALON. A brief history of its emergence and evolution // Journal of the European Ceramic Society. – 2009. – Vol. 29. – P. 223–236.

ПОВЫШЕНИЕ АКТИВНОСТИ КОМПОЗИЦИОННОГО ВЯЖУЩЕГО

Р.С. ФЕДИУК, Д.А. ХРАМОВ

Дальневосточный федеральный университет

E-mail: roman44@yandex.ru

INCREASED ACTIVITY OF COMPOSITE BINDERS

R.S. FEDIUK, D.A. KHRAMOV

Far Eastern Federal University

E-mail: roman44@yandex.ru

***Annotation.** Created composite binder of Portland cement (51-59 wt.%), Fly ash of thermal power plants (36-44 wt.%), Limestone crushing waste (4-9 wt.%) And dry hyperplasticizer (0.2 wt.%) which can be used in the building materials industry in the production of high-strength concretes. Binder composite obtained by co-milling the components in vario planetary mill to a specific surface of 550-600 m² / kg. The technical result - the possibility of obtaining a composite binder with significant replacement of cement industrial waste, cost-effective and superior to Portland cement for construction and technical properties, increased activity. This allows for concrete walling with a compressive strength of 100 MPa, using more than 50% of industrial waste.*

Введение. Важнейшими задачами современности являются снижение энергоемкости получения эффективных строительных композитов, улучшение экологической обстановки, оптимизация системы «человек-материал-среда обитания». Эти проблемы характерны и для Дальневосточного региона Российской Федерации, приоритетное развитие которого является важнейшей государственной задачей.

Промышленность строительных материалов широко использует в виде конструкционного материала бетон на цементном вяжущем и природных заполнителях. В то же время в Дальневосточном регионе в результате деятельности предприятий горнодобывающей промышленности и топливно-энергетического комплекса образуются крупнотоннажные отходы золы и отсевов дробления на щебень горных пород различного состава.