

Возможность повышения термостойкости слоистой керамики с кварцевой основой и двухсторонним защитным покрытием из пентаоксида ниобия

Е. В. Войнич, Е. Г. Киркова, А. А. Фролов

Рассмотрена возможность повышения термостойкости слоистых керамических материалов за счёт организации макроструктуры основного слоя. При изготовлении образцов использовали результаты математического моделирования возникновения разрушающих напряжений в слоистом керамическом материале. При помощи установки для регистрации акустической эмиссии проведена сравнительная оценка термостойкости образцов с различной макроструктурой основного слоя.

Введение

При разработке изделий из керамических материалов большую роль играет термостойкость — способность выдерживать резкие перепады температуры в процессе эксплуатации. Известно, что термостойкость изделий из керамики зависит от термостойкости керамического материала, а также от размера и формы конкретных изделий, коэффициента теплопередачи и, таким образом, не является собственно физическим свойством материала, из которого эти изделия изготовлены. Её принято характеризовать критериями термостойкости материала и факторами размеров и формы изделия [1].

В работах [2, 3] для повышения термостойкости изделий из слоистого керамического материала с основным слоем из кварцевой керамики и наплавленным двухсторонним защитным покрытием из пентаоксида ниобия было предложено изготавливать основной слой из отдельных фрагментов, соединённых материалом покрытия. Однако при увеличении размеров изделий существует проблема дальнейшего повышения их термостойкости, поскольку в процессе охлаждения при термохимической обработке шихты наблюдалась акустическая эмиссия (АЭ), что свидетельствовало об образовании трещин в изделии. Кроме того, после длительных циклических испытаний (1500 циклов: нагрев до 950 °С, выдержка 10 ч, охлаждение на воздухе) в покрытии появлялись трещины [3].

Стандартные методы определения термостойкости дают представление о свойствах собственно материала, позволяя лишь косвенно оценить термостойкость разрабатываемых изделий. Для характеристики термостойкости изделий используют понятия факторов размера и формы изделия [1]. Однако методики определения таких факторов достаточно трудоёмки, не всегда могут быть реализованы и поэтому на практике, как правило, используются редко. Анализ сигналов акустической эмиссии, возникающих при термическом нагружении керамических образцов, является одним из методов оценки их термостойкости. Такие исследования дают широкий спектр информации о поведении образцов при перепадах температуры. В процессе испытаний необходимые градиенты

© Е. В. Войнич, Е. Г. Киркова, А. А. Фролов, 2009

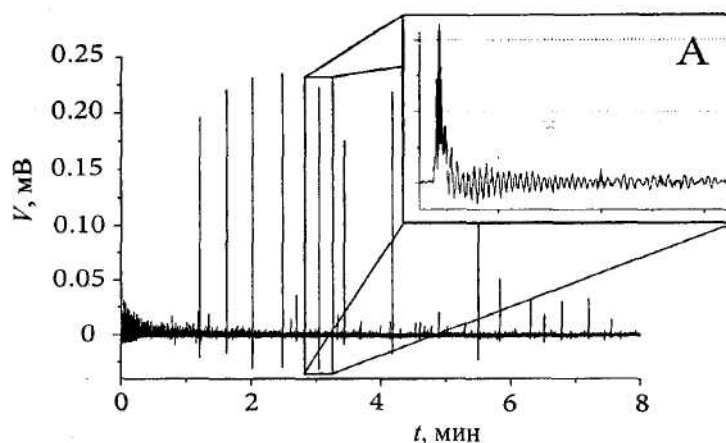


Рис. 1. Осциллограмма акустической эмиссии кварцевой керамики при термическом нагружении: А — осциллограмма единичного импульса АЭ.

температуры создают по радиусу кольцевого образца стандартного размера или частичным погружением образцов огнеупоров в расплавленный металл [5]. Однако при разработке керамических изделий большую роль играет оценка и сравнение термостойкости конкретных изделий и образцов нестандартной формы и размеров, изготовленных из разных материалов и по различным методикам, при отсутствии информации о влиянии факторов размера и формы.

В данной работе изучено влияние макроструктуры керамической основы на термостойкость образцов слоистой керамики заданного (одинакового) размера и формы. Экспериментальную оценку термостойкости проводили на установке регистрации акустической эмиссии [6]. Используемая установка специально разработана для имитации условий термического нагружения, максимально приближённых к условиям работы реального изделия из исследуемой керамики. Она позволяет получить данные о количестве импульсов акустической эмиссии, возникающих в материале. На рис. 1 представлена осциллограмма и структура импульса (А) акустической эмиссии кварцевой керамики с покрытием из пентаоксида ниобия [3].

Сигналы АЭ при термическом нагружении представляют собой совокупность множества отдельно неразличимых элементарных сигналов. Импульсы, наблюдаемые на осциллограмме, имеют крутой передний фронт и экспоненциальный спад [5]. Асимметричность осциллограммы изображенного импульса обусловлена особенностью системы поджима акустопровода. Пьезоэлектрический датчик поджимается к акустопроводу с одной стороны, а керамический образец — с другой, и, таким образом, система находится в сжатом состоянии. Это позволяет улучшить передачу сигнала в местах контакта. При резком перепаде температуры трещины приводят к увеличению или уменьшению объема образца, что и наблюдается на осциллограмме в виде асимметричного скачка в начале фронта сигнала. В нашем случае в качестве параметра для сравнительной оценки термостойкости используется количество сигналов АЭ при определённом перепаде температуры исследуемого образца и асимметрия импульсов не учитывается.

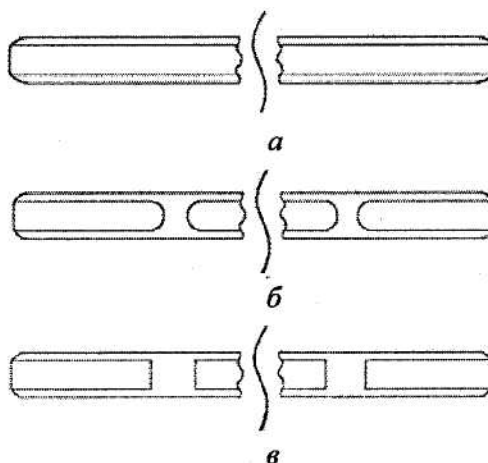
При постановке экспериментов использовали результаты математического моделирования условий возникновения разрушающих напряжений в слоистом керамическом материале [7]. Вычислительный эксперимент проводили для тонкой пластины, состоящей из кварцевой керамики с пористостью 18%, толщиной 5 мм и покрытой сверху и снизу пентаоксидом ниобия толщиной по 1,5 мм. Рассматривались пластины с цельной основой из SiO_2 и с основой, разделенной на различное количество фрагментов. Между фрагментами основы из кварцевой керамики применяли прослойки из пентаоксида ниобия. Поскольку результаты предварительного моделирования показали высокую концентрацию напряжений вблизи острых углов фрагментов, расчёты проводили для фрагментов с закруглёнными углами. Поперечное сечение образцов приведено на рис. 2.

Результаты математического моделирования выявили снижение максимальных напряжений при разбиении основы слоистого керамического материала на фрагменты. Таким образом, подтвердили возможность повышения термостойкости слоистой керамики при изготовлении фрагментированной основы. Кроме того, сглаживание острых углов фрагментов должно приводить к дополнительному снижению максимальных напряжений (повышению термостойкости). Эти выводы и были положены в основу экспериментальной проверки возможности повышения термостойкости слоистой керамики методом исследования АЭ при быстром охлаждении образцов в рассматриваемом диапазоне температур.

Для экспериментальной проверки изготовлены образцы одинаковых размеров и формы. Размеры образцов составляют 60x60x15 мм. Это позволило исключить воздействие других факторов, влияющих на термостойкость образцов. Образцы изготавливали наплавлением в оптической печи [2]. На заранее подготовленные заготовки из кварцевой керамики (рис. 3, а) наплавливали покрытие из пентаоксида ниобия. При изготовлении образцов со структурированной основой сегменты кварцевой керамики предварительно спаивали материалом покрытия (рис. 3, б) и далее наплавливали основное защитное покрытие. Такое скрепление фрагментов основы имеет достаточную механическую прочность. Толщина наплаваемого покрытия составляет 1,5 мм.

В процессе испытаний для каждого образца проводили пять циклов нагрев-охлаждение. Длительность записи

Рис. 2. Поперечное сечение пластины с основой из SiO_2 и двухсторонним покрытием из Nb_2O_5 : а — цельная кварцевая основа; б — кварцевая основа, собранная из сегментов без острых углов; в — кварцевая основа, собранная из сегментов с острыми углами.



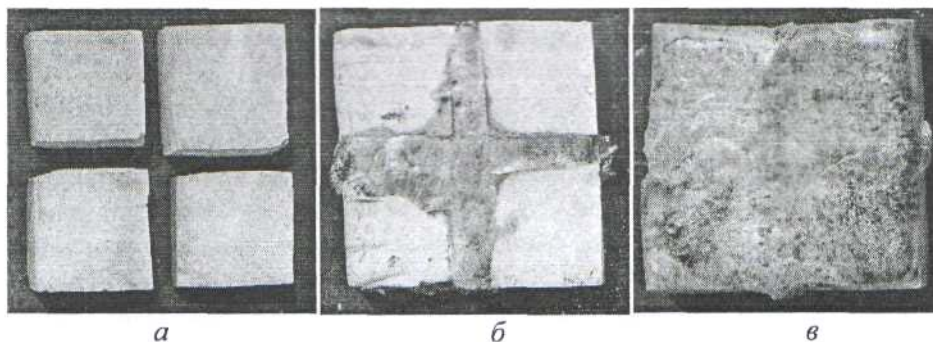


Рис. 3. Последовательность изготовления образца: *а* — сегменты кварцевой керамики; *б* — сегменты кварцевой керамики, спаянные материалом покрытия Nb_2O_5 ; *в* — готовый образец с наплавленным покрытием Nb_2O_5 .

сигналов акустической эмиссии составляла 8 мин. В качестве информативного параметра акустической эмиссии, характеризующего термостойкость, использовали количество импульсов АЭ, превышающих общий фон на $\sim 20\%$. Усреднённые результаты количества импульсов АЭ для каждого типа образцов представлены на рис. 4.

Из полученных данных (рис. 4) видно, что для образцов, имеющих структурированную основу, характерно количество сигналов (импульсов) акустической эмиссии в $\sim 1,5$ раза меньше, чем для образцов со сплошной кварцевой основой. Также наблюдается дополнительное уменьшение среднего числа импульсов АЭ приблизительно на 20% для образцов, не имеющих острых углов на границах сегментов кварцевой основы (рис. 4). Цельная кварцевая пластина без покрытия размерами $60 \times 60 \times 12$ мм представлена для сравнения. Известно, что такая керамика имеет высокую термостойкость, выдерживает большие перепады и градиенты температур [8].

На основе полученных результатов предложена конструкция контейнера повышенной термостойкости (рис. 5). Контейнер состоит из сегментов кварцевой керамики со сглаженными углами, которые соединены

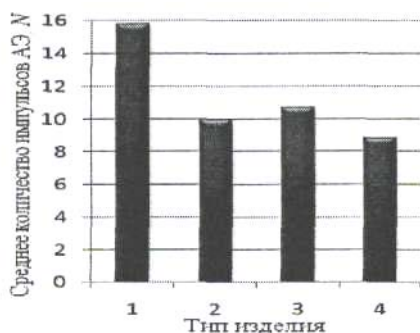


Рис. 4. Среднее количество импульсов АЭ для разных типов образцов: 1 — кварцевая керамика с покрытием; 2 — цельная кварцевая основа без покрытия; 3 — кварцевая основа, собранная из сегментов; 4 — кварцевая основа, собранная из сегментов без острых углов.

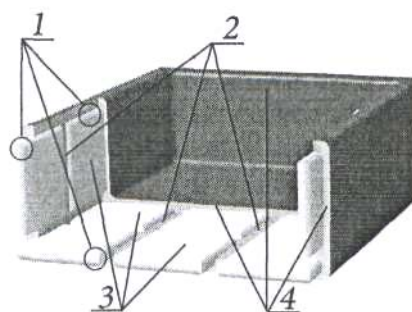


Рис. 5. Контейнер (в разрезе) со структурированной кварцевой основой и защитным покрытием из пентаоксида ниобия: 1 — сглаженные углы; 2 — швы, соединяющие сегменты кварцевой керамики; 3 — сегменты кварцевой керамики; 4 — защитное покрытие из пентаоксида ниобия.

материалом покрытия и наплавленным покрытием из пентаоксида ниобия. Такие контейнеры могут использоваться при термохимической обработке высокочистых материалов и выдерживать большое число циклов нагрев-охлаждение при значительных перепадах температур. Испытание контейнеров предложенной конструкции в промышленных условиях показало снижение количества регистрируемых импульсов АЭ в процессе охлаждения по сравнению с контейнерами, описанными в работе [9], что, соответственно, подтверждает повышение термостойкости таких изделий в условиях эксплуатации.

Выводы

Результаты экспериментов, полученные на установке для регистрации акустической эмиссии, подтвердили увеличение термостойкости образцов, которые имеют сегментированную основу. Количество импульсов АЭ для образцов с сегментами в ~1,5 раза меньше по сравнению с образцами с цельной основой.

Для образцов, имеющих скругленные углы фрагментов основы, наблюдается дополнительное снижение количества импульсов АЭ. Это соответствует дополнительному увеличению термостойкости образцов и изделий из рассматриваемой слоистой керамики.

1. *Стрепов К. К.* Структура и свойства огнеупоров. — М.: Металлургия, 1982. — 215 с.
2. *Фролов А. А.* Керамические материалы для получения высокочистых соединений ниобия и тантала // *Стекло и керамика*. — 1992. — № 7. — С. 14—15.
3. *Фролов А. А.* Организация макроструктуры слоистой керамики с целью получения изделий повышенной термостойкости // *Новые огнеупоры*. — 2004. — №9. — С. 52—55.
4. *Гогоци Г. А., Дроздов А. В., Радин Н. Н.* Автоматизированная система исследования термостойкости керамических и огнеупорных материалов // *Проблемы прочности*. — 1984. — № 6. — С. 111—113.
5. *Цибин И. П., Рапорт Ю. М., Кузнецов А. Т. и др.* Исследование термического разрушения огнеупоров с применением акустико-эмиссионного метода // *Огнеупоры*. — 1984. — № 7. — С. 15—20.
6. *Войнич Е. В., Фролов А. А.* Установка для сравнительной оценки термостойкости керамических образцов методом регистрации акустической эмиссии // *Новые огнеупоры*. — 2009. — № 5. — С. 50—54.
7. *Войнич Е. В., Киркова Е. Г., Фролов А. А.* Влияние макроструктуры на термостойкость слоистой керамики с кварцевой основой и двухсторонним защитным покрытием из пентаоксида ниобия // *Тези доп. Міжнар. конф. "HighMatTech"*, 19—23 жовтня 2009 р., Київ, Україна. — С. 275.
8. *Пивинский Ю. К., Ромашин А. Г.* Кварцевая керамика. — М.: Металлургия, 1974. — 213 с.
9. *Лат. 73226 України.* Вогнетривкий виріб з покриттям / Фролов О. О. — Друк.: 15.06.2005.