А. А. Васин<sup>1</sup>, к. т. н. В. П. Тарасовский<sup>1, 2</sup> (⊠), В. В. Рыбальченко<sup>1</sup>, А. Ю. Омаров<sup>1</sup>

- <sup>1</sup> ФГБОУ ВПО «Московский государственный индустриальный университет», Москва, Россия
- <sup>2</sup> ЗАО «НТЦ «Бакор», г. Щербинка Московской обл., Россия

УДК 666.3-127:669.71

# ПОРИСТАЯ КЕРАМИКА ИЗ ПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ СПЛАВА Al-Mg (20 мас. %)

Представлены результаты растровой электронной микроскопии и рентгенофазового анализа порошков, полученных химическим диспергированием сплава Al-Mg (20 мас. %) и образцов пористых керамических материалов из этих порошков. В процессе химического диспергирования алюминиево-магниевого сплава получаются порошки различных фракций. В качестве объекта для исследования был выбран порошок фракции мельче 50 мкм. Образцы керамики готовили методом полусухого прессования. Описаны особенности фазового состава и структуры термообработанных порошков и керамики, полученных при высоком содержании магния в исходном сплаве.

**Ключевые слова:** пористая керамика, метод химического диспергирования, сплав Al-Mg (20 мас. %), фрактограмма поверхности излома.

В настоящее время в промышленном производстве требуется применение изделий из различных керамических материалов, в частности из пористых проницаемых материалов для создания новых видов фильтрующих элементов и высокоэффективных теплоизоляционных изделий [1]. Поэтому получение пористых керамических материалов с высоким уровнем эксплуатационных параметров и заданной структурой пористого пространства является актуальным.

Цель настоящей работы — исследование микроструктуры и свойств порошка, полученного методом химического диспергирования из сплава Al-Mg (20 мас.%) и керамического материала на его основе.

## МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ СПЛАВА AI-Mg (20 мас.%)

Исходный порошок смешанных гидроксидов получали методом химического диспергирования сплава Al-Mg путем его обработки 20%-ным водным раствором едкого натра. Полученный из маточного раствора порошок обезвоживали, многократно отмывали дистиллированной



водой путем фильтрации под вакуумом и прокаливали при 1250 °С в течение 1 ч [2].

Отличительной особенностью полученных порошков является то, что они состоят практически из двух фракций — мельче 50 мкм и от 315 до 630 мкм. Для исследований была выбрана фракция мельче 50 мкм. Образцы керамики получали методом полусухого прессования (150 МПа) с последующим спеканием (1450 °C, выдержка 1 ч). После спекания образцы имели кажущуюся плотность 1,72 г/см<sup>3</sup>, открытую пористость 58,41 %, предел прочности при сжатии 175 МПа.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОРОШКОВ

Порошки исследовали на растровом электронном микроскопе «FEI Helios NanoLab DualBeam» при различном увеличении (рис. 1). В порошке присутствуют частицы микронного и субмикронного размеров (рис. 1, а, серо-белое поле, фаза 4). Частицы порошка мелкодисперсной фазы представлены как индивидуальными, так и объединенными в агломераты изометричными частицами. Наблюдаются также остроугольные (см. рис. 1, а, фаза 3), сферические (одиночные — фаза 1), агломерированные по поверхности мелкокристаллической фазой (рис. 1, б, фаза 1) и пластинчатые частицы (рис. 1, б, фаза 2). Размеры пластинчатых частиц порошка составляют от 1 до 5 мкм, сферических от 1 до 15 мкм. Для сферических частиц этой фракции характерно наличие ка-

Фаза	Содержание фазы, мас. %	Тип кристаллической решетки	Параметры кристаллической решетки
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	64,5	Кубическая	a = 8,083 Å, $b = 8,083$ Å, $c = 8,083$ Å, $\alpha = 90^{\circ}, \beta = 90^{\circ}, \gamma = 90^{\circ}$
α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,5	Ромбоэдрическая	a = 4,761 Å, $b = 4,761$ Å, $c = 12,997$ Å, $\alpha = 90^{\circ}, \beta = 90^{\circ}, \gamma = 120^{\circ}$
MgO	20,5	Кубическая	a = 4,217 Å, $b = 4,217$ Å, $c = 4,217$ Å, $\alpha = 90^{\circ}, \beta = 90^{\circ}, \gamma = 90^{\circ}$
NaAl <sub>11</sub> O <sub>17</sub>	8,5	Гексагональная	a = 5,602 Å, $b = 5,602$ Å, $c = 22,626$ Å, $\alpha = 90^{\circ}, \beta = 90^{\circ}, \gamma = 120^{\circ}$
CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	4,0	Моноклинная	a = 12,486 Å, $b = 8,910$ Å, $c = 5,446$ Å, $\alpha = 90^{\circ}, \beta = 97,65^{\circ}, \gamma = 90^{\circ}$

Фазовый состав порошков, подвергнутых термообработке



Рис. 1. Микроструктура порошка после синтеза

навок химического травления (см. рис. 1, б, фаза 1), образование которых, вероятно, обусловлено снижением поверхностной энергии сферических частиц.

Фазовый состав порошка исследовали на рентгеновском дифрактометре «ARL X'TRA. Thermo Fisher Scientific» (см. таблицу). Основными кристаллическими фазами порошка после синтеза являются шпинель MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> и периклаз. Благородная шпинель образовалась при высокотемпературной термообработке осадка сложного гидроксида, включающего ионы магния и алюминия, являющегося ее промежуточной формой. Кроме того, в порошковой пробе обнаружено небольшое количество мелкодисперсного корунда α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Образование CaAl<sub>4</sub>O<sub>7</sub> с моноклинной кристаллической решеткой можно объяснить попаданием кальция при отмывке порошка в водопроводной воде с повышенной жесткостью, обусловленной присутствием в ней гидрокарбонатов кальция и магния.

### ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ

Для исследования структуры керамического материала были получены фрактограммы поверхности излома образцов (рис. 2), образованные в результате осевого сжатия цилиндрического образца. Поверхность излома имеет ярко выраженный рельеф, образованный мелкодисперсной фазой (см. рис. 2, а, фаза 1) — субмикронными и микронными кристаллами (зернами). Данные петрографического анализа показали, что эта фаза представлена кристаллами α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>. Помимо мелких кристаллов, структура керамики содержит агломераты, образованные этими кристаллами. Появление такого поверхностного излома связано с преимущественным отрывом зерен и их агломератов при разрушении массивного образца вследствие действия сдвиговых и растягивающих напряжений с образованием соответствующих полостей. Для материала характерно наличие таких видов пор (см. рис. 2, а, фаза 4), как поры мелкодисперсной фазы (связки), агломератные и межагломератные поры, а также поры, образованные полыми округлыми частицами. Пористое пространство связки представлено сообщающимися каналообразными порами.

При исследовании структуры керамического материала установлено наследование геометрической формой зерен в спеченном материале формы частиц исходного порошка. Округлые гранулы не теряют свою форму и геометрические размеры после формования и спекания. Движение фронта разрушения по образцу из керамики приводит к раскрытию округлых гранул с образованием осколков в

48



Рис. 2. Микроструктура поверхности излома керамики (*a*, б — различные участки): 1 — мелкодисперсная фаза (субмикронные и микронные кристаллы); 2 — полости, образованные за счет отрыва зерен; 3 — сферические зерна; 4 — агломераты, образованные мелкодисперсной фазой; 5 — межагломератные поры

виде полусфер (см. рис. 2, б). При этом видно, что круглые гранулы являются полыми с беспористой оболочкой. Полые сферические гранулы играют важную роль в процессе разрушения пористого керамического материала. Анализ фрактограмм излома образцов показал возможность двух механизмов разрушения: развитие трещины на дефектах оболочки сфе-

#### Библиографический список

1. Химическая технология керамики : учеб. пособие для вузов ; под ред. проф. И. Я. Гузмана. — М. : Стройматериалы, 2003. — С. 458, 459.

2. **Омаров, А. Ю.** Технологическая схема спекания нанодисперсных порошков, полученных методом химического диспергирования / А. Ю. Омаров, рических частиц и по границам раздела между мелкокристаллической фазой и этими частицами. Керамические материалы с такой структурой должны обладать повышенными прочностью и термостойкостью.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано, что в порошке, полученном методом химического диспергирования сплава Al-Mg (20 мас. %), имеются частицы различной формы: пластинчатые (плоские и изогнутые), изометричные, сферические и остроугольные. Кроме того, отмечены агломераты из сферических частиц, при этом их поверхность имеет ярко выраженный ступенчатый рельеф.

Из анализа фрактограмм поверхности излома образцов керамики установлено, что ее структура состоит из диффузионно-связанных зерен и большого количества полых округлых гранул. Кроме того, имеется большое количество пор различного размера и конфигурации.

Исследованный высокопористый керамический материал может в перспективе найти применение для изготовления фильтрующих элементов или теплоизоляционных изделий.

\* \* \*

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках выполнения научно-исследовательской работы «Проведение исследований по оценке влияния структуры порового пространства и поверхностного заряда керамики на ее проницаемость» по государственному заданию № 11.2504.2014/К от 18 июля 2014 г. на оборудовании Центра коллективного пользования «Наукоемкие технологии в машиностроении».

Ф. 3. Бадаев, Ю. Г. Трифонов // Новые огнеупоры. — 2012. — № 10. — С. 32–35. ■

Получено 15.09.14 © А. А. Васин, В. П. Тарасовский, В. В. Рыбальченко, А. Ю. Омаров, 2014 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ

