

УДК 666.3-121

**ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ Al_2O_3 , ПОЛУЧЕННОЙ ИСКРОВЫМ
ПЛАЗМЕННЫМ СПЕКАНИЕМ ПРЕКЕРАМИЧЕСКИХ БУМАГ**

А.К. Дюсамбаев, М.Г. Криницын

Научный руководитель: к.ф.-м.н. Е.Б. Кашкаров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: akd7@tpu.ru

**INVESTIGATION OF MICROPOROUS CERAMICS Al_2O_3 PRODUCED BY SPARK PLASMA
SINTERING OF PRECERAMIC PAPER**

A.K. Dyusambaev, M.G. Krinitsyn

Scientific Supervisor: PhD E.B. Kashkarov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Ave., 30, 634050

E-mail: akd7@tpu.ru

***Abstract.** Within the framework of this study, the properties of obtained ceramics based on Al_2O_3 by spark plasma sintering (SPS) using preceramic papers are considered. This method makes it possible to obtain ceramic materials of the required shape, as well as to regulate their physicochemical properties to the required values. A qualitative and quantitative analysis of the crystal structure of aluminum oxide samples was carried out alongside with determination of mechanical properties.*

Введение. На сегодняшний день остро стоит вопрос получения чистой энергии, так как нефть, уголь и природный газ являются не возобновляемыми источниками энергии и имеют негативное влияние на окружающую среду, а атомная промышленность имеет большой минус в лице использованных изотопов урана. Водородная энергетика является одним из наиболее перспективных направлений для развития энергетики [1]. Для получения водорода используются палладиевые мембраны и различные подложки для них [2].

В настоящее время одними из самых эффективных подложек являются подложки на основе оксида алюминия [3]. Поры в материалах из оксида алюминия за счет своих размеров, способны пропускать атомы водорода и в тоже время не пропускают остальные газы, а сам оксид алюминия является стойким к водородному охрупчиванию. За счет этих свойств Al_2O_3 рассматривается как один из основных материалов подложек для фильтров водородного топлива на сегодняшний день [4].

Материалы и методы. В рамках данного исследования рассматриваются свойства полученных керамик на основе Al_2O_3 методом искрового плазменного спекания (ИПС) с использованием прекерамических бумаг. Такой метод позволяет получать керамические материалы необходимой формы, а также регулировать их физико-химические свойства до необходимых значений.

Образец был получен из прекерамических бумаг на основе оксида алюминия методом искрового плазменного спекания при температуре 1600°C и давлении 50 МПа в течение 5 минут. Полученный образец представляет с собой диск, который в дальнейшем подвергался механической обработке

поверхності путем шліфовки і поліровки для дальніших досліджень. Рентгеноструктурний аналіз здійснювався на дифрактометрі Shimadzu XRD 7000S (CuK α випромінювання). Твердість вимірювалася методом Віккерса на мікротвердомірі KB 30S.

Результати і їх обговорення. Було проведено якісний і кількісний аналіз кристалічної структури зразків оксиду алюмінію. По результатам досліджень видно, що було отримано зразок оксиду алюмінію (однофазний) з ромбоїдричної ґраткою (α -Al₂O₃), розмір кристалітів склав 113,63 нм. Зразок має дуже високий розброс по твердості кераміки в залежності від місця індентації, Такий розброс обумовлений пористістю зразка. При індентуванні в найбільш щільних областях значення середньої твердості по зразку становить 12,47 \pm 2,8 ГПа.

З допомогою скануючого електронного мікроскопа Taskan Vega3 SBU, було виявлено наявність вуглецю в слідах, які залишилися внаслідок розкладання целюлози в процесі спекання. Целюлоза має загальну формулу C₆H₁₀O₅ в першій ступені полімеризації, то при зжиганні крім можливого виділення летючих вуглеводородів, води і CO₂, формується залишковий вуглець з збереженням «репліки» вихідної структури волокна [5, 6].

В подальшому, щоб позбутися від вуглецю було вироблено відпал зразка при температурі 1400°C впродовж 5 годин. Після того як було вироблено відпал, зразок змінив свій колір з темно-сірого на білий, що пов'язано з видаленням вуглецю із зразка. По даним рентгеноструктурного аналізу в результаті відпалу вдвічі зменшився розмір кристалітів з 113,63 до 48,06 нм. Параметри ґратки залишилися практично ідентичними з тими, що були до відпалу. Змінилося мікронапруження з 0,001146 до 0,000886.

При цьому морфологія спеканих зразків змінилася – спостерігається формування більш великих частинок порошку. В результаті спекання відбувається формування спеканої структури, характерної для оксиду алюмінію. Головним результатом стало саме видалення залишкового вуглецю.

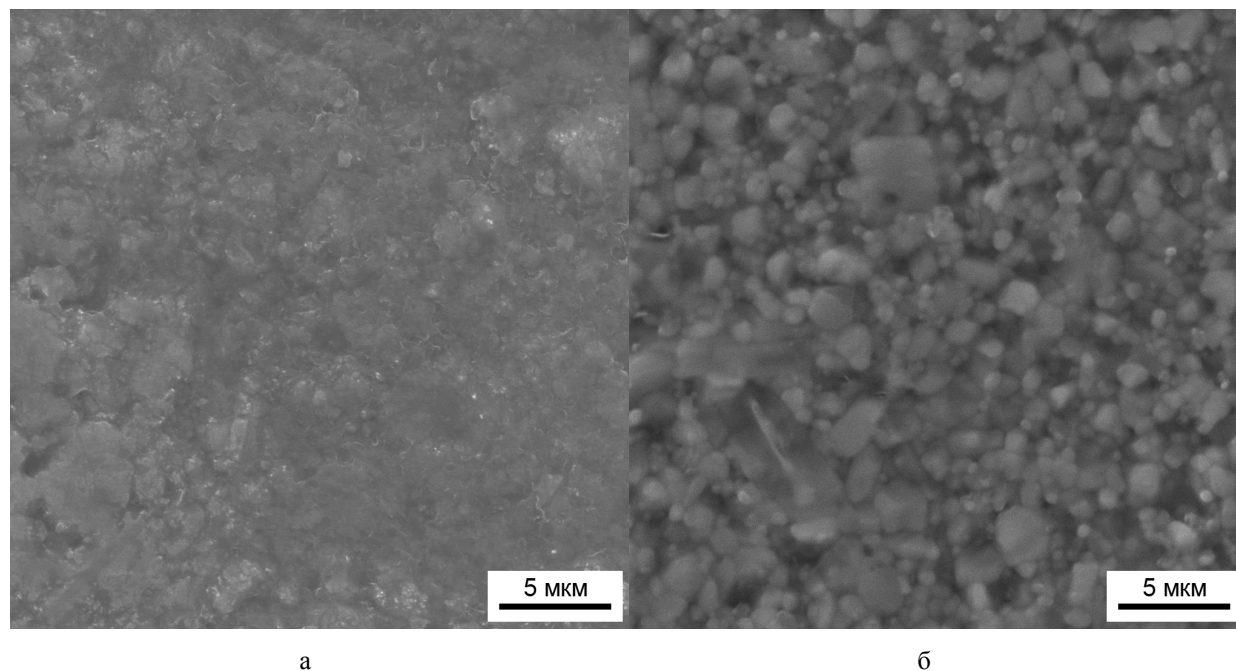


Рис. 1. РЕМ-зображення зразків до (а) і після (б) спекання при 1400 °С впродовж 5 годин

Твердость так же была измерена после отжига. Средняя твердость по образцу до отжига составляет $12,47 \pm 2,8$ ГПа, а после отжига – $12,76 \pm 3,5$ ГПа, что находится в пределах погрешности измерений. Таким образом, твердость образцов остается неизменной, не смотря на проведение термической обработки. Зависимость твердости от пористости носит случайный характер, однако с увеличением пористости увеличивается разброс значений твердости. В данном случае после спекания разброс увеличился, кроме того, по данным морфологии, можно отметить, что качественно наблюдается рост несплошностей между частицами, размер которых увеличился после спекания.

Заключение. Были исследованы материалы, полученные методом искрового плазменного спекания (ИПС) из прекерамических бумаг на основе целлюлозы, наполненные порошком Al_2O_3 . Было установлено, что после ИПС формируются темные образцы с остаточным аморфным углеродом. Дополнительное спекание позволило получить светлые безуглеродные образцы, что, однако, привело к изменению структуры материала. Влияние спекания на структуру образца несущественно и является типичным для исследуемого материала. Изменение структуры образца не приводит к существенному изменению твердости – значения до и после спекания находятся в пределах погрешности. Значения твердости соответствуют характерным значениям для Al_2O_3 [7], что указывает на высокую прочность межчастичных соединений после спекания и формирования монолитного каркаса, формирующего прочность изделий.

В дальнейшем планируется продолжить исследование полученных образцов, в частности установить влияние режимов термообработки на механические свойства образцов. В будущем будут использоваться различные технологии изготовления материалов на основе оксида алюминия, акцентированные на получение чистого водорода.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Государственного задания в рамках научного проекта № FSWW-2021-0017.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sharma S., Ghoshal S.K., Hydrogen the future transportation fuel: from production to applications // Renew. Sustain. Energy Rev. – 2015. – № 43. – P. 1151–1158.
2. Liang C.Z., Chung T.S., Lai J.Y., A review of polymeric composite membranes for gas separation and energy production // Prog. Polym. Sci. – 2019. – № 97. – P 101141.
3. Tanaka D. A. P. et al. Metallic membranes for hydrogen separation // Current Trends and Future Developments on (Bio-) Membranes. – Elsevier, 2020. – P. 1-29.
4. Neha Pal, Madhu Agarwal, Karishma Maheshwari, Yogendra Singh Solanki, A review on types, fabrication and support material of hydrogen separation membrane // Proceedings. – 2020. – № 28. – P. 1386–1391.
5. Tang M. M., Bacon R. Carbonization of cellulose fibers—I. Low temperature pyrolysis // Carbon. – 1964. – Vol. 2. – №. 3. – P. 211-220.
6. Bacon R., Tang M. M. Carbonization of cellulose fibers—II. Physical property study // Carbon. – 1964. – Vol. 2. – №. 3. – P. 221-225.
7. Ramesh S., Siah L. F., Nor Azmah A. K. Sintering behaviour of slip-cast Al_2O_3 -Y-TZP composites // Journal of materials science. – 2000. – Vol. 35. – №. 21. – P. 5509-5515.