Г. В. Лисачук, д-р техн. наук, проф. Е. Ю. Федоренко, д-р техн. наук, проф. Р. В. Кривобок, канд. техн. наук, доц. А. В. Захаров, канд. техн. наук В. В Волощук, аспирант Е. В. Чефранов, аспирант М. С Майстат, аспирант (НТУ «Харьковский политехнический институт», Харьков)

ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБЖИГА НА СВОЙСТВА ЦЕЛЬЗИАН-СЛАУСОНИТОВОЙ КЕРАМИКИ

Несмотря на значительные мировые достижения в развитии технологических подходов получения кварцевой, литий и магний-алюмосиликатной керамики с высоким уровнем радиотехнических характеристик, разработанные к настоящему времени керамические материалы имеют температуры эксплуатации, не превышающих 1100 °C.

С развитием скоростей и маневренности летательных аппаратов нужны более совершенные радиопрозрачные материалы, обладающие низкой диэлектрической проницаемостью и малыми диэлектрическими потерями, высокой температурой эксплуатации (>1400 °C), высокой механической прочностью, эрозионной стойкостью к воздействию дождя, пыли и газов при полетах на гиперзвуковых скоростях [1].

В связи с этим, в последние годы большое внимание привлекают керамические материалы на основе систем SrO–Al₂O₃–SiO₂ и BaO–Al₂O₃–SiO₂, содержащих кристаллические фазы моноклинного цельзиана и стронциевого анортита или их твердые растворы [2]. Эти фазы характеризуются высокими температурами плавления (> 1700 C), низкими значениями диэлектрической проницаемости (<10 до 1400 °C), большими прочностными свойствами, невысокой плотностью (до 3 г/см³) и достаточно низкими значениями ТКЛР, что делает их весьма перспективными для создания высокотемпературных радиопрозрачных материалов.

Одной из важнейших задач при изготовлении деталей спецтехники является выбор радиопрозрачных материалов, удовлетворяющих ряд жестких требований по устойчивости радиотехнических характеристик во всем диапазоне температур эксплуатации, устойчивости к тепловому удару, эрозионной устойчивости к воздействию пыли и газов при полетах на гиперзвуковых скоростях, низкой теплопроводности и теплоемкости, высокой прочности и низкой плотности, а также

Создание радиопрозрачных материалов с комплексом высоких эксплуатационных характеристик и разработка технологических параметров изготовления деталей различных форм и размеров является насущной необходимостью современной авиакосмической промышленности. Решение этой задачи позволит улучшить управляемость летательных аппаратов и сократить расходы на их ремонтное обслуживание.

В работе в качестве основных фаз выбраны слаусонит и цельзиан, которые по уровню электрофизических свойств удовлетворяют требования к радиопрозрачным материалам, их синтез в составе керамики позволит получить материалы с низким коэффициентом отражения радиоволн и высокой термостойкостью. Фигуративные точки составов, которые соответствуют их стехиометрическому соотношению для славсонита мас. %: SrO – 31,81; Al₂O₃ – 31,30; SiO₂ – 36,89, для цельзиана, мас. %: BaO – 40,84; Al₂O₃ – 27,16; SiO₂ – 32,00.

В качестве исходных сырьевых материалов использовали: глинозем Г-00, кварц Вишневецкий, карбонат бария и карбонат стронция. Для создания образцов цельзиан-слаусонитовой керамики способом шликерного литья было выбрано следующее соотношение кристаллических фаз SrAl₂Si₂O₈ : BaAl₂Si₂O₈ – 75:25 [3].

В лабораторных условиях подготовку сырья осуществляли путем помола в шаровой мельнице сырьевых материалов и прохождением их сквозь сито № 0063. Далее полученный пресс-порошок увлажняли раствором карбоксиметилцеллюлозы до влажности 8%. Формирования брикетов с размерами 50 × 10 × 50 мм осуществляли полусухим методом прессования смеси на ручном гидравлическом прессе ПГР-10 под давлением 20 МПа. Сушка брикетов происходила в сушильном шкафу при температуре 110 °C в течение 3 часов. Синтез проводили в муфельной печи при максимальной температуре 1200 °C с выдержкой – 2 часа. Измельчение и помол синтезированного вещества проводили в планетарной мельнице в течении 10 минут, с последующим пропусканием через сито № 0063 до остатка на нем не более 1,0%.

Шликер из синтезированного вещества получали в шаровой мельнице при соотношении вещество: керамические шары 1:3, с добавлением дефлокулянта Dolapix PC 67. Готовый шликер заливали в гипсовую форму. Сушку сырца проводили в сушильном аппарате при температуре 110 °C в течение 3 часов. Обжиг высушенного сырца проводили в силитовой печи при скорости набора температуры 15 град/мин, максимальных температурах обжига 1250°C, 1350°C, 1400°C с выдержкой в 2 часа.

Результаты исследований физико-механических свойств, полученных лабораторных образцов цельзиан-слаусонитовой керамики, представлены в таблице.

| Температура обжига, °С | Свойства материала | | |
|---------------------------|--------------------|---------------|-------------------------|
| | водопоглощение, | открытая | кажущаяся плотность, |
| | % | пористость, % | г/см³ |
| 1250 | 5,9 | 14,8 | 2,42 |
| 1350 | 5,8 | 14,7 | 2,47 |
| 1400 | 4,7 | 12,0 | 2,56 |

Физико-механические свойства образцов цельзиан–слаусонитовой керамики, полученной способом шликерного литья

Как видно из полученных данных (табл. 1) при увеличении температуры обжига водопоглощение и открытая пористость уменьшаются до значений 4,7% и 12,0% соответственно. Кажущаяся плотность при увеличении температур с 1250 до 1400 °C повышается с 2,42 г/см³ до 2,56 г/см³.

Структурно-фазовые особенности полученной керамики исследованы методами РФА и сканирующей электронной микроскопии. Результаты качественного рентгенофазового анализа показали, что при температурах обжига свыше 1250 °C во всех образцах присутствует только фаза $Ba_{0.25}Sr_{0.75}Al_2Si_2O_8$ (рис. 1), что говорит о полноте протекания реакций образования основной фазы.



Рисунок 1 – Рентгенограмма образца цельзиан-слаусонитовой керамики, обожжённого при температуре 1250 °C

Микрофотоснимки излома образцов, полученных при разных температурах обжига, представлены на рис. 2–4.



а) при увеличении в 1000 раз

б) при увеличении в 10000 раз





а) при увеличении в 1000 раз

б) при увеличении в 10000 раз





а) при увеличении в 1000 раз

б) при увеличении в 10000 раз

Рисунок 4 – Микроструктура образца, синтезированного при 1400 °C

Как показали результаты электронной микроскопии (рис. 2–4), структура образца керамики является однородным твердым раствором, без дефектов и трещин.

Снимки с увеличением ×1000 (рис. 2(a), 3(a), 4(a)) позволяют оценить естественную шероховатость поверхности скола, пористость образца и однородность структуры материала.

На SEM-снимках с увеличением (×10000) (рис. 2(б), 3(б), 4(б)) представлены отдельные участки керамики. Видим, что при повышении температуры от 1350 °С начинается активный рост кристаллов твердого раствора.

Для образца цельзиан-слаусонитовой керамики, обожженного при 1400 °С, определялась огнеупорность инструментальным методом в соответствии с ГОСТ 4069-69. По результатам испытаний огнеупорность составила 1670 ± 10 °С. Погрешность измерений огнеупорности рассчитывали в соответствии с ДСТУ-Н РМГ 43:2006.

Установлено, что с увеличением температуры обжига физико-механические свойства цельзиан-слаусонитовой керамики улучшаются за счет образовавшейся кристаллической структуры и роста кристаллов.

По результатам проведенных исследований лучшими свойствами обладает керамика состава $SrAl_2Si_2O_8$: $BaAl_2Si_2O_8 - 75:25$, обожженная при температуре 1400 °C со следующими характеристиками: водопоглощение – 4,7 %, открыта пористость – 12,0 %, кажущаяся плотность – 2,47 г / см³, огнеупорность керамики – 1670 °C.

Литература

1. Електродинамічні характеристики кераміки на основі системи SrO – Al₂O₃ – SiO₂ в мікрохвильовому діапазоні / В.І. Григорук [та ін.] // Журнал нано- та електронної фізики. – 2017. – № 5 (9). – С. 05014-1– 05014-5.

2. Structure of the BaO–Al₂O₃–SiO₂ system (review) / G. N. Shabanova [et al.] // Glass and Ceramics. $-2003. - V. 60. - N \ge 1-2. - P. 43-46.$

3. Разроботка радиопрозрачной керамики на основе композиций системи BaO – SrO – Al₂O₃ – SiO₂ / Г.В. Лисачук [и др.] // Вісник НТУ «ХПІ». – 2016. – № 22 (1194). – С. 112–115.