

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ АЛЮМОСИЛИКАТОВ И БАЗАЛЬТОВОГО ВОЛОКНА

Е. Е. Петюшик¹, С. М. Азаров², А. А. Дробыш²,
Л. В. Маркова¹, Т. В. Гамзелева¹

¹ГНПО порошковой металлургии, ул. Платонова, 41, 220005, г. Минск, Беларусь

²Белорусский национальный технический университет, пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь

Поступила 13.08.2018 г.

В статье приведены результаты исследований структурных и фильтрующих характеристик пористых композиционных материалов на основе порошков алюмосиликатов и базальтового волокна в сравнении с характеристиками известных пористых материалов на основе силикатов.

Введение. Как известно, армирование керамических материалов волокнами позволяет получать высокопрочные композиты. Армирование керамики дисперсными волокнами приводит к новым материалам с повышенной стойкостью, устойчивостью относительно тепловых ударов, с повышенной теплопроводностью [1]. Предположительно, армирование пористой алюмосиликатной керамики керамическими волокнами к указанным выше преимуществам добавит и увеличение коэффициента проницаемости. Однако ассортимент волокон, пригодных для армирования керамики, ограничен свойствами исходного материала. При производстве базальтовых волокон в качестве сырья используются горные породы, химический состав которых близок по составу к алюмосиликатным порошкам (мас.%): SiO₂ (47,5–55,0); Al₂O₃ (14,0–20,0) [2]. Следовательно, такие характеристики, как коэффициент термического расширения, температуры плавления и спекания алюмосиликатных материалов и базальтового волокна, будут близки.

Материалы и методики испытаний. Шихту для прессования экспериментальных образцов готовили на основе базальтового волокна марки БС16-12-76 и алюмосиликатных порошков, полученных размолотом фарфорового боя. Прессование экспериментальных образцов диаметром 16 мм и высотой 16 мм производили на

лабораторном прессе ПППр, спекание образцов в печи сопротивления типа СНОЛ – на воздухе.

Исследование структуры всех представленных образцов проводили на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения «Miga» фирмы «Tescan» (Чехия). Микроскоп оснащен детекторами вторичных электронов SE и обратно отраженных электронов BSE, которые позволяют проводить исследование образцов в двух режимах. При съемке образцов в режиме вторичных электронов (SE) контраст на изображении создается за счет отражения электронного пучка от поверхности образца. В случае исследования при помощи детектора обратно отраженных электронов (BSE) контраст на картинке создается за счет разности «усредненных» атомных номеров.

Испытание на сжатие проводили на универсальной испытательной машине «Tinius Olsen H150K-U» (Англия) с погрешностью измерения 1 % и скоростью перемещения траверсы 2 мм/мин.

Микротвердость по Викерсу измеряли на микротвердомере «Micromet-II» с нагрузкой 300 г по ГОСТ 9450-76. Измерение проводили на пяти разных участках.

Измерение коэффициента проницаемости осуществляли согласно ГОСТ 25283-93.

Цель работы – исследовать структуру и свойства пористых композиционных материалов на

основе порошков алюмосиликатов и базальтового волокна.

Для исследований была изготовлена партия образцов, режимы спекания которых представлены в табл. 1.

Таблица 1. Характеристика исследуемых образцов

Маркировка, №	Содержание волокна, мас. %	Температуры спекания, °С
1	2	1250
2	5	1000 и 1150
3	10	1000 и 1150
4	15	1000 и 1150
5	20	1000 и 1150

В полученных экспериментальных образцах определяли прочность на сжатие и микротвердость. Метод испытания на сжатие заключался в определении максимальной нагрузки, предшествующей разрушению образца. Образец для испытания помещали между нажимными плитами испытательной машины таким образом, чтобы он находился в центре плит. Нагружение образца проводили плавно и непрерывно. Прочность при сжатии образца (максимальное напряжение, возникающее в момент разрушения) вычисляли по формуле

$$\sigma_{сж} = \frac{P_{max}}{S},$$

где $\sigma_{сж}$ – прочность при сжатии, МПа; P_{max} – максимальная нагрузка, предшествовавшая моменту разрушения образца или появления в нем трещины, Н; S – площадь поперечного сечения, мм².

В табл. 2 представлены значения прочности на сжатие и усредненные значения микротвердости исследуемых образцов.

Таблица 2. Механические свойства исследуемых образцов

Маркировка, №	Температура спекания, °С	Максимальная нагрузка, Н	Прочность на сжатие, МПа	Микротвердость, кг-с/мм ²
2	1150	1840	14,72	–
3	1150	3860	21,4	869,3
4	1150	2100	12,8	576,6
5	1000	1660	7,70	1011,8

Анализ экспериментальных результатов.

В результате проведенных испытаний установлено, что наиболее прочным является образец

№ 3, спеченный при температуре 1150 °С: максимальная нагрузка составила 3860 Н, прочности на сжатие – 21,4 МПа. Наименее прочным оказался образец № 5, спеченный при температуре 1000 °С: разрушение образца началось при нагрузке 1660 Н.

На прочность образцов при сжатии большое влияние оказывает состав компонентов, из которых формируется композиционный материал. Необходимы дальнейшие исследования для корректировки технологии получения образцов высокопористой керамики с заданными прочностными характеристиками.

Как показали проведенные исследования, значения микротвердости и прочности на сжатие не всегда коррелируют между собой. Это может быть связано с тем, что в структуре материала присутствуют как кристаллическая, так и аморфная структурные составляющие. В связи с этим прочность на сжатие более достоверно характеризует исследуемые образцы, так как сжатие идет по всей поверхности образца.

На рис. 1–5 представлены снимки структуры образцов керамики с маркировками № 1–5 (см. табл. 1). В образцах присутствуют кристаллическая и аморфная фазы. Аморфная фаза представляет собой расплавленное базальтовое волокно, которое служит связкой между кристаллическими частицами алюмосиликата. Как следует из полученных данных, если базальтовое волокно не полностью расплавилось, то в экспериментальных образцах наблюдаются волокна, которые совместно с кристаллическими частицами алюмосиликата создают различные типы композиционных структур. Увеличение температуры спекания на 150 °С (с 1000 °С до 1150 °С) увеличивает количество расплавленных базальтовых волокон. При температуре спекания 1250 °С и содержании базальтового волокна 2 мас. % формируется композиционная структура, близкая к дисперсно-упрочненной.

Для образцов, полученных спеканием при температуре 1150 °С, наблюдается только аморфная фаза, которая представляет собой расплавленное базальтовое волокно. Кристаллические частицы полностью «затянуты» аморфной составляющей, образуя единую сплошную матрицу. Благодаря этому количество контактов между частицами резко увеличивается и прочность материала растет (см. табл. 2). Температура спека-

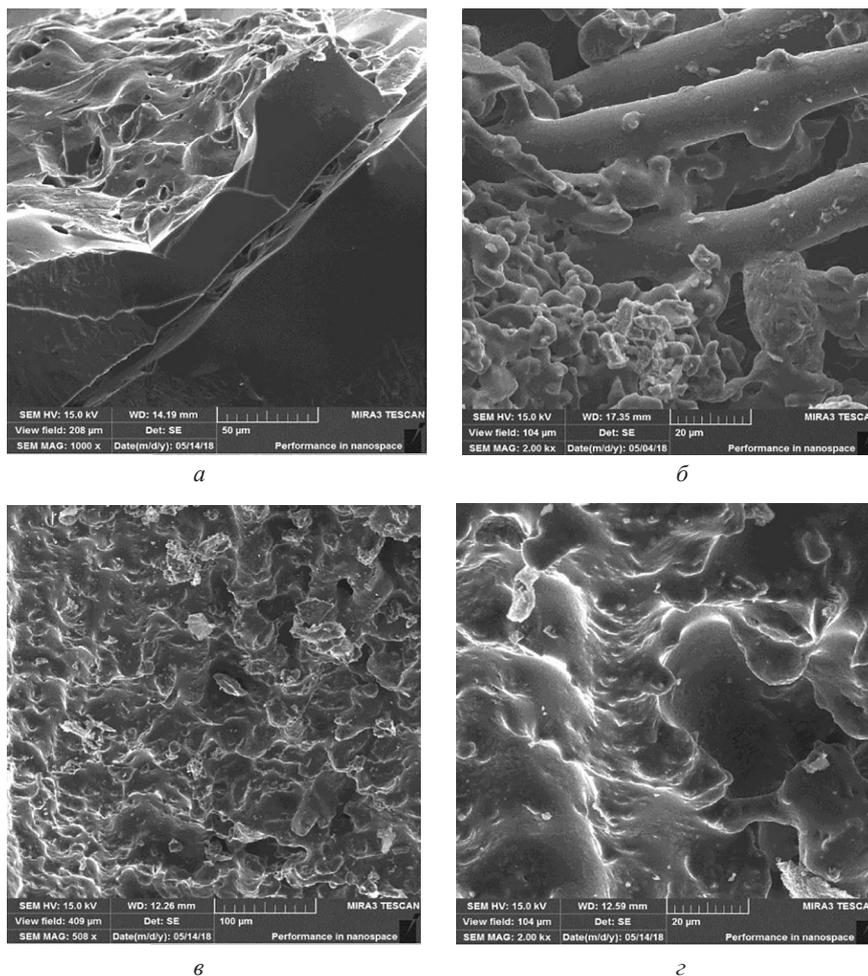


Рис. 1. Морфология поверхности образца № 1: *а* – трещина в алюмосиликатной частице; *б* – область контактов алюмосиликата и базальтового волокна; *в, г* – поверхность алюмосиликатной частицы

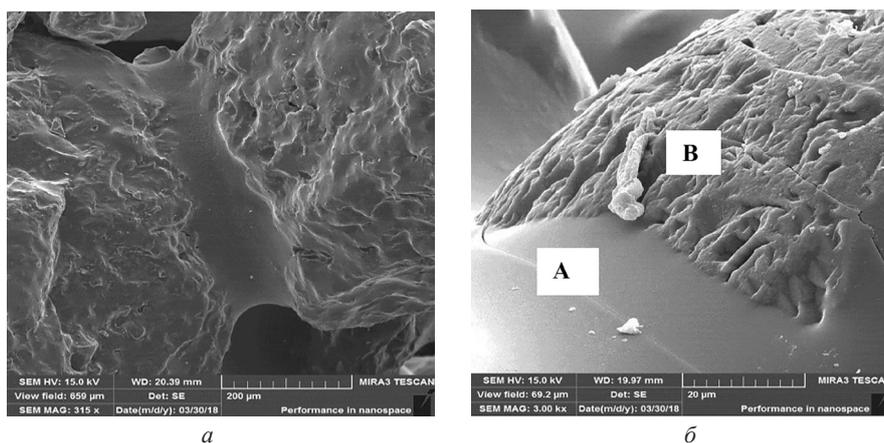


Рис. 2. Морфология поверхности образца № 2 при $T_{\text{спек}} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$: *а* – изображение зоны контакта сформированного аморфной фазой; *б* – граница зоны контакта (А) и алюмосиликатной частицы (В)

ния оказывает существенное влияние на структуру материала. Видно, что температура $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ кроме аморфной структурной составляющей сохраняет и кристаллическую фазу. При этом наблюдаются нерасплавленные волокна, структу-

ра неоднородная. При увеличении температуры спекания до $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ возрастает количество жидкой фазы и структура материала становится более однородной, однако аморфная фаза, сформированная расплавом базальтового волокна, прак-

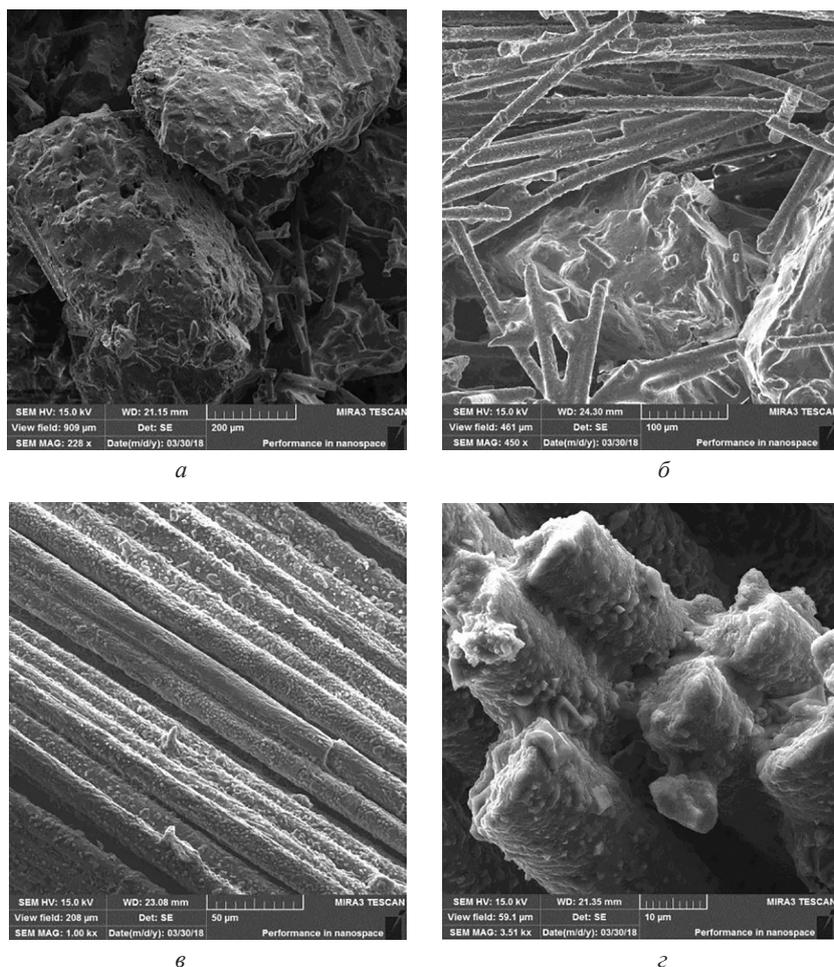


Рис. 3. Морфология поверхности образца № 3: а, б – алюмосиликатные частицы в окружении базальтовых волокон ($T_{\text{спек}} = 1150^{\circ}\text{C}$); в, г – базальтовое волокно ($T_{\text{спек}} = 1000^{\circ}\text{C}$)

тически полностью организует поверхность пор (см. рис. 3, 4).

Из порошка алюмосиликата и базальтового волокна была изготовлена партия экспериментальных образцов в виде цилиндров диаметром 16 мм и высотой 10 мм. При отработке оптимальных режимов формирования структуры на экспериментальных образцах были опробованы представленные ниже три технологические схемы, по которым были изготовлены три серии образцов с одинаковым процентным соотношением порошков алюмосиликатов и базальтового волокна.

Серия 1. Прессование при давлении 50 МПа, сушка при комнатной температуре в течение суток, спекание. Для спекания была выбрана температура 1000°C . Время спекания – 1 ч.

Серия 2. Прессование при давлении 100 МПа. Спекание по режимам аналогичным режимам серии 1.

Серия 3. Прессование при давлении 150 МПа. Спекание после сушки по режимам аналогичным режимам серии 1.

Образцы каждой серии испытывали на прочность, определяли размер пор. Для определения стандартного отклонения использовался аппарат статистических расчетов Microsoft Excel. Результаты экспериментов по определению коэффициента газопроницаемости, максимального, среднего и минимального размеров пор с оценкой стандартных отклонений измеренных величин представлены в табл. 3. Анализ приведенных результатов показывает, что средний размер пор материалов на основе алюмосиликатов и базальтового волокна находится в диапазоне 10–20 мкм. Причем сравнение данных среднего размера пор в сериях указывает, что наиболее узким распределением пор по размерам (наименьшим стандартным отклонением) характеризуются экспериментальные образцы серии 3.

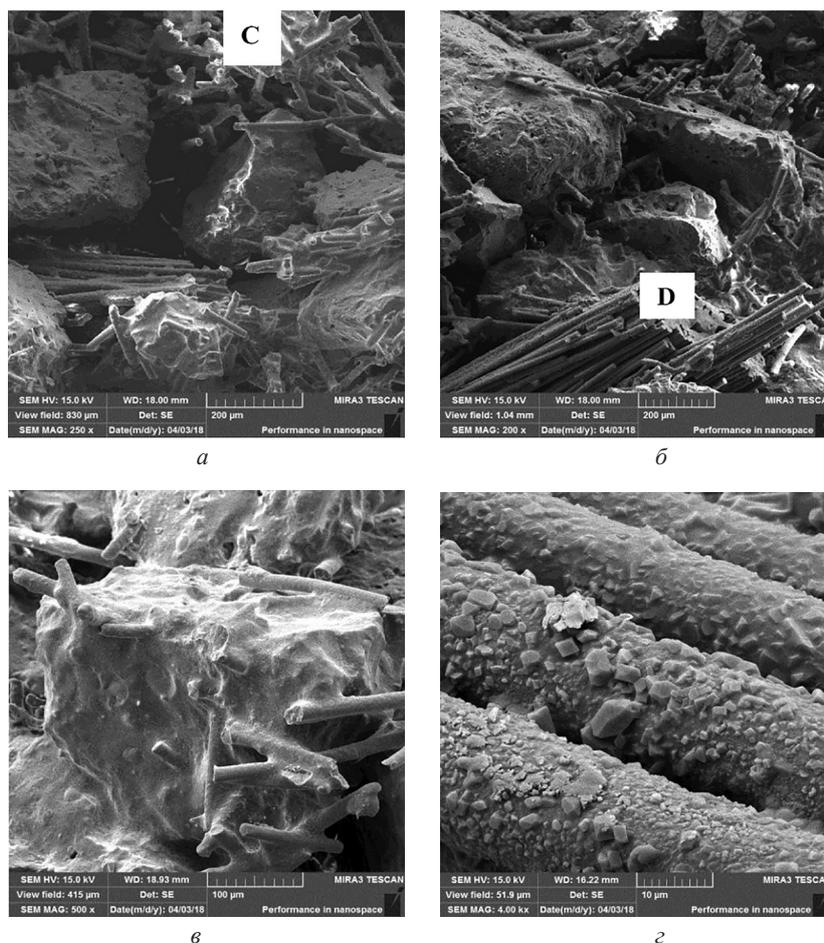


Рис. 4. Морфология поверхности образца № 4: *а* – арочная структура (С), организованная базальтовым волокном $T_{\text{спек}} = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$; *б* – волокнистая структура (D), организованной базальтовым волокном $T_{\text{спек}} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$; *в* – алюмосиликат с приплавленными базальтовыми волокнами; *г* – поверхность базальтового волокна $T_{\text{спек}} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$

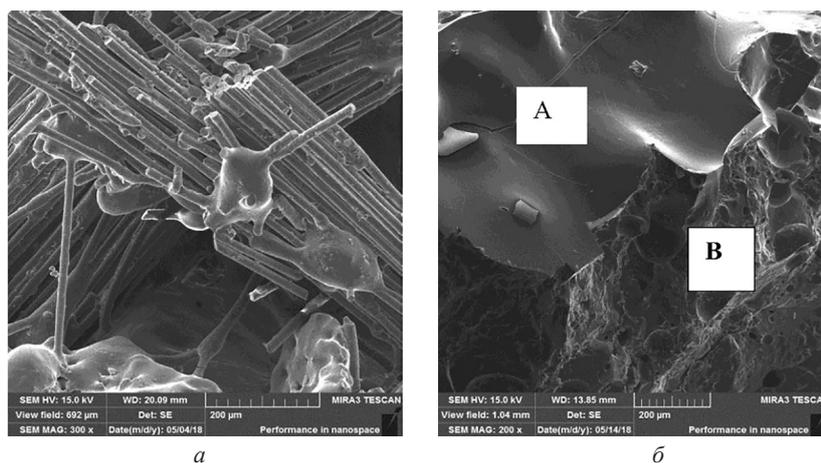


Рис. 5. Морфология поверхности образца № 5: *а* – базальтовое волокно, организующая волокнистую композицию; *б* – граница аморфной фазы и кристаллической структуры

Коэффициент проницаемости находится в диапазоне $(9-25) \cdot 10^{-10} \text{ м}^2$. Как следствие наиболее узкого распределения пор, образцы серии 3 имеют повышенный коэффициент проницае-

мости с малым стандартным отклонением от средней величины. В табл. 4 представлены сравнительные характеристики различных пористых материалов.

Таблица 3. Фильтрующие характеристики экспериментальных образцов на основе алюмосиликатов и базальтового волокна

Номер серии	$K_p \cdot 10^{-10} \text{ м}^2$	Размер пор, мкм	
		максимальный	средний
1	21,7	130,2	17,2
СОИВ	11,9	14,5	7,6
2	8,9	120,5	10,2
СОИВ	3,1	10,4	5,4
3	34,9	169,4	17,3
СОИВ	4,3	5,8	3,3

Примечание. СОИВ – стандартное отклонение измеренной величины.

Таблица 4. Сравнительные характеристики фильтрующих элементов из различных пористых материалов

Характеристика	Материал	
	силикат	алюмосиликат + базальтовое волокно
Фракция порошка, мкм	315–630	315–630
Пористость, %	37	48
Максимальный размер пор, мкм	130	65
Средний размер пор, мкм	14–18	27–30
Коэффициент проницаемости, $\text{м}^2 \cdot 10^{-10}$	6	29
Прочность на сжатие, МПа	14	21

Сравнение структурных характеристик материалов на основе алюмосиликатов + базальтового волокна и силикатов показывает, что материалы на основе алюмосиликатного порошка и базальтового волокна при одинаковом размере исходных частиц имеют несколько большую

пористость, при этом характеризуются большим размером пор и, как следствие, большей проницаемостью.

Заключение. Методом сканирующей электронной микроскопии установлены морфологические особенности структур композиционных материалов на основе алюмосиликатов и базальтового волокна. В структуре материала присутствуют две фазы: аморфная и кристаллическая. Аморфная фаза представляет собой расплавленное базальтовое волокно, которое служит связкой между кристаллическими частицами. Показано, что состав исходных компонентов и режимы спекания определяют структуру формируемой керамики. При одинаковом составе исходных компонентов увеличение температуры спекания приводит к формированию механически более прочных образцов. При температуре 1150 °С базальтовое волокно формирует достаточное количество контактов между кристаллическими частицами алюмосиликата, что приводит к формированию механически стойких композитов.

Из приведенных результатов следует, что каркасные и структурные характеристики пористых материалов на основе алюмосиликатов и базальтового волокна зависят от режимов формования, термообработки и технологических свойств шихты. Диапазоны изменения исследуемых характеристик достаточно велики. Размеры пор могут изменяться от 17 до 160 мкм, проницаемость достигает $29 \cdot 10^{-10} \text{ м}^2$, а прочность на сжатие находится в диапазоне от 7 до 21 МПа.

Литература

1. Композиционный материал [Электронный ресурс] / Электронная энциклопедия «Википедия». – Режим доступа https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9A%D0%BE%D0%BC%D0%BF%D0%BE%D0%B7%D0%B8%D1%86%D0%B8%D0%BE%D0%BD%D0%BD%D1%8B%D0%B9_%D0%BC%D0%B0%D1%82%D0%B5%D1%80%D0%B8%D0%B0%D0%BB. – Дата доступа: 29.07.2018.
2. Базальтовое волокно [Электронный ресурс] / Электронная энциклопедия «Википедия». – Режим доступа: https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%91%D0%B0%D0%B7%D0%B0%D0%BB%D1%8C%D1%82%D0%BE%D0%B2%D0%BE%D0%B5_%D0%B2%D0%BE%D0%BB%D0%BE%D0%BA%D0%BD%D0%BE. – Дата доступа: 30.07.2018.

STRUCTURE AND PROPERTIES OF POROUS COMPOSITE MATERIALS BASED ON POWDERS OF ALUMINOSILICATE AND BASALT FIBER

Ya. Piatsiushyk, S. Azarau, A. Drobysh, L. Markova, T. Gamzeleva

¹State Research and Production Powder Metallurgy Association, Minsk, Belarus

²Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus

The article presents the results of studies of the structural and filtering characteristics of porous composite materials based on powders of aluminosilicates and basalt fiber in comparison with the characteristics of the known porous materials based on silicates.