

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОЧНОЙ КОРУНДОВОЙ И ЦИРКОНИЕВОЙ КЕРАМИКИ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕХАНИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ

А.С. БЕСПАЛОВ, С.В. МАТРЕНИН

Томский политехнический университет

E-mail: 16aleks16@gmail.com

Высокопрочные керамики на основе ZrO_2 и Al_2O_3 являются весьма перспективными материалами конструкционного и инструментального назначения. Это обусловлено, с одной стороны, постоянно возрастающими требованиями к таким свойствам материалов как высокая прочность, износостойкость, термостойкость, жаропрочность, инертность к агрессивным средам. С другой стороны, перспективность оксидных керамик связана с появлением и развитием технологий, позволяющих получать материалы с уникальным комплексом физико-механических характеристик, которые в полной мере удовлетворяют выше перечисленным требованиям [1, 2]. Тем не менее, широкому практическому распространению прочных оксидных керамик препятствуют сложность и низкая производительность технологий горячего и горячего изостатического прессования, позволяющих получать материалы с максимально высокими прочностными характеристиками [3]. Относительно простая технология прессования с последующим свободным спеканием, как правило, не позволяет получать керамику с высоким уровнем механических свойств [4]. Поэтому проблема активирования спекания керамики имеет важное практическое значение. Одним из ее решений является механическая активация исходных порошков в процессе их сверхтонкого измельчения, в результате которого исходный материал перестает существовать в своей изначальной структуре или химическом составе, превращаясь в новое вещество с иными свойствами и структурой [5].

Целью данной работы являлось исследование активирования спекания оксидных керамик на основе Al_2O_3 и ZrO_2 путем механической активации исходных нанопорошков, а также исследование физико-механических свойств спеченных керамических материалов.

В качестве исходных материалов использовали нанодисперсные керамические порошки составов 80 % Al_2O_3 – 19 % ZrO_2 – 1 % Y_2O_3 , 95 % ZrO_2 – 5 % Y_2O_3 (мол. %). Механическую активацию исходных порошков проводили в планетарной шаровой мельнице по режимам, отличающимся частотой вращения размольных стаканов f . Время обработки составляло 20 мин. Порошки прессовали методом холодного статического одноосного прессование в жесткой пресс-форме с помощью гидравлического пресса. Давление прессование составляло 200, 400, 600, 800 МПа. Плотность прессовок рассчитывали по данным геометрических измерений. Прессовки спекали в печи сопротивления при температуре 1600 °С. Время изотермической выдержки при указанной температуре составляло 1 ч. Плотность спеченных образцов определяли методом гидростатического взвешивания. На полированных и протравленных микрошлифах исследовали микроструктуру спеченных образцов с использованием металлографического микроскопа и системы анализа изображений. Для выявления микроструктуры образцов осуществляли термическое травление в вакууме (около 10^{-4} мм. рт. ст) при температуре 1100 °С в течение одного часа. Модуль нормальной упругости и микротвердость спеченных образцов определяли по методике индентирования с помощью наноиндентора G 200. Трещиностойкость определяли методом исследования отпечатков, которые наносили на полированную поверхность образцов с помощью твердомера Виккерса при нагрузке 100 Н. Характеристику трещиностойкости, критический коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} , рассчитывали по формуле:

$$K_{Ic} = 0,016 \left(\frac{E_{IT}}{H_{IT}} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}},$$

где P – прикладываемая нагрузка, E_{IT} – модуль Юнга, H_{IT} – микротвердость, C – среднее расстояние от центра отпечатка до конца трещины.

Обработанные и спрессованные по указанному режиму оксидные НП спекали при температуре 1600 °С. Время изотермической выдержки при указанной температуре составляло 1 ч. В результате были получены плотные спеченные керамические образцы цилиндрической формы диаметром 8 мм и высотой 4 мм. Плоские поверхности шлифовали и полировали алмазными пастами, затем на полированных поверхностях проводили наноиндентирование, а также исследовали отпечатки, нанесенные пирамидой по методу Виккерса с целью определения трещиностойкости. Результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Физико-механические свойства керамик на основе Al_2O_3 и ZrO_2 , спеченных из нанодисперсных порошков

Состав (мол. %)	$\theta_{сп}$, %	E_{IT} , ГПа	H_{IT} , ГПа	K_{Ic} , МПа·м ^{0,5}
80 % Al_2O_3 – 19 % ZrO_2 – 1 % Y_2O_3	90	294,4	19,2	5,2
95 % ZrO_2 – 5 % Y_2O_3	91	181,6	14,5	7,8

Заключение

Спекание керамики, полученной прессованием механически активированных порошков, приводит к существенному увеличению плотности, что позволяет, в свою очередь, достичь достаточно высокого уровня физико-механических характеристик спеченного материала.

В образцах на основе Al_2O_3 наблюдается выраженная двухфазная структура в соответствии с диаграммой состояния Al_2O_3 – ZrO_2 . Темная составляющая соответствует α - Al_2O_3 , цвет обусловлен частичным восстановлением алюминия из корунда и его последующим испарением. Светлая фаза представлена частично стабилизированным ZrO_2 . Обращает внимание неравномерное распределение ZrO_2 вокруг корундовых частиц, обусловленное локально неоднородным уплотнением. Подобный механизм уплотнения часто наблюдается при спекании субмикронных порошков. Структура керамики 95 % ZrO_2 – 5 % Y_2O_3 также двухфазна: светлая фаза представлена c - ZrO_2 , темные включения – t - ZrO_2 .

Список литературы

1. Nettleship L. and Stevens R. Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) – a review // Int. J. High Technology Ceramics. - 1987. No. 3. P. 1 – 32.
2. Шевченко А.В., Рубан А.К., Дудник Е.В. Высокотехнологичная керамика на основе диоксида циркония // Огнеупоры и техническая керамика. - 2000. - № 9. С. 2 – 8.
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.
5. Аввакумов Е.Г. Механические методы активации химических процессов. 2-е изд., перераб. и доп. - Новосибирск: Наука, 1986. - 306 с.