ВЛИЯНИЕ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ СИНТЕЗА НАНОПОРОШКА АЛЮМОМАГНИЕВОЙ ШПИНЕЛИ НА УСАДКУ КЕРАМИКИ ПРИ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОМ ПЛАЗМЕННОМ СПЕКАНИИ

В.Д. ПАЙГИН, Ф. ХУАН, Д.Е. ДЕУЛИНА, И.Н. ШЕВЧЕНКО, Ц. ЛЮ
Томский политехнический университет
E-mail: vdpaygin@tpu.ru

Материалы с повышенными физико-механическими и оптико-люминесцентным свойствами становятся все более востребованными в современной технике. Роль новых материалов с заданным набором свойств возрастает, а их разработка как никогда актуальна. Среди большого разнообразия функциональных и конструкционных керамических материалов особое место занимает оптически прозрачная керамика. Она сочетает в себе высокие физико-механические свойства и способность пропускать электромагнитное излучение в широком диапазоне длин волн. Применяется такая керамика в оптическом приборостроении, авиационное и автомобильной промышленности, лазерной технике и не только [1, 2].

Перспективным материалом для изготовления оптически прозрачной керамики является алюмомагниевая шпинель ($MgAl_2O_4$, АМШ). Она обладает исключительной механической прочностью, износостойкостью на истирание, эрозионной и химической стойкостью, устойчивостью к аэродинамическому удару, термической стабильностью до температуры 1250 °С, хорошим пропусканием света в диапазоне от ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра электромагнитного излучения [3].

Свойства изделий из оптически прозрачной керамики сильно зависят от гранулометрического состава, морфологии, фазового состава и чистоты исходных порошковых материалов, поэтому вопросам синтеза порошковых материалов оптического качества следует уделять особое внимание [4].

В настоящей работе исследовано влияние продолжительности синтеза нанопорошка алюмомагниевой шпинели на процесс электроимпульсного плазменного спекания.

Оптически прозрачную керамику на основе алюмомагниевой шпинели изготавливали методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) при температуре 1300 °С 30 минут под давлением 100 МПа из лабораторного нанопорошка. Нанопорошок $MgAl_2O_4$ был синтезирован в Санкт-Петербургском государственном университете модифицированным методом Печини при температуре 1000 °С и продолжительности от 1 до 4 часов.

Метод Печини является разновидностью золь-гель синтеза, в котором прекурсор, полученный из соли металлов, многоосновной кислоты и многоатомного спирта, а именно в результате реакции этерификации между цитратным комплексом металлов и этиленгликолем, прокаливается при температурах от 800 °С и выше [5].

Модификация метода Печини заключается в дополнительном этапе термообработки в инертной соли, который позволяет синтезировать слабо агломерированные порошки [6].

В результате спекания были получены образцы цилиндрической формы диаметром ~10 мм и толщиной ~ 2,0 мм. Плотность образцов определяли геометрическим методом. Относительная плотность образцов находилась в диапазоне от 99,2 до 99,7 %. Изменение линейных размеров образцов в процессе ЭИПС регистрировали встроенными свойствами технологической установки SPS-515S (Syntex Inc., Япония).

На рисунке 1 представлена зависимость усадки образцов АМШ керамики в процессе ЭИПС от продолжительности синтеза.

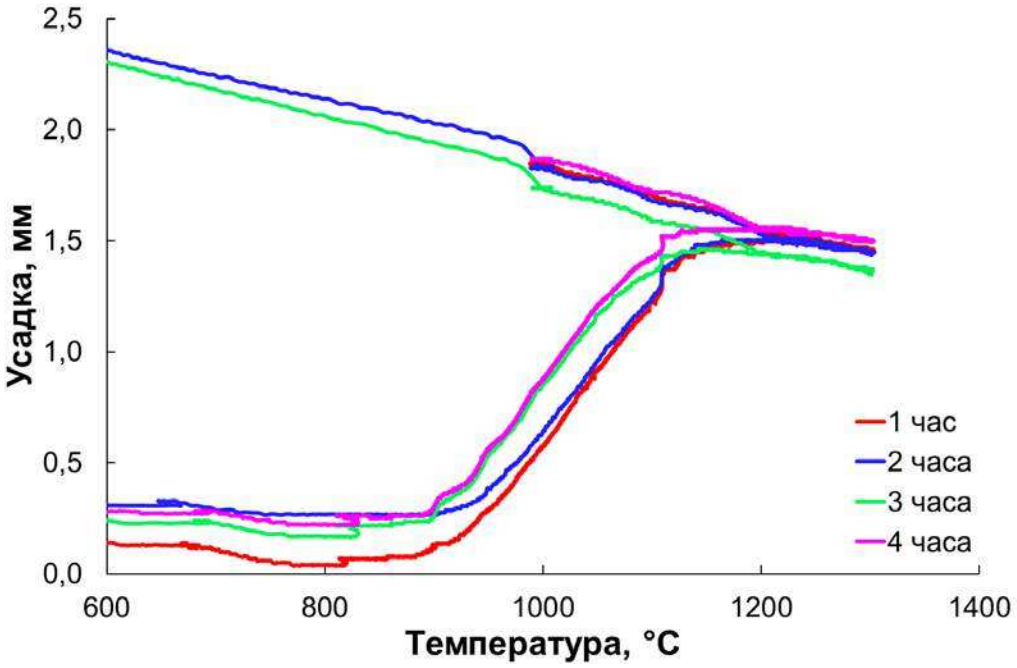

Рисунок 1 – Зависимость усадки образцов АМШ-керамики от продолжительности синтеза исходного нанопорошка

Термическая усадка под давлением статической подпрессовки 100 МП, начинается в диапазоне температур около 850 °С, где изменение линейных размеров образца, обусловленное термическим расширением материала, начинается компенсироваться процессами консолидации. После температуры 900 °С процессы спекания преобладают над процессами термического расширения вплоть до температуры 1100 °С и сопровождаются понижением пористости, ростом и консолидацией зёрен. В диапазоне температур от 1100 до 1300 °С интенсивность усадки значительно уменьшается. По достижению температуры изотермической выдержки (1300 °С) усадка практически прекращается, что свидетельствует о приближение плотности материала к его теоретическому значению.

Значительных изменений в интервале температур интенсивной усадки для исследуемых порошков нет, однако необходимо отметить, что температура окончания усадки для образца изготовленного из нанопорошка, синтезированного в течение 4 часов, составляется 1130 °С. Для остальных образцов эта температура близка к 1300 °С.

В таблице 1 представлены интервалы температур интенсивной усадки, а также значения относительной плотности исследуемых образцов.

Таблица 1 – Интервал температур интенсивной усадки и относительная плотность исследуемых образцов АМШ керамики

Продолжительность синтеза нанопорошка, ч	Интервал температур интенсивной усадки, °С	Относительная плотность, %
1	907-1100	99,7±0,5
2	900-1100	99,2±0,5
3	895-1100	99,6±0,5
4	895-1100	99,2±0,5

В результате настоящей работы методом электроимпульсного плазменного спекания были изготовлены образцы керамики на основе алюмомагниевой шпинели из лабораторного нанопорошка, синтезированного модифицированным методом Печини. Изучено влияние продолжительности синтеза на усадку АМШ керамики при электроимпульсном плазменном спекании. Относительная плотность полученной керамики достигает 99,7 %.

Показано, что усадка керамики, изготовленной из порошка, синтезированного при температуре 1000 °С в течение 4 часов, практически прекращается при температуре 1130 °С, что, предположительно, позволит снизить температуру электроимпульсного плазменного спекания исследованного нанопорошка АМШ на 100-170 °С.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национального исследовательского Томского политехнического университета при поддержке проекта Госзадание «Наука» 075-03-2023-105.

Список литературы

1. Качаев А.А. и др. Оптически прозрачная керамика (обзор) // Стекло и керамика. – 2016. – № 4. – С. 3–10.
2. Сенина М.О., Лемешев Д.О. Получение порошка алюмомагнезиальной шпинели методом совместного осаждения // Успехи в химии и химической технологии. – 2017. – Т. 31. – № 1. – С. 75–76.
3. Шарыпин В.В., Евстропьев С.К. Повышение оптической прозрачности керамики $MgAl_2O_4$ при применении двухстадийного одноосного прессования // Оптический журнал. – 2016. – Т. 83. – № 3. – С. 60–65.
4. Гаранин С. Г. и др. Лазерная керамика. 1. Методы получения // Оптический журнал. – 2010. – Т. 77. – № 9. – С. 52–68.
5. Pechini M.P. Method of preparing Lead and Alkaline Earth Titanates and Niobates and coating method using the same to form a capacitor // US Patent 3,330,697. – July 11. – 1967.
6. Толстикова Д.В. и др. Синтез и исследование нанокристаллических порошков для оптической керамики из алюмомагниевой шпинели // Оптический журнал. – 2014. – Т. 81. – № 12. – С. 69–73.