

ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ ОКСИДНЫХ ПЛАЗМОХИМИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ НА ПРОЦЕССЫ ИХ КОМПАКТИРОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ.

Васильев И.П.

Научный руководитель: Суржигов А.П., д.ф.-м.н., профессор
Томский политехнический университет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30
E-mail: zarkvon@tpu.ru.

Известно, что ультрадисперсные порошки (УДП), полученные плазмохимическим способом, в исходном состоянии отличаются плохой прессуемостью, что связано с морфологическими особенностями синтезируемых оксидов[1]. При попадании раствора исходных компонентов в плазму, начинается интенсивное испарение растворителя с поверхности, приводящее к пересыщению внешнего слоя жидкости по отношению к растворенной в ней соли, что, в свою очередь, приводит к образованию на поверхности капель оболочек с жидкостью или парогазовой смесью внутри. Со временем происходит прорыв содержимого через образованные оболочки, благодаря чему после быстрого охлаждения образуется большое количество полых сфер и фрагментов полностью разрушенных оболочек. Отсюда становится ясным то, что необходима предварительная подготовка порошков перед компактированием.

В данной работе представлены результаты анализа влияния трех способов обработки порошков на эффективность их компактирования и уплотнения при последующем спекании. При исследовании использовались порошки двух составов: частично стабилизированного диоксида циркония и композиционной смеси, состоящей из 80 масс.% диоксида циркония и 20 масс.% оксида алюминия.

Суть первого способа заключается в предварительном статическом прессовании порошков исходной смеси при повышенном давлении (порядка 900МПа) с последующим помолотом в агатовой ступке [2]. Суть второго способа состоит в помоле исходных порошков в планетарной мельнице типа ПМ «Активатор -2SL» с мелющими шарами из диоксида циркония. Параметры помола: соотношение массы шаров к массе исходной смеси — 1.5, частота вращения 1500 об/мин, для нескольких значений времени помола в промежутке от 7,5 до 30 мин. Третий способ заключался в предварительном отжиге композиционного порошка при температуре 1300°C в течение одного часа с целью перевода аморфного Al_2O_3 в $\alpha-Al_2O_3$ и последующем его помоле. Образцы готовились в виде таблеток диаметром 10мм и толщиной 2.3-2.7мм. Компактирование осуществлялось путем одноосного статического прессования при давлении $P=150$ МПа.

В таблице 1 представлены экспериментальные

данные, полученные при исследовании циркониевой керамики. Теоретическая плотность идеальной беспористой керамики для ZrO_2 была рассчитана по формуле 1 и была равна $\rho_T=5,85$ г/см³.

В таблице 2 представлены экспериментальные данные, полученные при исследовании керамики, спеченной из смеси порошков оксида алюминия и диоксида циркония. Теоретическая плотность идеальной беспористой керамики для $80ZrO_2-20Al_2O_3$ была рассчитана по формуле 1 и была равна $\rho_T=5,47$ г/см³.

$$\rho_T = \left(M_1 / \rho_1 + M_2 / \rho_2 + \dots + M_n / \rho_n \right)^{-1} \quad (1)$$

где M — массовые доли компонентов смеси, ρ — табличные значения плотности компонентов смеси.

Анализ данных, приведенных в таблицах 1 и 2, показывает, что однозначная связь, между плотностью компакта и плотностью керамики отсутствует. Помол порошка в планетарной мельнице в течение промежутка времени более 7,5мин приводит к увеличению плотности прессовок, которое приблизительно равно 17% для порошка диоксида циркония и 5% для корунд-циркониевой смеси. Что характерно, при увеличении плотности прессовок, плотность спеченной из них керамики для чистого диоксида циркония уменьшается, а для корунд-циркониевой композиции практически не меняется.

Кинетика уплотнения образцов в процессе их нагрева исследовали с помощью высокочувствительного толкательного dilatометра DIL 402 C фирмы NETZSCH (Германия). Кинетические зависимости линейной усадки ($\Delta L/L_0$) образцов из чистого диоксида циркония, полученные с его помощью представлены на рисунке 1.

Из характера кривых уплотнения образцов, представленных ниже можно сделать вывод о том, что увеличение времени предварительной обработки порошка ZrO_2 в ПМ приводит к нарушению процесса усадки. Об этом свидетельствует расширение образца на стадии изотермической выдержки. Именно расширением образцов объясняется уменьшение плотности циркониевой керамики при увеличении времени обработки порошка в ПМ. Характерно, что увеличение времени предварительного помола для композиции КЦК, не приводит к расширению при тех же режимах нагрева.

Таблица 1. Влияние способа обработки исходных корунд-циркониевых УДП на плотность компактированных в режиме статического прессования образцов и спеченной из них керамики.

Способ обработки порошка	Плотн. компакта ρ , г/см ³	Плотн. керамики $T_{сп}=1550^{\circ}\text{C}$ 1 час, ρ_k , г/см ³	Плотн. керамики $T_{сп}=1600^{\circ}\text{C}$ 1 час, ρ_k , г/см ³
Прессов. $P=920$ МПа, помол	2,57	5,14	5,25
Помол $t=7.5$ мин.	2,43	5,01	5,14
Помол $t=15$ мин.	2,69	5,03	5,09
Помол $t=30$ мин.	2,7	5,04	5,15
Помол $t=15$ мин, терм. отжиг $T=1300^{\circ}\text{C}$ 1ч, пресс. $P=920$ МПа, помол	3,26	5,14	5,26

Таблица 2. Влияние способа обработки исходных ультрадисперсных порошков диоксида циркония на плотность компактированных в режиме статического прессования образцов и спеченной из них керамики

Способ обработки порошка	Плотн компакта ρ , г/см ³	Плотн. керамики $T_{сп}=1550^{\circ}\text{C}$ 1 час. ρ_k , г/см ³	Плотн. керамики $T_{сп}=1600^{\circ}\text{C}$ 1 час. ρ_k , г/см ³
Пресс. $P=920$ МПа помол	2,65	5,6	5,67
Помол в ПМ $t=7,5$ мин.	2,64	5,47	5,5
Помол в ПМ $t=15$ мин.	3,1	5,51	5,52
Помол в ПМ $t=30$ мин.	3,12	5,21	5,12

Проведенные нами исследования показали, что помол УДП плазмохимических порошков в ПМ по сравнению с первым способом подготовки, приводит к уменьшению плотности готовой керамики, что справедливо как для ЦК, так и для КЦК. То есть сухой помол порошков в планетарной мельнице не может обеспечить получение композиционной керамики с максимальной плотностью. Самыми удачными, с точки зрения плотности, и практически одинаковыми, с точки зрения практических результатов, оказались первый и третий способы подготовки исходных порошков.

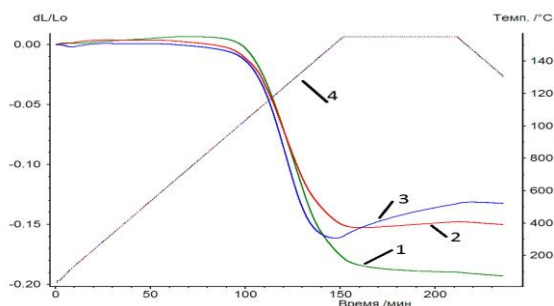


Рисунок 1 – Влияние времени обработки в планетарной мельнице порошков диоксида циркония на кинетику спекания циркониевой

керамики. 1,2,3 – время обработки 7,5, 15, 30 минут, соответственно; 4 – температурный режим спекания.

Исходя из вышесказанного, для улучшения технологических свойств плазмохимических порошков наиболее оптимальным является подготовка порошков путем предварительного прессования порошка при повышенном давлении с последующим помолом агатовой ступке.

Список использованной литературы.

1. Ларин В. К., Кондаков В.М., Малый В.А. и др. Плазмохимический способ получения ультрадисперсных порошков оксидов металлов и перспективные направления их применения //Изв. Вузов. Цветная металлургия. – 2003. – №5. – С. 59–64.
2. Слосман А.И., Апаров Н.Н. Апарова Л.С., Матренин С.В. Влияние предварительной обработки на технологические свойства плазмохимических порошков // Огнеупоры. – 1994. – №2. – С.4-7.

Работа выполнена в рамках НИР по Госзаданию “Наука”