ВЛИЯНИЕ ДОБАВКИ ОКСИДА БОРА НА ПРОЦЕСС ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ АЛЮМОМАГНИЕВОЙ ШПИНЕЛИ

<u>Ф. ХУАН,</u> Д.Е. ДЕУЛИНА, И. Н. ШЕВЧЕНКО, В.Д. ПАЙГИН Национальный исследовательский Томский политехнический университет E-mail: <u>fuli1@tpu.ru</u>

Керамика из алюмомагниевой шпинели (MgAl₂O₄, AMШ) является перспективным оптическим материалом. Она обладает уникальным комплексом свойств: высокими механическими и оптическими характеристиками, низким удельным весом, высокой термической и химической стойкостью [1–4].

Перспективной технологией создания прозрачной керамики является электроимпульсное плазменное спекание (ЭИПС). АМШ керамика, изготовленная методом ЭИПС, обладает малым размером зерна и, следовательно, повышенными механическими характеристиками [5–7]. Однако изготовление прозрачной керамики с высоким пропусканием методом ЭИПС, сопряжено с рядом проблем, в числе которых актуальной является проблема потемнения керамики в процессе высокотемпературной консолидации [8, 9].

Возможным решением указанной проблемы является использование спекающих добавок на основе фторидных или оксидных соединений [10–12]. К последним относится оксид бора (B₂O₃) [13].

Целью настоящей работы является изучение влияния концентрации оксида бора на процесс электроимпульсного плазменного спекания керамики из алюмомагниевой шпинели.

В качестве исходных материалов использовали коммерческий нанопорошок MgAl₂O₄ S30CR (Baikowski Malakoff Inc. США) и B₂O₃ (Hawk Co. Ltd, Китай). Для изготовления керамики готовили порошковые смеси состава MgAl₂O₄ – x мас. % B₂O₃, где x = 0, 0,01, 0,1, 0,5, 1,0. Электроимпульсное плазменное спекание проводили на установке SPS-515S (Syntex Inc., Япония) в вакууме при температуре 1300 °C в течение 20 минут под давлением 100 МПа. В результате спекания были получены образцы цилиндрической формы диаметром 14 мм и толщиной ~ 2,0 мм. Плотность образцов определяли геометрическим методом.

На рисунок 1 представлена кривая изменения линейных размеров образцов на основе АМШ в процессе ЭИПС до температуры 1300 °C. Зависимость относительной усадки порошка АМШ без добавок условно разделить на три стадии: стадия I - незначительное уплотнение при температурах 600–960 °C; Стадия II - интенсивная усадка в области температур 960–1220 °C; Стадия III - относительно медленная усадка при температурах выше 1220 °C. В диапазоне температур 600–960 °C происходит изменение линейных размеров образца, которое обусловлено термическим расширением. В диапазоне температур 960–1220 °C процессы спекания преобладают над процессами термического расширения, происходит понижение пористости, рост и консолидация зёрен. В диапазоне температур 1110–1220 °C отмечается понижение интенсивности усадки, вероятно, обусловленное уменьшением скорости нагрева. По достижению температуры изотермической выдержки (1300 °C), относительная усадка практически не изменяется, что может свидетельствовать о приближение плотности образца к теоретической.

Секция 2. Функциональные материалы



Рисунок 1. Динамика относительной усадки образцов при электроимпульсном плазменном спекании до температуры 1300 °C : (1) АМШ; (2) АМШ+0,01 мас.% В₂O₃; (3) АМШ+0,1 мас.% В₂O₃; (4) АМШ+0,5 мас.% В₂O₃; (5) АМШ+1,0 мас.% В₂O₃

Введение 0,01 мас. % B_2O_3 не оказывает заметного влияния на процесс спекания АМШ керамики. При добавлении спекаюшой добавки B_2O_3 в количестве от 0,1 до 1,0 мас. % наблюдается смещение интервала интенсивной усадки в область меньших температур, а скорость относительной усадки повышается, о чем свидетельствует изменение угла наклона представленных на рисунке зависимостей в диапазоне температур от 900 до 1150 °C. Так, в присутствие 1,0 мас. % B_2O_3 интервал температур интенсивной усадки смещается в область 930-1120 °C.

Максимальная величина относительной усадки для АМШ без добавок составляет 53 %. При добавлении B₂O₃ в количестве от 0,01 до 1,0 мас.% максимальные значения относительной усадки изменяются в диапазоне от 49 до 53 %. Наименьшую величину относительной усадки демонстрирует образец, содержащий 1,0 мас.% B₂O₃.

Относительная плотность АМШ керамики без добавок составила 97,1 % от теоретической величины (3,58 г/см³ [4]). При введении B_2O_3 в количестве от 0,01 до 1 мас. % наблюдается повышение относительной плотности от 97,2 до 98,6 %. Наибольшую относительную плотность демонстрирует образец, содержащий 0,01 мас. % B_2O_3 . Таким образом, влияние оксида бора на относительную плотность керамики не является линейным.

В результате настоящей работы были изготовлены образцы керамики на основе алюмомагниевой шпинели с добавками оксида бора. Изучено влияние оксида бора в количестве от 0,01 до 1 мас. % на процесс электроимпульсного плазменного спекания АМШ керамики.

Установлено, что введение спекающей добавки оксида бора в количестве 0,01-1,0 мас. % приводит к смещению интервала интенсивной усадки в сторону меньших температур и способует повышению скорости усадки.

Показано, что введение в АМШ керамику оксида бора в количестве 0,01 мас. % приводит к увеличению относительной плотности на 1,5 %.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Национального исследовательского Томского политехнического университета при частичной поддержке проекта Госзадание «Наука» 075-03-2023-105 (Подготовка порошковых смесей состава MgAl₂O₄ – B₂O₃).

Список литературы

1. Ganesh I. A review on magnesium aluminate (MgAl₂O₄) spinel: synthesis, processing and applications // International Materials Reviews. -2013. - V.58 (2). -P.63-112.

2. Reimanis I., Kleebe H. A review on the sintering and microstructure development of transparent spinel $(MgAl_2O_4)$ // Journal of the American Ceramic Society. – 2009. – V. 92 (7). – P. 1472–1480.

3. Shi Z. et al. A review on processing polycrystalline magnesium aluminate spinel (MgAl₂O₄): sintering techniques, material properties and machinability // Materials & design. – 2020. – V. 193. – 108858.

4. Rubat du Merac M. et al. Fifty years of research and development coming to fruition; unraveling the complex interactions during processing of transparent magnesium aluminate (MgAl₂O₄) spinel // Journal of the American Ceramic Society. -2013. - V. 96 (11). - P. 3341-3365.

5. Khasanov O. et al. Optical and mechanical properties of transparent polycrystalline $MgAl_2O_4$ spinel depending on SPS conditions // Physica status solidi c. – 2013. –V. 10 (6). – P. 918–920.

6. Sokol M. et al. Nano-structured MgAl₂O₄ spinel consolidated by high pressure spark plasma sintering (HPSPS) // Journal of the European Ceramic Society. -2017. - V. 37 (2). -P. 755-762.

7. Morita K. et al. Fabrication of high-strength transparent $MgAl_2O_4$ spinel polycrystals by optimizing spark-plasma-sintering conditions // Journal of Materials Research. – 2009. – V. 24 (9). – P. 2863–2872.

8. Morita K. et al. Assessment of carbon contamination in $MgAl_2O_4$ spinel during spark-plasmasintering (SPS) processing // Journal of the Ceramic Society of Japan. – 2015. – V. 123. – P. 983–988.

9. Morita K. et al. Distribution of carbon contamination in MgAl₂O₄ spinel occurring during spark-plasma-sintering (SPS) processing: I–effect of heating rate and post-annealing // Journal of the European Ceramic Society. -2018. - V. 38 (6). - P. 2588-2595.

10. Rozenburg, Keith, et al. Sintering kinetics of a MgAl₂O₄ spinel doped with LiF // Journal of the American Ceramic Society. -2008. - V. 91 (2). - P. 444-450.

11. Talimian A, et al. Densification of magnesium aluminate spinel using manganese and cobalt fluoride as sintering aids // Materials. -2019, -V. 13 (1). -P.102.

12. Pouchlý V, Talimian A, Kaštyl J, et al. Transparent LiOH-doped magnesium aluminate spinel produced by spark plasma sintering: Effects of heating rate and dopant concentration // Journal of the European Ceramic Society. – 2023, – V. 43 (8). – P. 3544–3552.

13. Koji Tsukuma. Transparent MgAl₂O₄ spinel ceramics produced by HIP post-sintering // Journal of the Ceramic Society of Japan. -2006. -V. 114 (1334). -P. 802–806.