

Компактирование взрывом керамических порошков

Л. Б. Первухин¹, М. И. Алымов², И. В. Сайков², Р. Д. Капустин^{2†},
О. Л. Первухина², Е. В. Петров²

†kapustin-roman@mail.ru

¹ФГУП Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И. П. Бардина,
ул. Радио 23/9, 105005, Москва, Россия

²ФГБУН Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН,
ул. Академика Осипяна 8, 142432, Черноголовка, Россия

Исследуется возможность получения компакта керамических порошков Al_2O_3+AlN методом ударно-волнового воздействия с сохранением фазового состава. Разработаны оптимальные методы взрывного компактирования высокотемпературных электроизоляционных материалов. На их основе предложены технологические рекомендации по взрывному прессованию керамических порошков.

Ключевые слова: ударно-волновое компактирование, керамические порошки

Explosive compaction of ceramic powders

L. B. Pervukhin¹, M. I. Alymov², I. V. Saikov², R. D. Kapustin²,
O. L. Pervukhina², E. V. Petrov²

¹I.P. Bardin Central Research Institute for Ferrous Metallurgy, 23/9 Radio St., 105005 Moscow, Russia

²Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science RAS, 8 Academician Osipyan St., 142432, Chernogolovka, Russia

The investigation of obtaining compact from ceramic powders Al_2O_3+AlN by shock-wave loading with preservation of the phase composition was carried out. Best practices of explosive compaction a high-temperature insulating materials was developed. Technical recommendations for explosive compaction of ceramic powders were proposed.

Keywords: shock-wave compaction, ceramic powders

Для получения беспористых компактов из порошков, имеющих высокую твердость, в качестве способа консолидации применяют взрывные технологии, при которых соединение образуется за времена порядка нескольких микросекунд при высокой степени пластической деформации контактных областей [1]. Уникальность метода взрывного компактирования заключается в том, что в прессуемую массу порошка за короткий промежуток времени вводится большое количество энергии. При этом для получения материалов с заданными свойствами зачастую имеется необходимость сохранить в конечных компактах исходную структуру [2]. В частности смеси порошков на основе оксида и нитрида алюминия могут разлагаться либо менять свою структуру при нагреве.

Цель настоящей работы заключается в поиске оптимальных параметров и разработке технологии ударно-волнового компактирования керамических порошков и получении цилиндрических заготовок «сталь+кера-

мика+сталь» для втулок и пальцев рудотермических печей. Заготовка представляет собой стальной стержень, плакированный двухслойным функциональным покрытием, состоящим из изоляционного слоя нитрида алюминия или его смеси с оксидом алюминия и стальной трубы. Керамика на основе AlN является перспективной для применения в качестве высокотемпературного электроизоляционного материала. Изделия из него требуют спекания при температуре до 2000 °С в среде аммиака или азота, что значительно усложняет традиционную технологию. По данным работы [3] при ударно-волновом воздействии в AlN появляются зоны пластической деформации кристаллов уже при 0,55 ГПа, что должно способствовать консолидации частиц AlN .

Основным требованием к заготовке является обеспечение следующих характеристик:

1. Сохранение исходного состава керамики;
2. Сохранение герметичности ампулы после прессования;

3. Сопротивление электрической изоляции между стержнем и трубой не менее 5 кОм;
4. Равномерность компакта из керамики на всю длину заготовки (760 мм) с диаметром 60 мм;
5. Достижение прочности, достаточной для проведения последующей механической обработки.

Очевидно, что для получения равномерного компакта с заданными свойствами в первую очередь необходимо обеспечить однородность нагружения по длине образца и исключение возможности нежелательных структурных и химических превращений компонентов, а также деформаций и разрушений заготовки в целом.

В качестве керамического слоя исследовано два варианта состава керамики: нитрид алюминия AlN , и его смеси с оксидом алюминия Al_2O_3 в соотношении 4:9.

При взрывном компактировании керамических материалов со сложным составом на основе оксидов и нитридов высокие давления и температуры, несмотря на кратковременность воздействия, могут приводить к изменению состава и разложению компонентов. Кроме того, возникновение в нагружаемом материале растягивающих напряжений снижает плотность и качество компактов. Оптимизируя постановку взрывного эксперимента, можно ограничить проявление указанных выше нежелательных эффектов. Методика исследований предусматривала изучение влияния параметров плакирования на свойства и структуру конечного продукта. Схема эксперимента (рис.1) была следующей: центральный стержень 3, диаметром 36 мм и длиной 760 мм, помещался в полость ампулы, которая состояла из цилиндрического корпуса 4, верхней 2 и нижней крышек 6 из стали марки 12X18H10T. Для устойчивости стержня в крышке 6 ампулы имелся необходимый вырез. Далее в ампулу засыпался порошок 5, ампула устанавливалась на вибростол, и порошок подвергался предварительной подпрессовке. Толщина слоя порошка составляла 6 мм. Далее ампула с прессуемым порошком закрывалась крышкой и дальнейшая сборка оснастки производилась в бронекамере для подрыва взрывчатых веществ (ВВ) малого заряда.

После инициирования электродетонатора происходила детонация взрывчатого вещества, в результате которой образовывалась концентрически сходящаяся

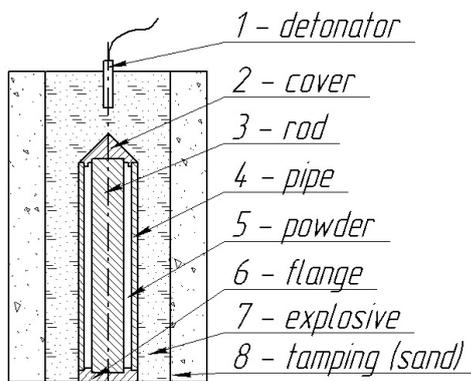


Рис. 1. Схема эксперимента компактирования взрывом.
 Fig. 1. The experimental scheme of explosive compaction.

контейнере ударная волна сжатия. Распространение детонационной волны обеспечивало всестороннее равномерное обжатие ампулы с прессуемым порошком. Разработка схемы и режимов проводилась на основании работ [2,4].

По данным работы [5] для получения прессовок и сохранения исходного состава и структуры порошка величина давления прессования должна составлять 4 ГПа и температура спекания 1100—1700 °С.

В расчетах давление во фронте детонации ВВ оценивалось по формуле [5]:

$$P = \frac{\rho_{ВВ} D^2}{4} \quad (1)$$

где: D – скорость детонации $\rho_{ВВ}$ – плотность ВВ;

Исходя, из расчета были выбраны в качестве взрывчатых веществ: аммонит 6ЖВ, смесь аммонита 6ЖВ с аммиачной селитрой и смесь аммиачной селитры с дизельным топливом.

В процессе эксперимента детонация взрывчатого вещества генерирует цилиндрически сходящуюся ударную волну, которая обеспечивает всестороннее равномерное обжатие ампулы с порошком и получение заготовок трубчатой формы.

После взрывного нагружения методом электронной микроскопии исследовалась структура образцов (рис.2), которая показала на срезе сечения образцов после компактирования (рис.2а) однородность структуры керамического слоя композита (рис.2б).

Для создания композитов, имеющих различное процентное соотношение компонентов смеси керамических порошков применили схемы нагружения, обеспечивающие варьирование энергии ВВ и длительности импульса нагрузки. Энергетические параметры регулировались изменением состава ВВ, длительность импульса — изменением толщины заряда, а также за счет использования забойки из песка. Режимы компактирования и термообработки приведены в табл.1.

Установлено, что прочность сцепления слоев и спрессованного компакта среднего слоя существенно зависели от технологических параметров. При использовании смеси аммиачной селитры с дизельным топливом (№1 табл.1) прочность керамического слоя составляет 15 МПа, однако после выдержки этого образца при комнатной температуре в течение 336 ч. прочность уве-

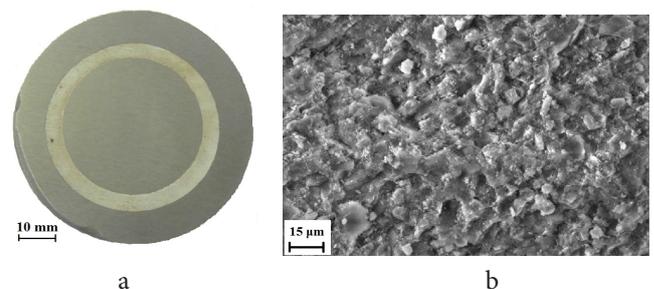


Рис. 2. Сечение образца после прессования (а) и микроструктура керамического слоя (б).

Fig. 2. The cross section of the sample after compression (a) and the microstructure of the ceramic layer (b).

Таблица 1. Зависимость прочности на сжатие образцов от режимов компактирования и обработки
Table 1. Dependence of the compressive strength of the samples from compaction and processing modes

№	Состав керамики	Давление во фронте детонации ВВ, ГПа	Температура термообработки, °С	Время выдержки, ч	Прочность на сжатие, МПа
	The composition of the ceramics	Pressure within the front of detonation, GPa	Treatment temperature, °C	Holding time, h	Compressive strength, MPa
1	Al ₂ O ₃ +AlN	0.8	20	24	15
2	Al ₂ O ₃ +AlN	0.8	20	336	25
3	Al ₂ O ₃ +AlN	1.4	20	24	40
4	Al ₂ O ₃ +AlN	1.4	20	336	50
5	Al ₂ O ₃ +AlN	5.6	20	336	75
6	AlN	2.0	20	336	100
7	AlN	2.0	700	1	250

личивается до 25 МПа (№2 табл.1). Увеличение прочности с 40 до 50 МПа при выдержке 336 ч. наблюдается на образцах скомпактированных по режиму №3, №4 табл.1. В полученном компакте сохранен заданный состав керамики (рис.3а). Выявлено, что увеличение интенсивности импульса с использованием аммонита бЖВ (№5 табл.1) способствует повышению плотности и прочности керамического слоя до 75 МПа, но может приводить к появлению новой фазы оксида алюминия, что не допустимо

(рис.3б). С повышением энергии ВВ возможно частичное разложение нитрида алюминия и изменение пропорции смеси порошков в среднем слое.

В работе [2] было показано, что прессование взрывом, активируя поверхность порошка, ускоряет прохождение диффузионных процессов и способствует образованию прочных связей между гранулами. Благодаря этому спекание порошков возможно в процессе последующей выдержки компакта при комнатной температуре. Исследование влияния на прочность керамических компактов времени выдержки при комнатной температуре показало, что уже через 336 ч его прочность становится достаточной для дальнейшей механической обработки.

Часть заготовок подвергали термообработке при 700°С. (№7 табл.1) Важно отметить, что данная температура в 2,5 раза ниже температуры при обычном спекании. Выявлено, что прочность на сжатие компактов из AlN в два раза превышает прочность материала на основе AlN+Al₂O₃, и составляет 100 МПа (№6 табл.1). Прочность образцов из AlN, прошедших термообработку составила 250 МПа.

Установлено, что активации частиц в компакте после взрывного прессования достаточно для образования связей и обеспечения прочности компактов без последующего высокотемпературного спекания. Несформировавшиеся и разорвавшиеся из-за упругого последствия контакты повышают свободную энергию системы. Таким образом, в спрессованном керамическом слое имеется дополнительная возможность уменьшения поверхностной энергии за счет внутреннего относительно перемещения частиц, образования и диффузионного залечивания контактов в процессе естественного старения.

Таким образом, сделан вывод об оптимальности режима компактирования Al₂O₃+AlN с давлением во фронте детонации 1.4 ГПа, и естественным старением не менее 336 ч. Рентгенофазовый анализ керамического слоя подтвердил сохранение исходного состава керамики.

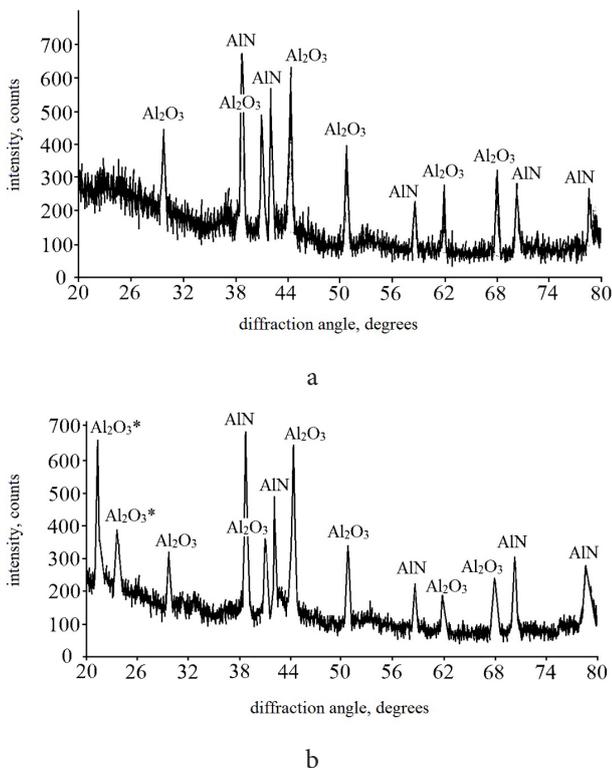


Рис. 3. Рентгенограммы компактов: (а) режим №3 таблица 1, (b) режим №5 табл.1.

Fig. 3. Radiographs compact: (a) Mode №3 table 1, (b) mode №5 Table 1. X-ray results of compacts.

После взрывного нагружения проверялось электро-сопротивление. Электрическое сопротивление керамического слоя между стержнем и трубой ампулы составило 15 кОм. Равномерность обжата оценивали по наружному диаметру заготовки на всей длине. Отклонение составило +/-0,3 мм. При механической обработке заготовок не выявлено выкрашиваний керамического слоя. Прочность на сжатие керамического слоя составила 50 МПа. К плюсам разработанной технологии можно отнести то, что взрывное компактирование не требует тяжелого оборудования, а также позволяет избежать стадию высокотемпературного спекания, а, следовательно, больших энергозатрат. На основании проведенных исследований разработаны технологические рекомендации по прессованию, получены однородные компакты заданной прочности с электро-сопротивлением керамического слоя не менее 10-15 кОм.

Благодарность. Работа выполнена при поддержке программы Президиума РАН №24.

Acknowledgements. This work was supported by the RAS Presidium Program №24.

Литература / References

1. М. П. Bondar'. FGV. **40** (4), 131—140 (2004) (in Russian) [М.П. Бондарь Физика горения и взрыва. **40** (4), 131—140 (2004).]
2. O.L. Pervukhina. Izvestiya VolGTU. Seriya: Svarka vzryvom i svoystva svarnykh soedineniy. **2** (9), 70—74 (2006). (in Russian) [О.Л. Первухина Известия ВолГТУ. Серия: Сварка взрывом и свойства сварных соединений. **2** (9), 70—74 (2006).]
3. R. Prummer. Obrabotka poroshkoobraznykh materialov vzryvom. M. Mir (1990) 128 p. (in Russian) [Р. Прюммер. Обработка порошкообразных материалов взрывом. М. Мир (1990) 128 с.]
4. V. F. Nesterenko. Impul'snoe nagruzhenie geterogennykh materialov. Novosibirsk. Nauka (1992) 200 p. (in Russian) [В.Ф. Нестеренко. Импульсное нагружение гетерогенных материалов. Новосибирск, Наука (1992) 200 с.]
5. V.D. Rogozin. Vzryvnaya obrabotka poroshkovykh materialov. Volgograd, Politehnik (2002) 136 p. (in Russian) [В.Д. Рогозин. Взрывная обработка порошковых материалов. Волгоград, Политехник (2002) 136 с.]