

Е. В. Петрова, А. Ф. Дресвянников

КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ И МЕТАЛЛОВ ТРИАДЫ ЖЕЛЕЗА, ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА

Ключевые слова: композиционные материалы; наноразмерный оксид алюминия; металлы триады железа; компактирование, микротвердость.

Исследовано влияние условий прессования на механические свойства, в частности микротвердость, композитов на основе нанопорошков оксида алюминия и металлов триады железа.

Keywords: composite materials; nanosized aluminum oxide; metals of iron triade; microhardness.

The influence of processing conditions on physical properties of composites on the base of aluminum oxide and metals of iron triade has been investigated.

Многие композиты превосходят традиционные материалы и сплавы по своим механическим свойствам и в то же время они легче. Использование композитов обычно позволяет уменьшить массу конструкции при сохранении или улучшении ее механических характеристик. Композиционные керамические материалы на основе оксида алюминия могут использоваться при более высоких температурах процесса, так как температура его плавления выше, чем у силикатной керамики. Подобные материалы обладают высокой твердостью, вследствие этого могут применяться для изготовления износостойких деталей [1-2].

Для улучшения механических характеристик, технологических свойств и получения заданной микроструктуры к керамическим материалам на основе оксида алюминия добавляют различные модифицирующие добавки. Наиболее перспективным является использование добавок, образующих при спекании корундовой керамики жидкую фазу. В ряде случаев стабилизация структуры керамики оксида алюминия эффективна с введением металлов [3,4]. Наличие небольшой доли более мягкой металлической фазы улучшает формуемость композитного нанопорошка при прессовании и в ходе последующих термообработок (спекания и отжига) минимизирует микронапряжения в керамике [5].

Целью данной работы являлось выявление влияния условий синтеза на свойства, в частности микротвердость, композитов на основе наноструктурированных оксида алюминия и металлов триады железа

Экспериментальная часть

В качестве исходного материала использовали наноразмерный порошок оксида алюминия, полученный электрохимическим методом [6-7].

Вторым компонентом служили порошки металлов триады железа, полученные электрохимическим восстановлением ионов железа(III), никеля(II) или кобальта(II) на суспензированной в раствор алюминиевой подложке [8].

Образцы композитов, предшественников керамических материалов, получали путем механического перемешивания оксида алюминия и металла, качество перемешивания определялось визуально. Компактирование нанодисперсных порошков проводили путем холодного прессования при различных

давлениях. Микротвердость полученных образцов определяли с помощью микротвердомера НМV-2Т (Shimadzu). Измерения проводили по Виккерсу при нагрузке индентора 100 г, времени экспозиции - 15 минут, количество измерений - 10.

Рентгенографический анализ предшественников проводили методом порошковой дифрактометрии на дифрактометре D2 Phaser (фирма Bruker) с использованием монохроматизированного $\text{CuK}\alpha$ -излучения в режиме шагового сканирования (шаг сканирования - $2\theta=0,05^\circ$, время экспозиции в точке - 1 с). Расчет значений межплоскостных расстояний дифракционных рефлексов производился автоматически по программе EVA. Идентификация кристаллических фаз осуществлялась путем сопоставления полученных экспериментальных значений межплоскостных расстояний и относительных интенсивностей с эталонными.

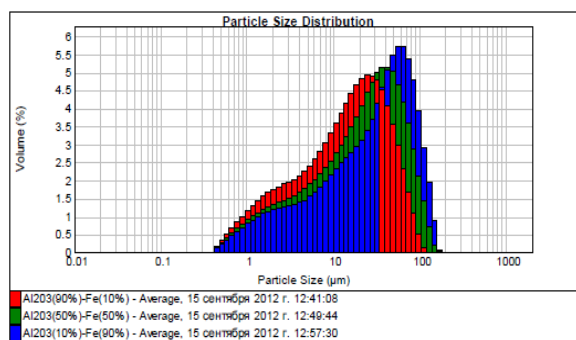
Обсуждение результатов

Состав и основные характеристики полученных образцов представлены в табл. 1.

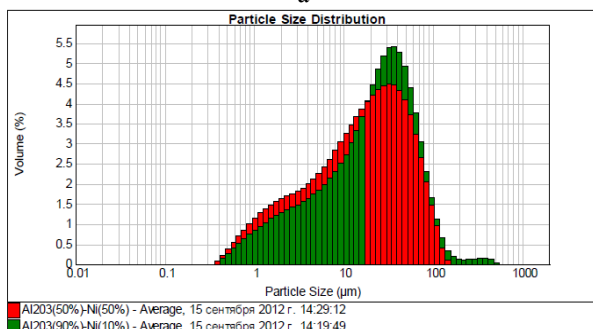
Таблица 1 – Характеристики полученных образцов

Состав	Соотношение	$m_{\text{обр.}}$, г	$P_{\text{пресс.}}$, ГПа	d , мм	h , мм	ρ , г/см ³
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	90:10	1,26	0,43	13,75	4,62	1,84
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	90:10	1,25	0,65	13,76	4,40	1,91
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	90:10	1,25	0,86	13,80	4,03	2,07
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	50:50	1,25	0,43	13,79	3,24	2,58
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	50:50	1,26	0,65	13,79	3,06	2,76
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	50:50	1,26	0,86	13,80	2,98	2,83
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	10:90	1,27	0,43	13,78	2,03	4,20
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	10:90	1,27	0,65	13,78	1,92	4,40
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Fe}$	10:90	1,28	0,86	13,82	1,81	4,72
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ni}$	90:10	1,25	0,43	13,80	4,52	1,85
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ni}$	90:10	1,26	0,65	13,80	4,15	2,03
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ni}$	90:10	1,24	0,86	13,80	3,86	2,17
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ni}$	50:50	1,24	0,43	13,74	3,15	2,86
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ni}$	50:50	1,24	0,65	13,74	2,94	2,85
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ni}$	50:50	1,26	0,86	13,80	2,78	3,03

Результаты исследований гранулометрического состава предшественников композиционных керамических материалов на основе наноструктурированного оксида алюминия и металлов триады железа приведены на рис. 1.



а

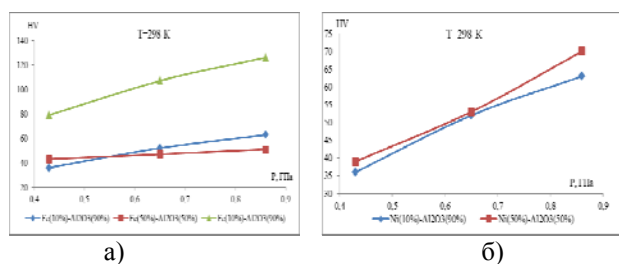


б

Рис. 1 - Результаты исследований гранулометрического состава предшествеников на основе наноструктурированного оксида алюминия и металла (а – Me – Fe, б – Me – Ni)

Как видно из представленных данных гранулометрический состав зависит от природы металла триады железа.

Результаты выявления закономерностей формирования прочностных характеристик композиционных материалов от условий синтеза и обработки представлены на рис.2.



а)

б)

Рис. 2 - Изменение микротвердости композиционных материалов на основе наноструктурированного оксида алюминия и металла (а - Al_2O_3 -Fe; б - Al_2O_3 -Ni)

Исследование влияния термообработки на микротвердость композиционных материалов на основе наноструктурированного оксида алюминия (90%) и железа (10%) показало (рис.3), что незначительное увеличение микротвердости полученных образцов наблюдается для системы, спеченной при 1023 K; относительный прирост прочностной характеристики от давления прессования составляет 2,5 раза. Аналогичная зависимость характерна и для системы Ni(10%)- Al_2O_3 (90%).

В результате проведения комплексных исследований было установлено, что характер изменения микротвердости синтезированных эксперименталь-

ных образцов меняется с изменением температуры спекания (рис.4). Для образцов системы с соотношением Ni: Al_2O_3 (50:50), спеченных при 773 и 1023 K при давлении 0,63 ГПа характерна четко выраженная точка экстремума (рис 4б,в).

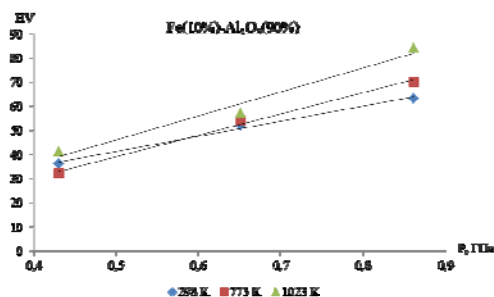


Рис. 3 - Влияние термообработки на микротвердость композиционных материалов

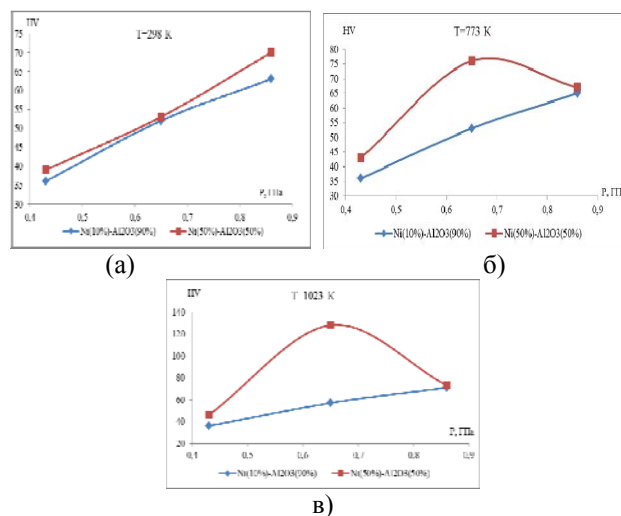


Рис. 4 - Влияние термообработки на микротвердость композиционных материалов

По результатам экспериментальных исследований установлены оптимальные условия получения экспериментальных образцов композиционных керамических материалов на основе наноразмерного оксида алюминия и металлов триады железа (табл.2).

Таблица 2 – Рецептура и основные характеристики экспериментальных образцов

Характеристики	Система				
	Al_2O_3 -Fe	Al_2O_3 -Fe	Al_2O_3 -Fe	Al_2O_3 -Ni	Al_2O_3 -Ni
Состав, %	10:90	50: 50	90: 10	10:90	50: 50
Средние геометрические размеры образца					
d, мм	13,80	13,80	13,80	13,80	13,80
h, мм	P=0,43 ГПа	4,62	3,24	2,03	4,52
	P=0,65 ГПа	4,40	3,06	1,92	4,15
	P=0,86 ГПа	4,03	2,98	1,81	3,86
m обр., г		1,25	1,26	1,25	1,24
HV	P=0,43 ГПа	36	43	79	36
	P=0,65 ГПа	52	47	107	52
	P=0,86 ГПа	63	51	126	63
P разр., Тон	P=0,43 ГПа	0,75	1,15*	7,41	-
	P=0,65 ГПа	-	1,74	1,13*	1,30*
	P=0,86 ГПа	1,25	-	-	-

В результате спекания в исследуемых системах образуется некоторое количество фазы окислен-

ного металла (никеля или железа соответственно); косвенным подтверждением данного факта является прирост массы образца. Минимальный прирост массы характерен для систем, содержащих в качестве второго компонента композиционного материала наноструктурированный элементный никель.

Таким образом, в ходе проведенных исследований получены экспериментальные образцы композиционных материалов на основе наноструктурированного оксида алюминия и металлов триады железа. Исследованы: распределение частиц по размерам в агрегированных системах, их морфология, изменение микротвердости полученных компактных образцов в зависимости от давления прессования и условий термообработки, фазовый состав; определены прочностные характеристики экспериментальных образцов. Кроме того, установлены оптимальные условия получения экспериментальных образцов композиционных керамических материалов.

Показано, что при комнатной температуре образцы представляют собой механическую смесь фаз оксида алюминия и соответствующего d-металла. Термическая обработка в диапазоне температур 773-1373 К приводит к образованию фаз оксидов d-металлов, доля которых повышается с ростом температуры. В случае превышения оксидной составляющей некоторого количественного предела наблюдается увеличение хрупкости материала.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Наноматериалы и нанотехнологии» при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы», госконтракт 16.552.11.7060.

Литература

1. H. Awaji, T. Matsunaga, S. Choi // Materials Transactions. - 2006. - V.47, №6. - P.1532-1539.
2. M.D. Snel, F. Snijders, J. Luyten et al // Journal of the European Ceramic Society. - 2007. - V.27, №1. - P.27-33.
3. С.Н. Кульков, М.В. Григорьев // Перспективные материалы. - 2010. - №6. - С.73-75.
4. K. Wang, Z. Fu, Y. Peng et al // Chinese Journal of Aeronautics. - 2006. - №19. - P.257-260.
5. M. Backhaus-Ricoult, V. Guerin, J. Deschamps et al // Key Engineering Materials. - 1997. - V.132-136. - P.516-519.
6. Е.В. Петрова, А.Ф. Дресвянников // Журнал физической химии - Т.84. - №4. - 2010. - С.727-732.
7. Е.В. Петрова, А.Ф. Дресвянников, А.В. Винокуров // Вестник Казанского технологического университета - 2010. - № 7. - С.464-466.
8. А.Ф. Дресвянников, М.Е. Колпаков, Е.В. Пронина // Журнал общей химии. - 2010. - Т.80, №10. - С.1591-1597.

© **Е. В. Петрова** - канд. хим. наук, доц. каф. аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ;
А. Ф. Дресвянников – д-р хим. наук, проф. той же кафедры, nich140@mail.ru.