УДК 553.611.2 ББК 35.41

Александр Викторович Галахов,

кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник,

Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова Российской академии наук (119991, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 49)

e-mail: aleksander.galakhov@yandex.ru

Виктор Александрович Зеленский,

кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова Российской академии наук (119991, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 49)

 $e ext{-}mail: zelensky 55@bk.ru$

Сергей Фёдорович Забелин,

доктор технических наук, профессор, член-корреспондент РАЕН, Забайкальский государственный университет (672039, Россия, г. Чита, ул. Александро-Заводская, 30) e-mail: s.zabelin2012@yandex.ru

Корундовая керамика из порошков, полученных из аморфного алюмогеля¹

Представлены результаты изучения спекания и механических характеристик материала из порошков $\alpha - Al_2O_3$, получаемых CBC процессом в азотсодержащих алюмигелях. Благодаря низкой температуре синтеза эти порошки имеют высокую дисперсность. Температура спекания компактов, отформованных из этих порошков, ниже аналогичной для порошков, получаемых из гидроокисных прекурсоров. В спечённом материале реализуется однородная мелкозернистая структура, обеспечивающая высокие механические свойства.

Ключевые слова: корундовая керамика, синтез порошкового сырья, гидроокисные прекурсоры, синтез из аморфного алюмогеля.

Alexander Viktorovich Galakhov,

Candidate of Technical Sciences, Leading Researcher,

Metallurgy and Materials Science Institute named after A. A. Baykov, the Russian Academy of Science (49 Leninsky Ave, Moscow, Russia, 119991)

e-mail: aleks and er. galakhov@yandex.ru

Victor Aleksandrovich Zelensky,

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Leading Researcher, Metallurgy and Materials Science Institute named after A. A. Baykov, the Russian Academy of Science

(49 Leninsky Ave, Moscow, Russia, 119991)

e-mail: aleks and er. galakhov@yandex.ruSergey Fyodorovich Zabelin,

Doctor of Technical Sciences,

Corresponding Member of the Russian Academy of Natural Sciences, Professor, Transbaikal State University

(30 Aleksandro-Zavodskaya St., Chita, Russia, 672039)

e-mail: s.zabelin2012@yandex.ru

Corundum Ceramics from the Powders Received from Amorphous Alumogel²

The results of studying of agglomeration and mechanical characteristics of a material from powders $\alpha - Al_2O_3$, received SVS by process in nitrogen-containing the alyumigelyakh are presented. Thanks to the low temperature of synthesis, these powders have high dispersion. Temperature of agglomeration of the compacts formed from these powders, below similar for the powders received from hydrooxide precursors. In the baked material the uniform finegrained structure providing high mechanical properties is realized.

 $^{^{1}}$ Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект 13-08-00336 а.

²The research is performed with the financial support of RFFR, project №12-08-00124

Keywords: korundum ceramics, synthesis of powder raw materials, hydrooxide precursors, synthesis from amorphous alumogel.

Керамика на базе Al_2O_3 широко используется для конструкционных приложений. К керамике такого назначения предъявляются повышенные требования по механической прочности. Для обеспечения этой характеристики в производстве изделий используются порошки с субмикронным размером частиц. Разумеется, это требование должна обеспечить технология получения порошкового сырья. В большинстве современных промышленных технологий порошковое сырье для оксидной конструкционной керамики получают жидкофазным методом синтеза [1]. В основе жидкофазного метода синтеза порошков $\alpha - Al_2O_3$ лежит процесс получения гидроокисей алюминия (AlOOH, $Al(OH_3)$ различной кристаллической модификации (бемит, байерит и др.) [2]. Заключительным этапом этих технологий является термическое разложение гидроокисных прекурсоров с дальнейшей кристаллизацией $\alpha - Al_2O_3$. Температура, требуемая для кристаллизации $\alpha - Al_2O_3$ из гидроокисных прекурсоров достаточно высока – 1200 °C. Высокая температура (0,60) кристаллизации $\alpha - Al_2O_3$ из гидроокисных прекурсоров неизбежно приводит к снижению дисперсности продукта. Это неблагоприятно сказывается на его активности в процессе спекания и формировании в материале мелкозернистой структуры, обеспечивающей высокие механические свойства. Последнее особенно важно для корундовой керамики конструкционного назначения. Понизить температуру синтеза $\alpha - Al_2O_3$ пытаются различными путями. В работах [3; 4] показано, что используя СВС процесс в азотсодержащих аморфных алюмогелях, температуру кристаллизации $\alpha - Al_2O_3$ можно существенно понизить – до 850 - 900 °C.

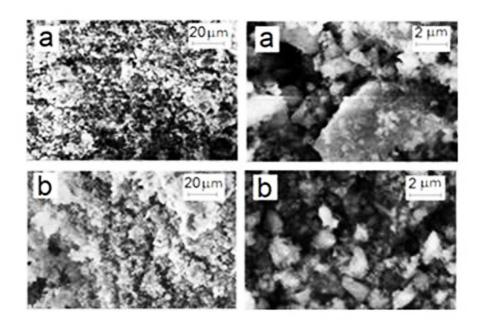
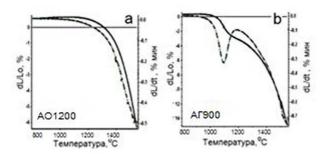


Рис. 1. а – порошки $\alpha - Al_2O_3$, полученные из гидроокисного осадка – AO1200; b – из аморфного геля – AГ900

В практическом аспекте представляет интерес сопоставление порошков $\alpha-Al_2O_3$, полученных по «классической» схеме (из гидроокиси) и из аморфного геля, в частности, их характеристик, значимых в технологии конструкционной керамики. Результаты такого сопоставления приведены в настоящей публикации. Далее в тексте для обозначения порошков, полученных из гидроокиси, принято обозначение – порошки AO1200 (осаждённые), для порошков, синтезированных из аморфного геля – AГ900 (синтезированные из геля). Снимки порошков представлены на рис. 1. Общее впечатление – и в тех и в других порошках присутствуют агломераты. Однако, если в порошках из аморфного геля эти агломераты производят впечатление неплотных, «пушистых» скоплений индивидуальных частиц (левый нижний снимок на рис. 1), то в порошках, полученных из осадка

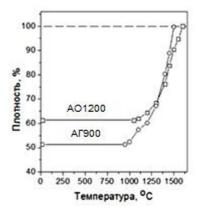
гидроокиси, агломераты представляют собой плотно спекшиеся, «твёрдые» образования (правый верхний снимок на рис. 1). Удельную поверхность порошков измеряли БЭТ-методом на приборе «ASAP 2020» фирмы Микрометрикс (США). Для порошка АО1200, полученного из осадка гидроокиси, она составила $3.56~{\rm m}^2/{\rm r}$, тогда как для порошка АГ900 из аморфного геля – $12.84~{\rm m}^2/{\rm r}$. Соответствующий этой удельной поверхности размер частиц для порошков из осадка гидроокиси составил $0.34~{\rm mkm}$, а для полученных из аморфного геля – $0.09~{\rm mkm}$.

Из порошков, прошедших механическое измельчение, одноосным прессованием формовали образцы в виде таблеток – для дилатометрических исследований и в виде балочек – для испытаний на прочность. Для дилатометрических исследований использовали высокотемпературный дилато-метр DIL-402C (NETZSCH, Германия). Съёмку проводили при скорости подъёма температуры $10\,^{\circ}$ С/мин в интервале $20-1500\,^{\circ}$ С. Результаты показаны на рис. 2. Для порошков из гидроокиси AO1200 (рис. 2а) процесс спекания протекает без особенностей. Усадка стартует при $1100\,^{\circ}$ С. С ростом температуры растёт величина усадки и её скорость. Для порошков из аморфного геля AГ900 (рис. 2b) усаживание компакта начинается ранее – при $1000\,^{\circ}$ С и с высокой скоростью, которая далее (при $1200\,^{\circ}$ С) резко падает и процесс переходит в стабильное русло. Наблюдаемый эффект аномально интенсивного уплотнения на раннем этапе спекания обусловлен быстрой усадкой во внутренних областях неплотных агломератов [5].

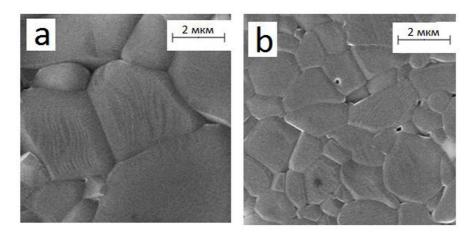


Puc. 2. Температурные графики усадки (сплошная линия) и скорости усадки (пунктирная линия: а – порошки $\alpha-Al_2O_3$, полученные из гидроокисного геля, b – из аморфного)

Для определения температурного режима, обеспечивающего получение материала с высокой плотностью, образцы подвергали обжигу с градацией температур в интервале от 1000 до 1600 ° C. Продолжительность процесса спекания составляла 3 часа. Результаты показаны на рис. 3. Из него видно, что плотность исходного отформованного в одинаковых условиях компакта из порошков $\Lambda\Gamma900$ значительно уступает исходной плотности компактов из порошков $\LambdaO1200$.



Puc. 3. Относительная плотность образцов из порошков AO1200 и AГ900 в функции температуры спекания



Puc. 4. Структура спечённых образцов а – из порошков AO1200 (1600 °C/3 ч), b – из порошков AГ900 (1500 °C/3 ч). Средний размер зерна а -3,68 мкм, b -1,32 мкм

Однако для достижения спеченной плотности, близкой к $100\,\%$, компакты из порошков AO1200 необходимо спекать при температуре $1600\,^{\circ}$ C, тогда как для компактов из порошков AГ900 достаточно $1500\,^{\circ}$ C, т. е. температура их спекания на $100\,^{\circ}$ C ниже. По всем канонам современной теории спекания и рекристаллизации понижение температуры спекания должно способствовать формированию в материале более однородной и мелкозернистой структуры. Последнее подтверждают снимки, приведённые на рис. 4. Зерно в материале AO1200 визуально имеет широкий разброс по размерам (рис. 4а), при средней величине $3,68\,$ мкм. В материале AГ900, спечённом при более низкой температуре (рис. 4b), структура более однородна, а средний размер зерна примерно в $2,5\,$ раза меньше $-1,32\,$ мкм.

Известно, что для конструкционной керамики внутренняя структура является фактором, напрямую определяющим его механическую прочность. Мы выполнили измерения прочности образцов, спечённых из порошков AO1200 и AГ900. Испытания проводили на машине для механических испытаний "Instron 3282"по схеме трёхточечного изгиба. Образцы в виде балочек, размером $4\times4\times60$ мм, не шлифовали. Количество образцов на точку не менее восьми. Как и следовало ожидать, спечённый материал из порошков AГ900 показал высокую среднюю прочность - 384,4 МПа, а из порошков AO1200 — только 312,7 МПа.

Представленные результаты показывают, что применение порошков $\alpha - Al_2O_3$, синтезированных из аморфного геля, даёт как ощутимый технический эффект (более дисперсные порошки, более высокие механические свойства керамики), так и обладает экономическими преимуществами (снижение затрат на электроэнергию за счёт понижения температуры синтеза порошков и спекания материала). Это делает привлекательным их использование в производственной практике.

Список литературы

- 1. Галахов А. В. [и др.]. Жидкофазный синтез оксинитрида алюминия // Учёные записки ЗабГУ. 2013. $\mathbb{M}3(50)$. С. 22–28.
 - 2. Чалый В. П. Гидроокиси металлов. Киев: Наукова думка, 1972. 158 с.
- 3. Галахов А. В., Зеленский В. А., Шелехов Е. В., Коваленко Л. В. Влияние воды на кристаллизацию $\alpha-Al_2O_3$ в алюмогелях // Новые огнеупоры. 2014. № 1. С. 24–27.
- 4. Галахов А. В., Зеленский В. А., Шелехов Е. В., Коваленко Л. В. Влияние затравки на кристаллизацию αAl_2O_3 в алюмогелях // Новые огнеупоры. 2014. № 2. С. 48–50.
- 5. Галахов А. В., Шевченко В. Я., Жаворонков Н. М. Распределение пор по размерам и формальный анализ кинетики спекания // Доклады АН СССР. 1991. Т. 316. № 6. С. 1444—1446.

References

- 1. Galakhov A. V. [i dr.]. Zhidkofaznyi sintez oksinitrida alyuminiya // Uchenye zapiski ZabGU. 2013. N 3(50). S. 22—28.
 - 2. Chalyi V. P. Gidrookisi metallov. Kiev: Naukova dumka, 1972. 158 s.
- 3. Galakhov A. V., Zelenskii V. A., Shelekhov E. V., Kovalenko L. V. Vliyanie vody na kristallizatsiyu $\alpha-Al_2O_3$ v alyumogelyakh // Novye ogneupory. 2014. \mathbb{N} 1. S. 24—27.
- 4. Galakhov A. V., Zelenskii V. A., Shelekhov E. V., Kovalenko L. V. Vliyanie zatravki na kristallizatsiyu $\alpha-Al_2O_3$ v alyumogelyakh // Novye ogneupory. 2014. №2. S. 48–50.
- 5. Galakhov A. V., Shevchenko V. Ya., Zhavoronkov N. M. Raspredelenie por po razmeram i formal'nyi analiz kinetiki spekaniya // Doklady AN SSSR, 1991. T. 316. $N\!\!^{_0}$ 6. S. 1444—1446.

Статья поступила в редакцию 24.04.2014