

ФОРМИРОВАНИЕ НЕСПЛОШНОСТЕЙ В АМОРФНОЙ ПОВЕРХНОСТНОЙ ОКСИДНОЙ ПЛЕНКЕ И ПЛАКИРОВАНИЕ ЧАСТИЦ ПОРОШКА АЛЮМИНИЕМ

БНТУ, г. Минск, Республика Беларусь

Формирование капиллярной структуры (КС) путем спекания порошка алюминия в алюминиевом корпусе тепловой трубы существенно затруднено наличием на частицах алюминия поверхностной оксидной пленки (ПОКП), которая представляет естественный барьер для процесса спекания.

Существуют физические методы нарушения сплошности ПОКП [1]: создание условий для возникновения термических напряжений; полиморфные превращения аморфный $Al_2O_3 \rightarrow$ кристаллический $\gamma-Al_2O_3$; плавление и испарение алюминия. Наиболее эффективным является процесс кристаллизации аморфной ПОКП, которая формируется на частицах алюминия диаметром <50 мкм [2].

В процессе кристаллизации аморфной ПОКП при термообработке порошка ПА-ВЧ-1 в вакууме методом ПЭМ установлено, что в аморфной матрице формируются кристаллиты $\gamma-Al_2O_3$ со средним размером 30-50 нм. Содержание кристаллитов в 1 мкм^2 составляет примерно 20 и не зависит от размера частиц порошка алюминия. На границах кристаллитов $\gamma-Al_2O_3$ и аморфной матрицы расположены светлые участки, которые можно интерпретировать как участки с локальным разрушением ПОКП. Размер этих участков $\sim 30-50$ нм и соответствует размерам граней кристаллитов.

Поскольку предел текучести высокочистого алюминия при температуре $580-600^\circ\text{C}$ не превышает 10-12 МПа [3], под действием термических напряжений $\sigma_T = 960$ МПа [4], происходит выдавливание алюминия через локальные разрывы на поверх-

ность частиц, слияние образовавшихся в результате микровыступов алюминия (характерный размер -0,4 мкм, рисунок 1,б) в сплошную пленку и формирование качественных контактов (рисунок 2).

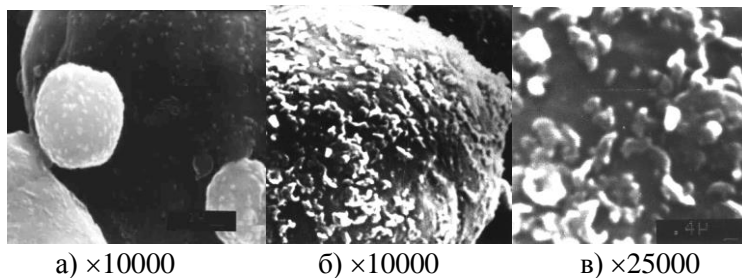


Рисунок 1 – СЭМ-фото поверхности части порошка ПА-ВЧ-1 после 2,2 ч спекания при 600°С

Наличие границы раздела между частицами (рисунок 2,в), обнаруженной при исследовании микрошлифа спеченного порошка АСД-4, объясняется тем, что в процессе спекания ПОКП сохраняется в зоне межчастичного контакта, что согласуется с предложенной в [2] моделью кристаллизации аморфного оксида. Качественные контакты формируются также между частицами порошка и алюминиевой трубой – корпусом испарителя контурной ТТ.

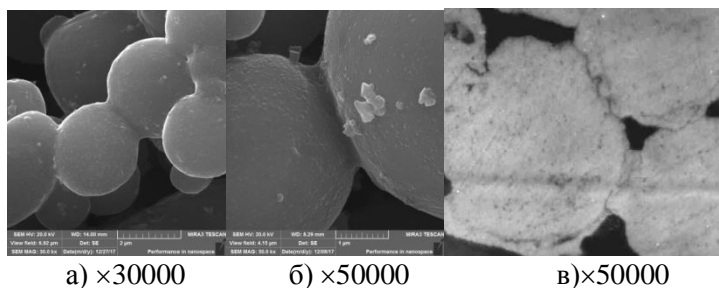


Рисунок 2 – СЭМ-фото спеченных частиц порошка АСД-4 (а,б) и микрошлиф контактов между частицами порошка (в)

Механизм формирования локальных разрывов в ПОКП можно представить следующим образом [2]. На начальной стадии формирования кристаллической фазы зародыши кристаллитов быстро достигают толщины, равной толщине исходной ПОКП, а затем растут планарно, т.е. увеличивают свои линейные размеры без изменения толщины (рисунок 3,а,б). Поскольку при термообработке в вакууме происходит неполное превращение аморфного Al_2O_3 в γ - Al_2O_3 , можно предположить, что рост кристаллитов γ -фазы прекращается не только в результате их столкновения, но и вследствие срыва когерентности между решетками кристаллической и аморфной фаз. В результате кристаллизации в ПОКП на границе между аморфной и кристаллической фазами формируются несплошности в виде сквозных каналов (рисунок 3,б). Можно аналитически оценить возможность переноса металла через несплошности на поверхность частицы и, следовательно, в область межчастичного контакта.

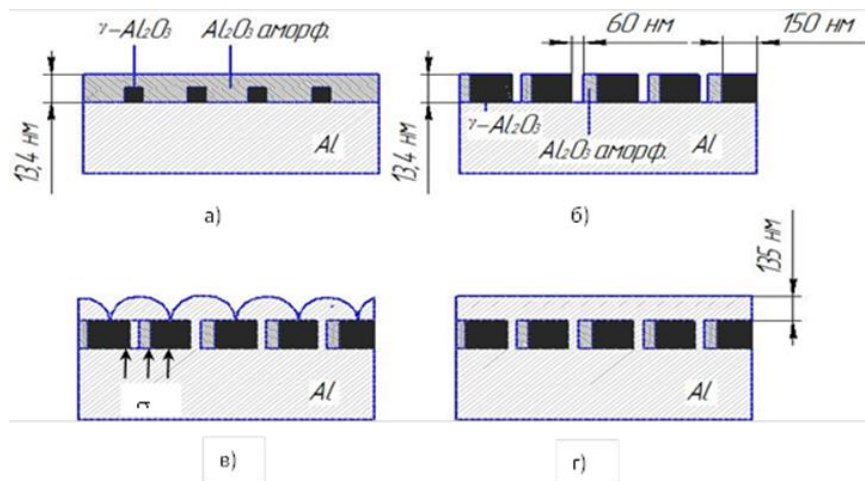


Рисунок 3 – Схема формирования несплошностей в аморфной ПОКП и плакирования частиц порошка алюминием

Формирование кристаллической фазы в процессе полиморфного превращения сопровождается увеличением плотности оксида от $3,17 \times 10^{-3}$ г/мм³ (450 °С) до $3,4 \times 10^{-3}$ г/мм³ (600 °С) [1]. При термообработке порошка в вакууме масса оксида алюминия не изменяется, отсюда легко показать, что площадь ПОКП уменьшится на 6%.

Принимая средний диаметр частицы равным 20×10^{-6} м, получим площадь ПОКП:

$S = 12,56 \times 10^{-10}$ м², которая вследствие кристаллизации уменьшается на величину $\Delta S = 0,754 \times 10^{-10}$ м².

Анализ структуры пленки Al_2O_3 после термообработки порошка в вакууме показал, что содержание кристаллитов в 1 мкм² составляет ≈ 20 . Следовательно, в ПОКП образуется $n = 2,5 \times 10^4$ каналов, средняя площадь и диаметр которых составляют, соответственно, $S = 0,3 \times 10^{-14}$ м² и $d = 0,06 \times 10^{-6}$ м (рисунок 3,б).

В процессе нагрева алюминиевого порошка в металлическом ядре возникает термическое напряжение, величину которого можно найти из зависимости [3]:

$$\sigma_T = \alpha E \Delta T, \quad (1)$$

где α -коэффициент объемного термического расширения алюминия (72×10^{-6} град⁻¹), E - модуль упругости (63×10^9 Н/м²); ΔT – перепад температуры. При нагреве до 600 °С расчетная величина σ_T составляет 2600 МПа. Предел текучести высокочистого алюминия при данной температуре не превышает 10–12 МПа, вследствие чего должно происходить вытеснение алюминия на поверхность частицы через каналы в ПОКП (рисунок 3,в). Вытеснение металла через каналы будет продолжаться до тех пор, пока величина термического напряжения не станет меньшей или равной пределу текучести алюминия. По мере увеличения объема металла на поверхности частицы уменьшается величина σ_T . Суммарный объем металла, вытесненного на поверхность частицы, находим из выражения:

$$\Delta V = V_0 \alpha \Delta T = 0.17 \times 10^{-15} \text{ м}^3 \quad (2)$$

где V_0 - начальный объем металлического ядра. При условии равномерности распределения каналов на поверхности частиц, расстояние между ними составит $0,224 \times 10^{-6}$ м. При термообработке порошка в вакууме происходит удаление молекулярной воды и ОН- групп. По мере их удаления на поверхности частиц растет концентрация атомов алюминия, имеющих свободные связи. Фактор разрыва исходных связей в процессе десорбции при наличии металлического алюминия на поверхности частиц является весьма благоприятным для формирования сплошной пленки алюминия (рисунок 3,г). Расчетная толщина плакирующей металлической пленки составляет $0,135 \times 10^{-6}$ м, что удовлетворительно совпадает с результатами исследований методом МРСА, которые позволили установить, что расстояние между ПОКП контактирующих частиц составляет $0,05 - 0,1$ мкм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Pieczonka, T. Disruption of an alumina layer during sintering of aluminium in nitrogen // Arch. Metall. Mater. 62 , 2B, 2017, P. 987–992.
2. Тихов, С. Ф. Пористые композиты на основе оксид - алюминиевыхкерметов (синтез и свойства) / С. Ф. Тихов, В. Е. Романенков, В. А. Садыков, В. Н. Пармон, А. И. Ратько. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, филиал «Гео», 2004. – 205 с.
3. Кухлинг, Х. Справочник по физике / Х. Кухлинг. – М.: Мир, 1982. – 520 с.
4. Ананьин, В. Н. Механизм спекания порошкообразного алюминия / В.Н. Ананьин, В.Е. Романенков, Т.А. Смирнова // Доклады АН БССР. – 1987. – Т. XXXI, N 9. – С. 818 – 820.