

СПАРК-ПЛАЗМЕННОЕ СПЕКАНИЕ КЕРАМОМАТРИЧНОГО КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ Al_2O_3 , АРМИРОВАННОГО УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ

А.А.ЛЕОНОВ, А.О.ХАСАНОВ, В.А.ДАНЧЕНКО, О.Л.ХАСАНОВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: laa91@tpu.ru

Введение. Углеродные нанотрубки (УНТ) широко используются в качестве армирующего компонента в полимерах, металлах и керамике для улучшения их механических и функциональных свойств [1]. УНТ считаются идеальным кандидатом для армирования материалов благодаря небольшому размеру, низкой плотности, высокому соотношению сторон и выдающимся механическим, электрическим и магнитным свойствам. Потребность в композиционных материалах с высокими эксплуатационными характеристиками и улучшенными функциональными свойствами, всегда возрастает. Оксид алюминия наряду с другими керамиками, такими как диоксид циркония, нитрид кремния, карбид вольфрама и т.д., используется не только в качестве биомедицинского материала, но и для высокотемпературных применений в аэрокосмической и автомобильной промышленности. Это связано с его высокой твердостью, хорошей износостойкостью, теплоизоляционными свойствами и отличной химической инертностью. Но главная проблема, связанная с оксидом алюминия, это низкая вязкость разрушения, которая иногда препятствует его применению в качестве конструкционного материала [2]. Сочетание алюмооксидной матрицы с УНТ способно значительно увеличивать прочностные характеристики керамоматричного композита. Углеродные нанотрубки располагаются по границам зерен оксида алюминия, вследствие чего замедляется рост зерен во время спекания, что приводит к улучшению вязкости разрушения, модуля Юнга и модуля сдвига. Целью данной работы является использование технологии спарк-плазменного спекания для получения керамоматричных композитов, армированных углеродными нанотрубками.

Материалы и методы. В данной работе в качестве исходного сырья использовали композиционный порошок, состоящий из α -оксида алюминия (OCSiAl, Россия) и многостенных углеродных нанотрубок (МСУНТ) в количестве 3 об.% (Applied Carbon Nano Technology, Корея). Средний размер частиц составлял 1,7 мкм, который определили методом лазерной дифракции на анализаторе SALD-7101 (Shimadzu, Япония). Спарк-плазменное спекание исходного композиционного порошка проводили на установке Spark Plasma Sintering System SPS 515S (SPS Syntex, Япония) при температурах 1400, 1500 и 1600 °С. Прочие условия спекания были одинаковы – скорость нагрева 100 °С/мин, давление прессования 40 МПа и время выдержки 10 мин. Микроструктура композитов исследовалась на сканирующем электронном микроскопе JSM 7500FA (JEOL, Япония). Микротвердость H_V образцов измеряли на микротвердомере ПМТ-3М при нагрузке 4,9 Н по стандартным методикам. Плотность ρ полученных образцов определяли измерением линейных размеров, затем рассчитывали относительную плотность $\rho_{отн}$, %, таблица 1.

Результаты и обсуждения. Микроструктура композитов, полученных при различных температурах спекания, исследовалась на поперечных сколах образцов и представлена на рисунке 1. При $T_{спек}=1400$ °С лишь начинается процесс спекания зёрен с образованием слабых межзеренных границ, по граням кристаллов располагаются УНТ, которые препятствуют росту зерен в процессе спекания (рис. 1, а).

Таблица 1 – Значения плотности и микротвёрдости исследуемых образцов, полученных при различных температурах спекания

$T_{спек}$, °С	1400	1500	1600
$\rho_{отн}$, %	89,80	97,84	98,60
H_V , ГПа	14,69	17,52	23,26

Образцы, полученные при 1500 и 1600 °С (рисунок 1, б и в), представляют собой плотно спеченные зерна корунда, вокруг которых распределены области, содержащие нанотрубки. Эти области невелики и равномерно распределены по всему объему материала. В процессе спекания практически отсутствует рост зерна, соответственно его конечный размер идентичен размеру зерна исходного порошка и составляет ~ 1-2 мкм. На сколах наблюдается транскристаллитное разрушение, что указывает о высокой прочности межзеренных границ. Таким образом, увеличение температуры спекания при прочих равных условиях, как видно по данным таблицы 1, приводит к существенному повышению плотности спеченных образцов. При относительно невысоком давлении 40 МПа и температуре 1600 °С величина плотности достигает 98,60 % от плотности монокристалла.

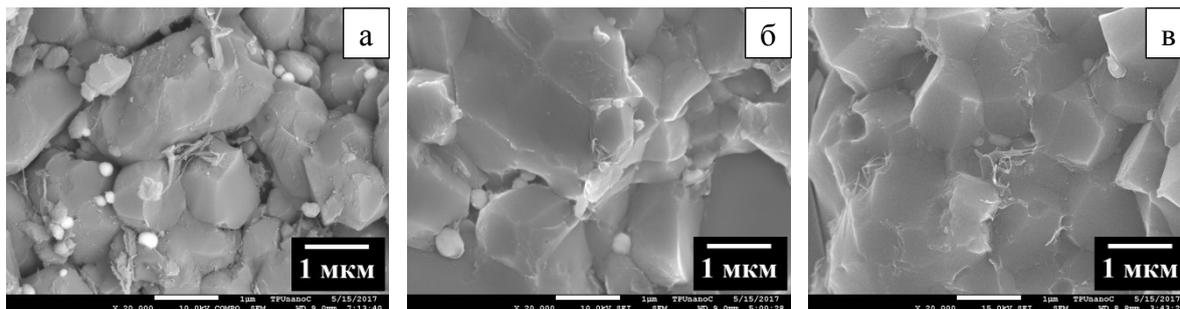


Рисунок 1 - СЭМ-изображения сколов керамоматричных композитов, спеченных при температурах: а – 1400; б – 1500; в – 1600 °С

Для спеченных образцов проводились исследования микротвердости, полученные значения представлены в таблице 1. Из таблицы видно, что наивысшее значение получено для образца, спеченного при 1600 °С, и составляет 23,26 ГПа. Также стоит отметить, что при используемой нагрузке 4,9 Н на поверхностях образцов не образовалось никаких трещин, что свидетельствует об исключительно высокой трещиностойкости образцов.

Для сравнения, в работах [3, 4] композиты Al_2O_3 содержащие 3 и 2,4 об.% МСУНТ изготовленные спарк-плазменным спеканием имели значения микротвердости 18,40 и 18,50 ГПа, соответственно. Композит Al_2O_3 с 2,5 об.% МСУНТ, полученный горячим прессованием [5] имел значение микротвердости 18,00 ГПа.

Выводы. В ходе исследования установлено, что с увеличением температуры спекания от 1400 до 1600 °С наблюдается повышение относительной плотности и микротвердости керамоматричных композитов, армированных МСУНТ.

Список литературы

1. Thostenson E.T., Ren Z., Chou T.W. Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review // *Composites Science and Technology*. – 2001. – V. 61. – P. 1899–1912.
2. Mukhopadhyay A., Basu B. Consolidation-microstructure-property relationships in bulk nanoceramics and ceramic nanocomposites: a review // *International Materials Reviews*. – 2007. – V. 52. – P. 257–288.
3. Kasperski A., Weibel A., Estournès C., et al. Multi-walled carbon nanotube- Al_2O_3 composites: Covalent or non-covalent functionalization for mechanical reinforcement // *Scripta Materialia*. – 2014. – V. 75. – P. 46–49.
4. Sikder P., Sarkar S., Biswas K.G., et al. Improved densification and mechanical properties of spark plasma sintered carbon nanotube reinforced alumina ceramics // *Materials Chemistry and Physics*. – 2016. – V. 170. – P. 99–107.
5. Hanzel O., Sedlacek J., Sajgalik P. New approach for distribution of carbon nanotubes in alumina matrix // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2014. – V. 34. – P. 1845–1851.