

3. Добавка Ni в количестве 1% является наиболее оптимальной для спекания W, при этом получают высокие механические характеристики: значение микротвердости составил 1,60 ГПа, а модуля упругости 168 ГПа.

4. Для спекания НП молибдена целесообразно введение Ni в количестве 2% по массе. В исследованном интервале добавок при спекании крупной фракции лучше использовать максимальную добавку равной 4%.

#### **Список литературы**

1. Мальцев, М.В. Термическая обработка тугоплавких, редких металлов и их сплавов /М.В.Мальцев. - М.: Металлургия, 1974.-344 с
2. Диаграммы состояния двойных металлических систем ред. Лякишева Н.П.Машиностроение, 1996-2000 г.

### **ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ КОНСОЛИДИРОВАНИЯ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ОКСИДА И НИТРИДА АЛЮМИНИЯ И СВОЙСТВ СПЕЧЕННОЙ КЕРАМИКИ**

*В.О. АЛЕКСЕНКО, С.В. МАТРЕНИН*

Томский политехнический университет

E-mail: [vl.aleksenko@mail.ru](mailto:vl.aleksenko@mail.ru)

### **STUDY OF CONSOLIDATED CERAMICS BASED ON ALUMINA AND ALUMINUM NITRIDE AND PROPERTIES OF SINTERED CERAMICS**

*V.O. ALEKSENKO, S.V. MATRENIN*

Tomsk Polytechnic University

E-mail: [vl.aleksenko@mail.ru](mailto:vl.aleksenko@mail.ru)

**Annotation.** Ceramic sintering on the basis of  $Al_2O_3$  activated by nanopowder additives Al and submicron powder  $TiO_2$  into a blend and applying the technology of spark plasma sintering (SPS) has been studied. The given paper shows that adding nanopowder Al in the amount of up to 5 wt. % into the powder  $Al_2O_3$  activates the sintering process and, as a result, leads to the increase in density and microhardness of sintered alumina ceramics. The study has revealed a significant effect of alumina ceramic density growth which is due to introducing the submicron powder  $TiO_2$  to the initial blends composition.

**Введение.** Прочная керамика на основе  $Al_2O_3$  является весьма перспективным конструкционным и функциональным материалом. Тем не менее, широкому практическому распространению корундовой керамики препятствуют сложность и низкая производительность технологий [1,2], позволяющих изготавливать изделия с максимально высокими характеристиками [3]. Относительно не сложная технология одноосного прессования изделий с последующим спеканием, не позволяет изготовить керамику с высоким уровнем механических свойств [4]. Поэтому проблема активирования процессов консолидирования корундовой керамики имеет важное практическое значение.

**Объекты и методики исследований.** В работе использовали промышленные нанокристаллические оксидные порошки (НП)  $Al_2O_3$ , порошок оксинитрида алюминия  $AlO_xN_y$ , порошок AlN. В качестве активирующих добавок в соотношениях 1 - 10

% по массе использовали: НП Al полученные методом плазмохимического синтеза (ПХС) и электрического взрыва (ЭВП); нанопорошки TiO<sub>2</sub>.

Для улучшения технологических характеристик и повышения активности порошки обрабатывали в энергонапряженной планетарной шаровой мельнице в течение 20 минут при частоте 20 Гц. Для улучшения прессуемости обработанной порошковой шихты, пластифицировали водным раствором карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ) из расчета: 5 мас. % КМЦ – 95 % порошка. После сушки и грануляции пластифицированные порошки прессовали: методом одноосного прессования в стальной пресс-форме, при давлении прессования 400 МПа; методом холодного изостатического прессования на лабораторном гидростате УВД – 7 при давлении 500 МПа. Спекание проводили в высокотемпературной печи при температуре и времени изотермической выдержки – 1600°C и 1 ч, охлаждение вместе с печью. Порошок AlN формовали методом горячего прессования при температуре 1600°C с приложенным давлением 40 МПа в течение 30 минут. Обработанный непластифицированный плазмохимический НП Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, порошок оксинитрида алюминия AlO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> консолидировали методом искрового плазменного спекания (ИПС) в установке SPS-515S. Режимы спекания указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Режимы ИПС

| Состав порошка                     | Давление прессования, МПа | Время изотермической выдержки, мин | Температура спекания, °C |
|------------------------------------|---------------------------|------------------------------------|--------------------------|
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>     | 40                        | 5                                  | 1400                     |
| AlN-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 40                        | 5                                  | 1850                     |

Методом гидростатического взвешивания определяли плотность образцов  $\rho$  в 96%-ом этиловом спирте ( $\rho_{\text{сп}}=0,807$  г/см<sup>3</sup> при 20°C) с погрешностью  $\pm 0,001$  г. Расчёт относительной плотности образцов  $\Theta$  в соответствии с выражением

$$\theta = \frac{\rho}{\rho_t} \cdot 100 \% \quad (1)$$

где  $\rho_t$  – теоретическая плотность керамики. Для исследованных составов  $\rho_t$  принимали в соответствии с данными, приведенными в [8].

Наноиндентирование проводили с помощью прибора Nano Indenter G 200. Используя пирамиду Берковича в качестве индентора, при нагрузке 500 мН (50 г).

**Результаты экспериментов и их обсуждение.** В таблице 2 приведены значения физико-механических свойств спеченных образцов с различным содержанием добавок НП Al.

Таблица 2 – Результаты исследования керамики на основе Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с добавками Al, спеченных в воздушной печи при 1600°C

| № п/п | Содержание ЭВП Al, % | Содержание ПХС Al, % | $\rho_{\text{сп}}$ , г/см <sup>3</sup> | $\Theta_{\text{сп}}$ , % | $E$ , ГПа | $H$ , ГПа |
|-------|----------------------|----------------------|--|--------------------------|-----------|-----------|
| 1     | 1                    | -                    | 3,333                                  | 84,5                     | 319,305   | 12,966    |
| 2     | 2                    | -                    | 3,372                                  | 85,9                     | 270,280   | 14,008    |
| 3     | 5                    | -                    | 3,342                                  | 86,4                     | 292,712   | 12,554    |
| 4     | 10                   | -                    | 3,179                                  | 84                       | 302,328   | 13,998    |
| 5     | -                    | 1                    | 3,423                                  | 87,2                     | 292,046   | 12,371    |
| 6     | -                    | 2                    | 3,412                                  | 87                       | 307,814   | 12,259    |
| 7     | -                    | 5                    | 3,333                                  | 86,1                     | 252,347   | 16,922    |
| 8     | -                    | 10                   | 3,142                                  | 83,1                     | 322,606   | 16,529    |

Введение добавки НП Al до 5 % в НП  $Al_2O_3$  повышает плотность спеченных образцов. Это активирующее влияние объясняется увеличением площади межчастичных контактов.

Хорошим активирующим эффектом оказалось введение добавок ультрадисперсного порошка  $TiO_2$  в нанопорошок  $Al_2O_3$ . В таблице 3 представлены результаты измерения плотности и наноиндентирования керамики системы  $Al_2O_3 - TiO_2$ . При введении 1 %  $TiO_2$  плотность спеченной керамики достигала  $3,429 \text{ г/см}^3$ . Процесс спекания и рекристаллизации с добавкой двуокиси титана обуславливается образованием твёрдого раствора  $TiO_2$  в  $\alpha-Al_2O_3$ .

Таблица 3 – Результаты исследования керамики на основе  $Al_2O_3$  с добавками  $TiO_2$ , спеченной в воздушной печи при  $1600^\circ\text{C}$

| № п/п         | Состав                       | $\rho_{\text{сп}}, \text{ г/см}^3$ | $\Theta, \%$ | $E, \text{ ГПа}$ | $H, \text{ ГПа}$ |
|---------------|------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------|------------------|
| 400 МПа       |                              |                                    |              |                  |                  |
| 1             | 100 % $Al_2O_3$              | 3,265                              | 82,45        | 308,734          | 13,986           |
| 2             | 99 % $Al_2O_3$ + 1 % $TiO_2$ | 3,429                              | 86,59        | 332,037          | 15,548           |
| 3             | 98 % $Al_2O_3$ + 2 % $TiO_2$ | 3,115                              | 78,57        | 154,800          | 6,351            |
| 4             | 96 % $Al_2O_3$ + 4 % $TiO_2$ | 3,095                              | 77,98        | 195,506          | 6,320            |
| 500 МПа (ХИП) |                              |                                    |              |                  |                  |
| 1             | 100 % $Al_2O_3$              | 3,281                              | 82,85        | 277,842          | 9,559            |
| 2             | 98 % $Al_2O_3$ + 2 % $TiO_2$ | 3,102                              | 78,24        | 220,777          | 8,792            |

В таблице 4 представлены результаты исследования керамики на основе AlN, консолидированной методом горячего прессования при температуре  $1600^\circ\text{C}$  с приложенным давлением 40 МПа в течение 30 минут.

Таблица 4 – Результаты исследования керамики AlN

| Состав | $\rho_{\text{сп}}, \text{ г/см}^3$ | $\Theta, \%$ | $E, \text{ ГПа}$ | $H, \text{ ГПа}$ |
|--------|------------------------------------|--------------|------------------|------------------|
| AlN    | 1,061                              | 32,55        | 68,162           | 1,046            |

Низкие показатели физико-механических характеристик керамики на основе AlN, консолидированной методом горячего прессования объясняются тем, что изотермическая выдержка при температуре  $1600^\circ\text{C}$  не обеспечивает в полной мере диффузионный массоперенос в исследованной керамике, в результате чего процесс залечивания пор затормаживается.

В таблице 5 представлены физико-механические свойства керамических образцов, консолидированных в высокотемпературной печи сопротивления.

Таблица 5 – Свойства оксинитридной керамики, спеченной в высокотемпературной печи сопротивления

| Состав         | $\rho, \text{ г/см}^3$ | $\Theta, \%$ | $E, \text{ ГПа}$ | $H, \text{ ГПа}$ |
|----------------|------------------------|--------------|------------------|------------------|
| AlN- $Al_2O_3$ | 2,177                  | 67           | -                | -                |

Физико-механические характеристики оксинитридной керамики не определяли, поскольку данные образцы имели высокую остаточную пористость, которая препятствует корректному проведению индентирования.

В таблице 6 приведены физико-механические характеристики образцов, спеченных методом ИПС. На рисунках 1, 2 показаны сравнительные диаграммы, иллюстрирующие уровень физико-механических свойств керамических материалов, полученных консолидацией печным спеканием и методом ИПС.

Таблица 6 – Свойства керамики, спеченной методом ИПС

| Состав                             | $\rho$ , г/см <sup>3</sup> | $\Theta$ , % | $E$ , МПа | $H$ , МПа |
|------------------------------------|----------------------------|--------------|-----------|-----------|
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>     | 3,629                      | 92           | 405616    | 20058     |
| AlN-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 3,063                      | 94           | 290663    | 20269     |

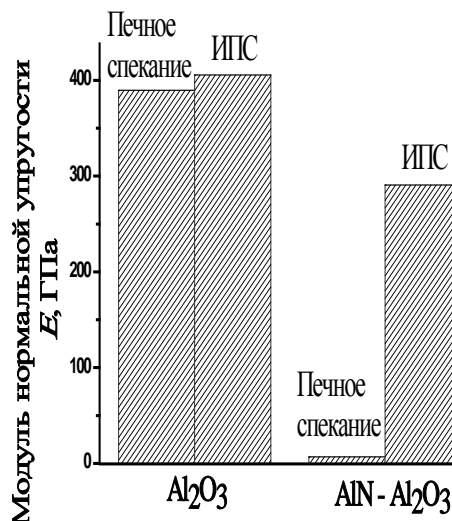
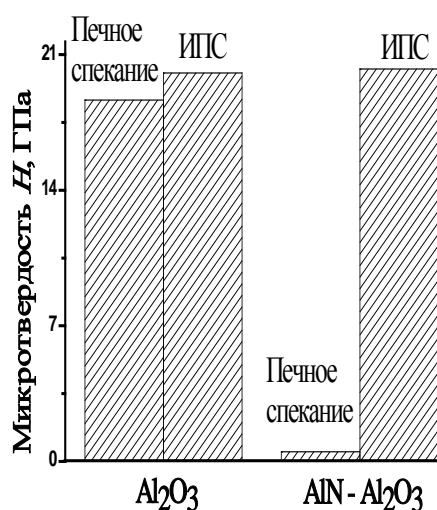


Рисунок 1 – Микротвердость спеченной керамики

Рисунок 2 – Модуль нормальной упругости спеченной керамики

Консолидирование порошков, полученных из продуктов сгорания нанопорошка алюминия посредством ИПС позволило получить высокоплотную оксинитридную керамику AlN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, имеющую микротвердость, превышающую твердость корундовой керамики.

### Выводы

Исследовано спекание керамики на основе НП Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, в результате чего показано, что добавление НП Al до 5 мас. % активизирует процесс спекания, в результате чего повышается плотность и микротвердость спеченной корундовой керамики. Установлен существенный эффект повышения плотности корундовой керамики, обусловленный введением в состав исходных шихт субмикронного порошка TiO<sub>2</sub> в количестве 1 мас. %.

Показано, что эффективным методом спекания оксидных и оксинитридных материалов является метод искрового плазменного спекания. Керамики, спеченные методом ИПС, имеют повышенный уровень физико-механических свойств по сравнению с материалами, полученными печным спеканием.

### Список литературы

1. Кипарисов С.С., Падалко О.В. Оборудование предприятий порошковой металлургии. М.: Металлургия, 1988. 448 с.

2. Hunold K., Kempten. Hot isostatic pressing of high temperature ceramics // Inter-ceram. 1985. V.39, No2. P.38, 40-43
3. Лукин Е.С., Макаров Н.А. и др. Прочная и особопрочная керамика на основе оксида алюминия и частично стабилизированного диоксида циркония // Стекло и керамика. – 2003. – № 9. С. 32–34.
4. Смирнов А.И. Конструкционная керамика // Итоги науки и техники ВИНТИ. Сер. Порошковая металлургия. – 1990. – С. 64–106.

### ВЛИЯНИЕ MgO НА ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОРУНДОВОЙ КЕРАМИКИ

*Ю.Л. КРЕТОВ<sup>1,2</sup>, С.П. БУЯКОВА<sup>1,2,3</sup>, С.Н. КУЛЬКОВ<sup>1,2,3</sup>*

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

<sup>3</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: [kretov2005@yandex.ru](mailto:kretov2005@yandex.ru)

### INFLUENCE OF MgO ON PROPERTIES THERMOPHYSICAL CORUNDUM CERAMICS

*Y.L. Kretov<sup>1,2</sup>, S.P. Buyakova<sup>1,2,3</sup>, S.N. Kulkov<sup>1,2,3</sup>*

<sup>1</sup>National ResearchTomsk State University

<sup>2</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science

<sup>3</sup>National ResearchTomsk Polytechnic University

E-mail: [kretov2005@yandex.ru](mailto:kretov2005@yandex.ru)

**Annotation.** Oxide ceramics is increasingly used as the material for insulation facilities operating at high loads multicycle in an oxidizing environment. Ceramics  $Al_2O_3 - MgO$  has a high thermal insulation, corrosion, chemical and thermal resistance, as well as the relatively low thermal conductivity. Thanks to these characteristics, this pottery is of high quality and durable thermal protection of critical structures.

**Введение.** Для теплозащиты ответственных конструкций, например, таких как теплоизоляция космических летательных аппаратов или газотурбинных двигателей необходимо создание термостойкой керамики, способной работать в окислительной среде при агрессивных термических перепадах. В настоящее время разработано достаточное количество теплоизоляционных керамических материалов, но они не удовлетворяют всем требованиям, предъявляемым к теплозащитным материалам. Оксидная керамика широко применяется в качестве теплозащиты и способна работать в условиях повышенных температур без деградации заданных свойств. В условиях резких перепадов температур в окислительной среде керамика подвергается воздействию сильных внутренних напряжений, что приводит к растрескиванию материала и, как следствие, к уменьшению срока ее эксплуатации.

**Цель работы:** изучение влияния состава керамических композитов системы  $Al_2O_3 - MgO$  на структурно-фазовое состояние, устойчивость к циклическим высокотемпературным воздействиям.

В работе представлены методы, позволяющие целенаправленно управлять пористостью, усадкой и плотностью термостойкой керамики на основе  $Al_2O_3$  с