

А. Г. Довгаль*, В. В. Варюхно, Л. Б. Приймак

Національний авіаційний університет, м. Київ, Україна

*kalibr201@ukr.net

Вплив структуроутворення композитів системи Al_2O_3-C з різними вмістом графіту на їхні механічні властивості

Досліджено вплив складу і активаційних домішок на структуру композита системи Al_2O_3-C . Вивчено пористість та морфологічні особливості структури. Досліджено такі фізико-механічні властивості отриманих зразків, як міцність на згинання та твердість. Встановлено оптимальні значення цих характеристик відносно складу та технологічних режимів отримання.

Ключові слова: алунд, графіт, корунд, міцність, твердість, густина, пористість.

ВСТУП

Сучасні методи порошкової металургії дозволяють отримувати композиційні матеріали із заданим широким спектром фізико-механічних властивостей, змінюючи склад матеріалу та технологічні особливості його отримання. Технічне завдання, а саме форма та умови роботи майбутньої деталі, та наявна ресурсна база змушують проектувати композиційний матеріал для конкретних умов експлуатації, особливо у разі необхідності серійного виробництва.

Попередні дослідження у порошковій металургії демонструють стійку тенденцію покращення властивостей композиційного матеріалу, складниками якого є коштовні компоненти. Проте, використовуючи технологічні заходи, можна отримувати високоміцні та зносостійкі матеріали з некоштовних компонентів. Також дуже важливою є наявність компонентів для композиційного матеріалу у ресурсній базі України (навіть із використаних бляшанок для напоїв[1]). Тому, для майбутнього композиційного матеріалу авторами було обрано оксид алюмінію, що виготовляється з глинозему та має ряд важливих технологічних властивостей для використання у вузлах тертя. Дане дослідження присвячено вивченню особливостей структуроутворення і механічних властивостей композиційного матеріалу на основі оксиду алюмінію. Додатково до складу матеріалу додавали дрібнодисперсний графіт для отримання дрібнозернистої структури матеріалу, що позитивно позначається на фізико-механічних характеристиках матеріалу, та зменшує коефіцієнт тертя.

Досить тривалий час існує наукова зацікавленість таким матеріалом, як алунд (штучний корунд). Так, у [2] ретельно досліджено абразивну дію часточок корунду (алунду) розміром 60, 120 і 180 мкм та встановлено, що за різних умов тертя на абразивне зношування суттєво впливає розмір абразивних частинок, а також абразивне зношування є дуже чутливим до сили тиску і швидкості. В [3] вивчено властивості пористого анодного оксиду алюмінію з нанорозмірною структурою. Розробка призначалася для отримання високо-

температурного матеріалу з високими оптичними властивостями, а саме світловідбивання. В [4] було застосовано оксид алюмінію, як складник теплозахисного покриття і досліджено його твердість та тріщиностійкість, автори [5] легували алунд домішками скляних ошурок та визначили фізико-механічні властивості отриманих спіканням матеріалів. Було встановлено [6], що оксид алюмінію покращує властивості карбідокремнієвого композита за рахунок створення високоміцних зв'язків між зернами зі шпінелі, корунду і кварцу.

Метою даної роботи є отримання зносостійкого та дрібнозернистого матеріалу на основі оксиду алюмінію для високонавантаженого безсервісного трибосполучення імпрегнованого графітом (використаного у якості твердого мастила).

МЕТОДИКА І МАТЕРІАЛИ

Для проведення експериментальної частини дослідження використовували порошок оксиду алюмінію (ТУ 6-09-2486–77), що мав переважну модифікацію корунду α - Al_2O_3 , середнього розміру частинок 40–45 мкм і порошок графіту ГЛ-1 середнього розміру 3–5 мкм (ГОСТ 5279–74) в концентрації Al_2O_3 –5С¹.

Із вказаних сумішей виготовляли зразки та натурні деталі для обґрунтування можливості виготовлення секційних втулок для шарнірних з'єднань підіймально-транспортних механізмів. Так, для механічних та триботехнічних випробувань виготовляли зразки у формі паралелепіпеда розміром 5×5×35 мм, одночасно досліджували фізико-механічні характеристики як чистого алунду, так і легованого графітом.

Порошок оксиду алюмінію розмелювали в футерованих барабанах з алундовими розмельними тілами планетарного млина “Санд-1” у середовищі ацетону протягом 10 год до розміру частинок шихти 5–10 мкм. Питома потужність розмельного обладнання планетарного млина “Санд-1” складала 5 Вт/г. Отриману шихту сушили та просіювали через сито. Потім у композицію додавали порошок графіту ГЛ-1 середнього розміру частинок 3–5 мкм (ГОСТ 5279–74) в концентрації Al_2O_3 –5С та ретельно перемішували у рольганговому млині в ємності місткістю 1 л звичайної конструкції протягом 20–30 год до рівномірного розподілу компонентів шихти. Питома потужність розмельного обладнання рольгангового млина складала 1,2 Вт/г. З метою уникнення розшарування компонентів отриману шихту миттєво піддавали гарячому пресуванню.

Гаряче пресування шихти здійснювали на установці СПД-120 з індукційним нагріванням без захисної атмосфери. Шихту порошоків засипали в прес-форму з високоміцного графіту марки МПГ-7. Робочі поверхні прес-форми попередньо змащували нітридом бору для запобігання взаємодії між матеріалом, що пресується, і графітом. Нагрівання здійснювали зі швидкістю 100°C/хв. Під час гарячого пресування безперервно фіксували усадку за допомогою мікрометричного індикатора, механічно з'єднаного з важелем плити преса. Навантаження прикладали за температури 800 °С.

Повна усадка композита Al_2O_3 –5С відбувалась протягом 5 хв за температури 1700–1750 °С, навантаження складало 25 МПа. Керамічні зразки складу Al_2O_3 –5С, призначені для випробувань на міцність, пресували у вигляді паралелепіпедів розміром 6×6×36 мм. Температуру під час гарячого пресування

¹ Тут і далі концентрацію композиційного матеріалу наведено в % (за масою).

контролювали оптичним пірометром “Промінь”. Отримані зразки шліфували на плоскошліфувальному станку алмазними кругами.

Твердість зразків за Роквелом вимірювали на приладі ТК-2 (ГОСТ 3882–74) шляхом втискування алмазного індентора за навантаження $P = 60$ кгс (шкала HRA).

Визначення міцності на згинання проводили на установці AS-102, згідно з ГОСТ 18228–72. Для випробувань використовували гарячепресовані зразки розміром $6 \times 6 \times 36$ мм. Швидкість навантаження складала 6 мм/с.

Межу міцності на згинання розраховували за формулою

$$\sigma_{зг} = \frac{3Pl}{2a^3},$$

де P – навантаження під час руйнування, Н; l – відстань між опорами, мм; a – ширина зразка, мм.

Для дослідження структури і фазового складу композита на основі Al_2O_3 –5C проводили металографічний, рентгенофазовий (РФА) і мікрорентгеноспектральний (МРСА) аналізи.

Рентгенофазовий аналіз зразків виконували на рентгеновських дифрактометрах ДРОН-2.0 в $CuK\alpha$ -випромінненні.

Для дослідження структури, фазового складу, а також розподілу і складу елементів в кожній з фаз композита використовували мікрорентгеноспектральний аналіз (МРСА) на мікроаналізаторі електронного мікроскопа Сатеса SX-50.

АНАЛІЗ РЕЗУЛЬТАТІВ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Було проведено ретельне дослідження впливу вмісту легуючої добавки графіту до композита на його структуру та механічні властивості. Для цього графіт додавали у концентрації 3 і 5 %, а також та отримували композит без легуючої добавки (таблиця). За однакової температури пресування 1700 °C було визначено міцність на згинання та для кожного зі зразків виготовлено шліфи для електронного і рентгенофазового дослідження їх структури.

Склад, режими гарячого пресування і властивості композиційних матеріалів на основі оксиду алюмінію

Склад композита, % (за масою)	Оптимальна температура пресування, °C	Густина, г/см ³	Залишкова пористість, %	Міцність на згин, МПа	Твердість HRA
Al_2O_3	1700	3,41	5	61	78
Al_2O_3 –3C	1700	3,41	2–3	141	79
Al_2O_3 –5C	1700	3,40	< 1	560	75

Загальну морфологію композита Al_2O_3 –5C наведено на рис. 1, а, б на двох світлинах за різного збільшення. Зі світлини за збільшення 200 (див. рис. 1, а) можна зробити висновок, що композит має дрібнозернисту рівномірну структуру без суттєвих відхилень та скупчень компонентів.

Світлина за збільшення 2000 (див. рис. 1, б) дозволяє виділити за кольоровим контрастом три типи фаз, зокрема світло-сіру, темно-сіру і чорну, та визначити (див. рис. 1, б) розмір фаз: сірі і світло-сірі фази не перевищують 5 – 10 мкм, а темні – 10 – 20 мкм.

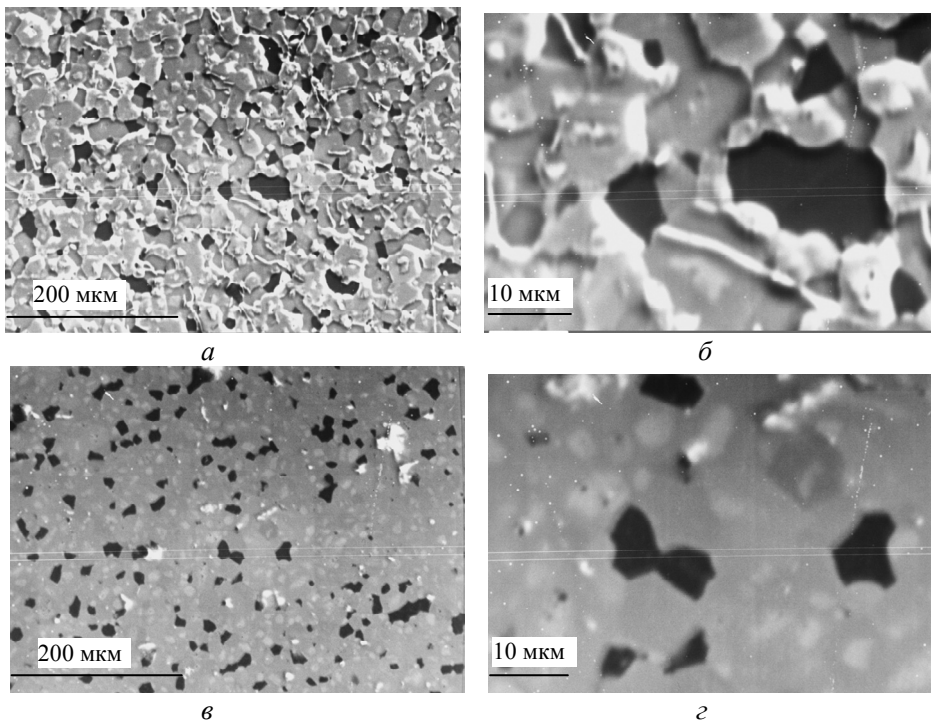


Рис. 1. Мікроструктура отриманих зразків системи $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3C}$ (а, б), $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-5C}$ (в, г).

Для вивчення вмісту цих фаз було проведено поелементний мікрорентгено-спектральний аналіз уздовж лінії, що перетинає характерні фази на світлинні зі збільшенням 2000 (рис. 2, а), результати якого наведено на рис. 2, б-г.

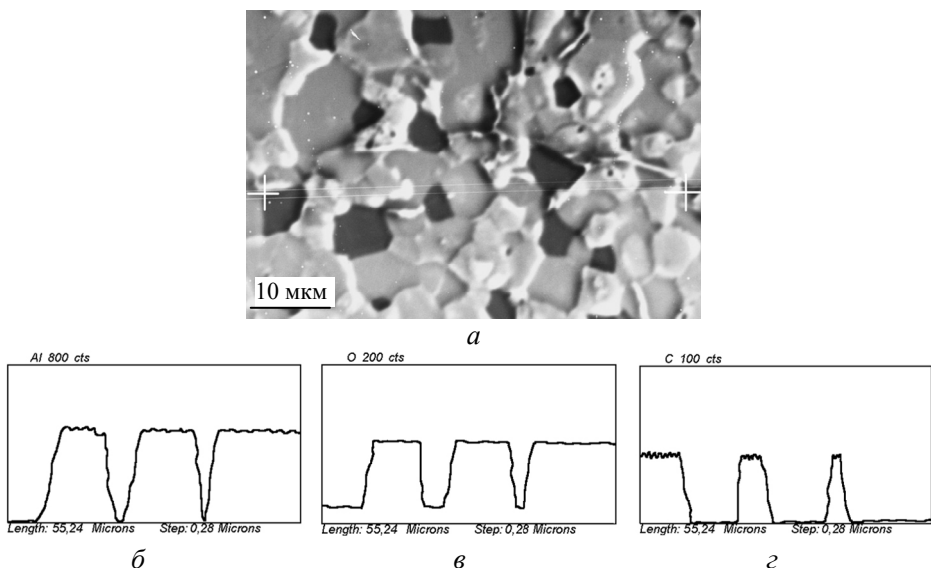


Рис. 2. Мікроструктура отриманих зразків системи $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ (а) та розподіл у ній алюмінію (б), кисню (в), вуглецю (г).

Отже, можна зробити висновки, що темні фази є фазами графіту, про це свідчить розподіл вуглецю (див. рис. 2, а і г), а сірі та світло-сірі фази є фаза-

ми на основі алюмінію та кисню, про це свідчать спектри рис. 2, б і в, але не відомо, які їх стехіометричний склад та алотропічна модифікація. Для цього було проведено рентгенофазовий аналіз та визначено наявність у композиті фаз вуглецю гексагональної ґратки та двох політипів оксиду алюмінію: $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (корунд) з гексагональною ґраткою (світло-сіра фаза) і $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ з кубічною ґраткою (темно-сіра фаза).

Розмір зерен композиційного матеріалу варіюється в межах від 5 до 10 мкм. [2].

Композит із алунду зі вмістом 3 % графітової лігатури має більшу (141 МПа) міцність, ніж нелегований композит (таблиця 1.), очевидно, що вмісту 3 % графіту замало для запобігання появі рекристалізаційних ефектів, що збільшують розмір зерен композита. У структурі такого композита переважає темно-сіра фаза – корунд рекристалізаційного типу (див. рис. 1, б), що і зумовлює зниження міцності композита.

В композиті зі вмістом 5 % графіту (див. рис. 2, в) спостерігали рівномірний розподіл графіту в матриці з оксиду алюмінію. Також за вмісту 5 % графіту спостерігали переважне утворення кубічного політипу оксиду алюмінію (85 % за площею) порівняно зі вмістом 3 % графіту (50 % за площею). Структура композита була більш однорідна та бездефектна, що суттєво підвищило міцність на згин – 560 МПа (рис. 3, крива 1), але погіршило твердість до 75 HRA. Це зазвичай пов'язано з перерозподілом теплової енергії у процесі гарячого пресування шихти.

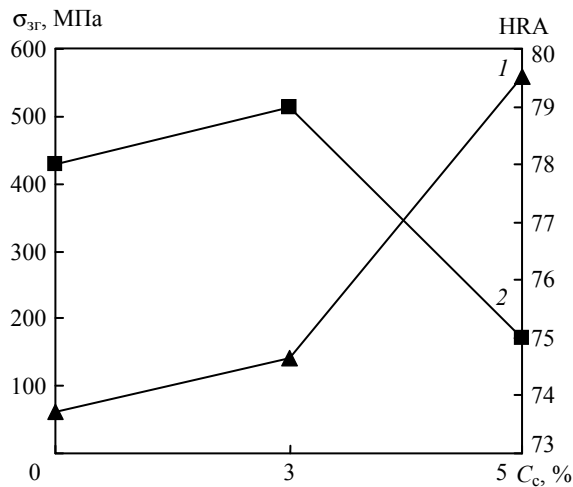


Рис. 3. Залежність механічних характеристик композита $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ від вмісту графіту: 1 – міцність на згин; 2 – твердість.

Графіт не утворював з оксидом алюмінію жодних хімічних сполук та не мав навіть дифузійних зон взаємного проникнення, а збільшення концентрації графіту також сприяло перешкоджанню розповсюдженні тріщин, що позитивно впливає на значення міцності на згин. Також на міцність на згин позитивно впливає фазова різномірність матриці, що умовно “подрібнює” структуру та одночасно створює дуже міцні міжзеренні границі. Подальше підвищення концентрації графіту не є доцільним, тому що різко та миттєво падає міцність на згин, бо матриця з оксиду алюмінію стає відкритою з малою міцністю (до 10 МПа).

Аналіз рис. 3 показує, що введення до оксиду алюмінію графіту позитивно впливає на міцність на згин (див. рис. 3, крива 1), але лише до значення концентрації 5 % (за концентрації 7 % міцність на згин стрімко падає до 50 МПа, а за концентрації 10 % – до 10 МПа (тобто композиційного матеріалу, як такого, не відбувається). Якщо і можна отримати композиційний матеріал, то лише за дуже високої температури гарячого пресування, а це призводить до вигорання графіту (без захисної атмосфери) та до рекристалізації (росту зерен), що є фактичним переплавом шихти. Тому було визначено саме оптимальну температуру, що забезпечує задовільну пористість та максимально зберігає вихідну структуру та зернистість композита. Особливо варто наголосити на важливості ретельного перемішування такої замалої (5 %) концентрації графіту у рольганговому млині не менше 20 год та негайного пресування для запобігання розшаруванню шихти.

Дослідження залежності твердості композита від концентрації графіту показало (див. рис. 3, крива 2), що невелика (3 %) концентрація графіту несуттєво підвищує твердість композита від 78 до 79 HRA, а з підвищенням концентрації графіту до 5 % твердість падає від 79 до 75 HRA, що можна пояснити тим, що гетерофазна система зазнає суттєвого зниження поверхневої енергії та мало опирається проникненню індентора.

ВИСНОВКИ

Розроблено новий композиційний матеріал триботехнічного призначення на основі оксиду алюмінію (сировини для виготовлення якого достатньо у ресурсній базі України) та було здійснено спробу використання графіту як твердого мастила.

Визначено механічні властивості розробленого матеріалу і встановлено оптимальні їх значення: міцність на згин 560 МПа, твердість 79 HRA у діапазоні концентрацій графіту 3–5 %.

Вивчено мікроструктуру і механізми зношування розробленого матеріалу методами скануючої електронної мікроскопії та рентгенофазового аналізу.

A. H. Dovhal, V. V. Varijukhno, L. B. Pryimak
National Aviation University, Kyiv, Ukraine
Effect of structure formation of composite materials
of the Al_2O_3 -C components with different graphite content
on their mechanical properties

The effect of content and activating dopants on the structure of composition materials of the Al_2O_3 -C components has been researched. Porosity and morphological features of structure have been studied. Such physical and mechanical properties of acquired specimens, as bend strength and hardness have been researched. Optimum values of these descriptions in relation to content and manufacturing modes of acquisition have been established.

Keywords: *alundum, graphite, corundum, strength, hardness, density, porosity.*

1. Sheel T.K., Poddar P., Murad A.W., Neger A.T., Chowdhury A.S. Preparation of aluminum oxide from industrial waste can available in Bangladesh environment. *J. Adv. Chem. Eng.* 2016. Vol. 6, iss. 2. P. 1–5.
2. Krajcarz I R.D., Spadło S., Młynarczyk P. Influence of the input parameters on the efficiency of plaster sanding with alundum abrasive discs. *J. Alloys Compd.* 2017. Vol. 179. P. 1–6.
3. Martin J., Martin-Gonzalez M., Fernandez J.F., Caballero-Calero O. Ordered three-dimensional interconnected nanoarchitectures in anodic porous alumina. *Nature Commun.* 2014. Vol. 5, art. 5130.

4. Garcia R.H.L., Ussui V., de Lima N.B., Muccillo E.N.S., Lazar D.R.R. Physical properties of alumina/yttria-stabilized zirconia composites with improved microstructure. *J. Alloys Compd.* 2009. Vol. 486. P. 747–753.
5. Suprapedi, Muljadi, Sardjono P. The characterization of ceramic alumina prepared by using additive glass beads. *J. Alloys Compd.* 2018. Vol. 299. P. 1–5.
6. Dovgal A.G., Varijukhno V.V., Pryimak L.B. Effect of the structure formation of SiC–Al₂O₃ composites with various activating dopants on their strength and hardness. *J. Superhard Mater.* 2020. Vol. 42. P. 96–100.

Надійшла до редакції 08.12.21

Після доопрацювання 03.01.22

Прийнята до опублікування 10.01.22