

A technológiai paraméterek hatása az Al₂O₃ kerámiák mikrostruktúrájára és hajlítószilárdságára

Csányi Judit¹, Dr. Gömze A. László²

*¹doktorandusz, ²tanszékvezető egyetemi docens
Miskolci Egyetem Anyag- és Kohómérnöki Kar
Nemfémes Anyagok Technológiája Tanszék*

Bevezetés

Az Al₂O₃ oxidkerámiák jelentős mechanikai tulajdonsággal rendelkeznek. Jellemző tulajdonságaik kialakításában alapvető szerepe van a kerámiák mikroszerkezetének, valamint kémiai összetételének, melyek különböző technológiai folyamatok során alakíthatók ki. Kutatásunk célja a technológiai paraméterek hatásának vizsgálata magas alumínium-oxid tartalmú gyűrűk mikroszerkezetére, valamint a hajlítószilárdságra. Vizsgálataink során a kétoldali uniaxiális sajtolásakor az alumínium-oxid porok tömörítésére kísérlettervezési módszert alkalmaztunk, míg az egyoldali (alulról vagy felülről) illetve az izostatikus sajtolásnál kísérlettervezési módszereket nem alkalmaztunk.

Kísérleti feltételek

Alkalmazott technológia

A szinterelt alumínium-oxid körgyűrű alakú próbatestek klasszikus porkerámiái eljárással készültek, melynek három fő fázisa a por előkészítése, préseleése, zsugorító hőkezelése egy vagy több lépcsőben.

A kísérlet során két különböző tisztaságú alumínium-oxid kerámiaporból különböző alakadási eljárással körgyűrű formájú próbatesteket készítettünk. A felhasznált alumínium-oxid sajtolóporok paramétereit a 1. táblázat ismerteti.

A nagy alumínium-oxid tartalmú kerámiagyűrűk (1. ábra) gyártása során a technológiai paraméterek mikroszerkezetre gyakorolt hatásának feltárására irányuló vizsgálataink során a hagyományos kísérletezési módszerek mellett a korszerű kísérlettervezési módszereket is alkalmaztuk. Vizsgálataink során az alumínium-oxid porok tömörítésére kísérlettervezési módszert alkalmaztunk a kétoldali uniaxiális sajtolásakor, míg az egyoldali (alulról vagy felülről) illetve az izostatikus sajtolásnál kísérlettervezési módszereket nem alkalmaztunk.

A kísérlettervezés módszerét alkalmaztuk 18 kísérleti beállítással. A kísérletek elvégzésére másodfokú rotációs kísérlettervet készítettünk. A válaszfüggvény másodfokú és figyelembe veszi a faktorok közötti kölcsönhatásokat, interakciókat is. A faktorokat és az egyes faktorszinteknek megfelelő értékeket a 2. táblázat tartalmazza[1].

Az egyoldali sajtolás esetén a maximális sajtolónyomás minden esetben 14,17MPa volt és hatásideje minden esetben $t_{\text{hmax}} = 3\text{s} = \text{const}$.

1. táblázat
Sajtolópor összetétele és tulajdonságai

Portípus	ALCOA CT 3000SDP	Martinswerk (MSW441)
Kémiai összetétele		
Al ₂ O ₃	99,7 tömeg%	≈ 95 tömeg%
Na ₂ O	0,08 tömeg%	max 0,1 tömeg%
Fe ₂ O ₃	0,02 tömeg%	-
SiO ₂	0,03 tömeg%	≈ 1,8 tömeg%
CaO	0,03 tömeg%	≈ 1,3 tömeg%
K ₂ O	-	≈ 0,03 tömeg%
MgO	0,01 tömeg%	≈ 0,9 tömeg%
Fizikai tulajdonságai		
Szemcsegranulátum mérete	200μm	220μm
Égetési veszteség	2%	max 3,3%
Nedvesség	0,3 - 0,6%	0,5%



1. ábra

A kísérlet során gyártott magas Al₂O₃ tartalmú kerámiagyűrűk T = 1540°C-on való szinterelés után

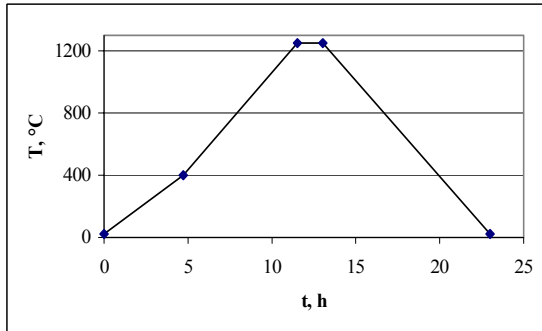
Izostatikus sajtolással 500 és 1000 bar sajtolónyomást alkalmazva kerámiasöveket készítettünk, majd ezeket méretre vágtuk. Uniaxiális sajtolásnál a sajtolószerszám tuskéjének átmérője 34,6 mm, a ház átmérője 47,7 mm volt.

2. táblázat
Faktorok és variációs intervallumok

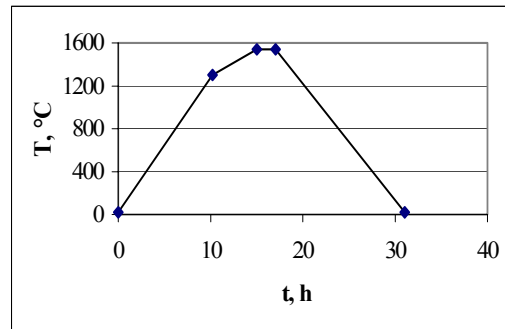
Faktorok				Faktorszintek				
Neve	Jele	Mért. Egys.	Var. int.	-2	-1	0	+1	+2
Sajtolás módja				I	II	III	IV	V
Sajtolónyomás	x1	MPa	3,54	3,55	7,09	10,63	14,17	17,71
Max. sajtolónyomás hatásideje	x2	s	3	3	6	9	12	15

A sajtolt próbatesteket először 1250°C-on zsengéltük, majd 1540°C-on kiégettük a Mikeron Kft (Budapest) NABER HT128 típusú kemencéjében. A 2. ábra az általunk alkalmazott zsengelő és a zsugorító égetés hőgörbéjét ismerteti.

Zsengelő hőkezelés



Zsugorító hőkezelés

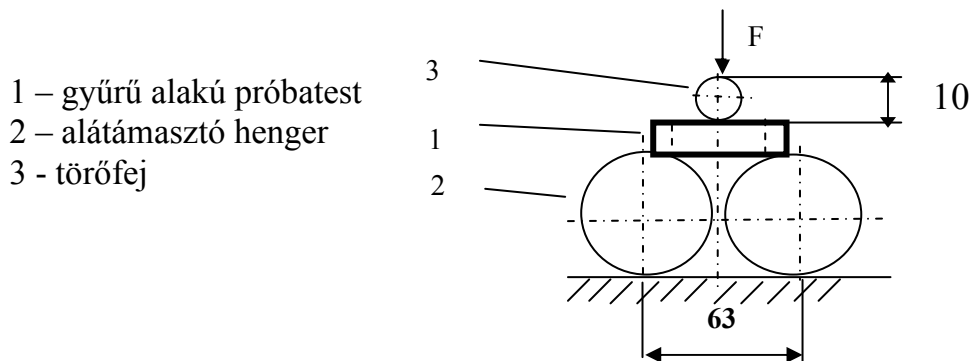


2. ábra

Magas Al_2O_3 tartalmú kerámiák hőkezelésének diagramjai

Hajlítószilárdság mérése

A gyártott kerámiagyűrűk hajlítószilárdságának meghatározásához a méréseket a Nemfémek Anyagok Technológiája Tanszék 10t típusú hidraulikus sajtológépén végeztük. A sajtológépen a hárompontos hajlítást a 3. ábra szerint modelleztük: a különböző méretű gyűrű alakú próbatesteket az alátámasztásokra helyeztük, majd fokozatos, növekvő erővel terheljük, amikor ennek hatására a darab eltört, a törést okozó erő értékét leolvastuk a mérőóráról.



3. ábra

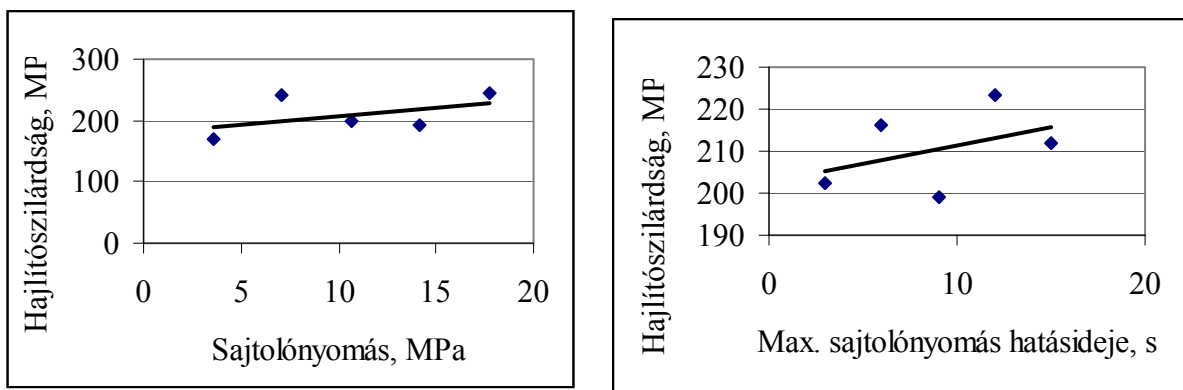
Hajlítószilárdság mérésének sematikus ábrája

Al₂O₃ oxidkerámia gyűrűk hajlítószilárdságának alakulása az alkalmazott tömörítési technológia függvényében

Vizsgálatainkkal azt kívántuk feltárni, hogy hogyan hat az alkalmazott alakadási technológia – az egy- és kétoldali, illetve izostatikus sajtolás – az Al₂O₃ oxidkerámia gyűrűk hajlítószilárdságára.

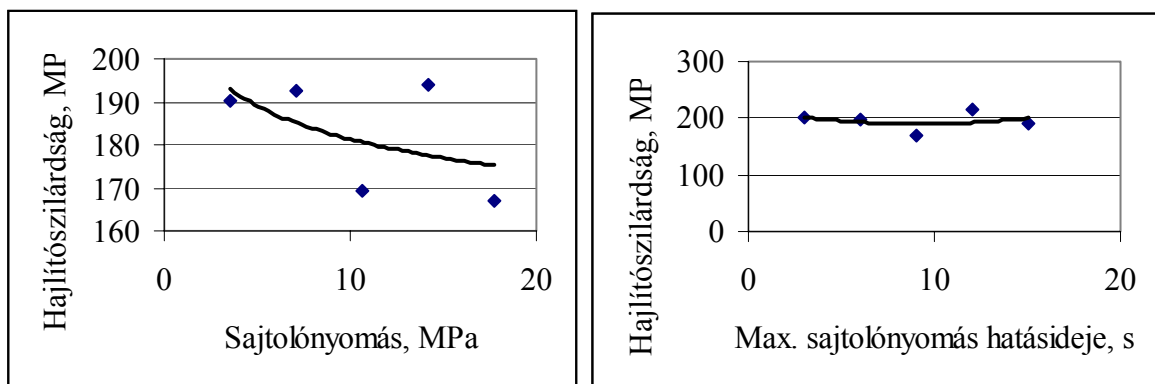
Al₂O₃ oxidkerámia gyűrűk hajlítószilárdságának kiértékelése statisztikai úton

A mért értékeket a matematikai statisztika felhasználásával értékeltük ki. A hajlítószilárdságot ábrázolja a sajtolónyomás és a maximális sajtolónyomás hatásidejének függvényében a 4. és 5. ábra. A kapott regressziós egyenletek alapján arra lehet következtetni, hogy mind a sajtolónyomás, mind a sajtolónyomás hatásideje négyzetes hatással vannak a hajlítószilárdságra a 99,7% tisztaságú alumínium oxid kerámiagyűrűk esetén. A trendvonal megmutatja, hogy 95% tisztaságú alumínium-oxid esetében sajtolónyomás és annak hatásidejének növekedésével a hajlítószilárdság értéke is nő, míg a 99,7% tisztaságú alumínium-oxid por esetén a hajlítószilárdság csökken.



4. ábra

A 95% Al₂O₃ tartalmú kerámiagyűrű hajlítószilárdsága a sajtoló nyomás és annak hatásideje függvényében



5. ábra

A 99,7% Al₂O₃ tartalmú kerámiagyűrű hajlítószilárdsága a sajtoló nyomás és annak hatásideje függvényében

Al₂O₃ oxidkerámia gyűrűk hajlítószilárdságának összehasonlítása az alkalmazott alakadási technológia függvényében

A 3. táblázat a két különböző típusú porból kétoldali, egyoldali és izosztatikus sajtolással készült darabok hajlítószilárdságát ismerteti. Kétoldali sajtolás esetén a 95% tisztaságú Al₂O₃-gyűrű hajlítószilárdsága a faktorok változásának függvényében növekednek, és összességében magasabb értéket mutatnak, mint a 99,7% tartalmú Al₂O₃ kerámiák. Az egyoldali sajtolás esetén is elmondhatók az előbbi megállapítások. Azonban izosztatikus sajtolásnál már a várt eredményeket kaptuk, miszerint a kerámiák Al₂O₃-tartalmát növelve, azok szilárdsági értékei nőnek és ezen értékek a sajtolónyomás növelésével tovább növekednek.

3. táblázat
A különböző technológiával készült próbatestek hajlítószilárdsági értékei és porozitásuk

Sajtolás módja		Porozitás %		Hajlítószilárdság MPa	
		Alumínium-oxid tartalom		Alumínium-oxid tartalom	
		95%	99,7%	95%	99,7%
Kétoldali	I	0,230	0,159	187,98	201,93
	II	0,167	0,164	217,19	193,67
	III	0,131	0,161	210,57	200,74
	IV	0,172	0,178	220,02	208,79
	V	0,204	0,150	220,22	159,05
Egyoldalú	Alulról	0,135	0,175	216,29	83,40
	Felülről	0,166	0,192	243,16	136,69
Izosztatikus	500 bar	0,129	0,138	194,20	197,37
	1000 bar	0,161	0,137	177,19	241,42

Az alakadási technológia hatása a mikroszerkezetre Al₂O₃ kerámiagyűrűk esetén

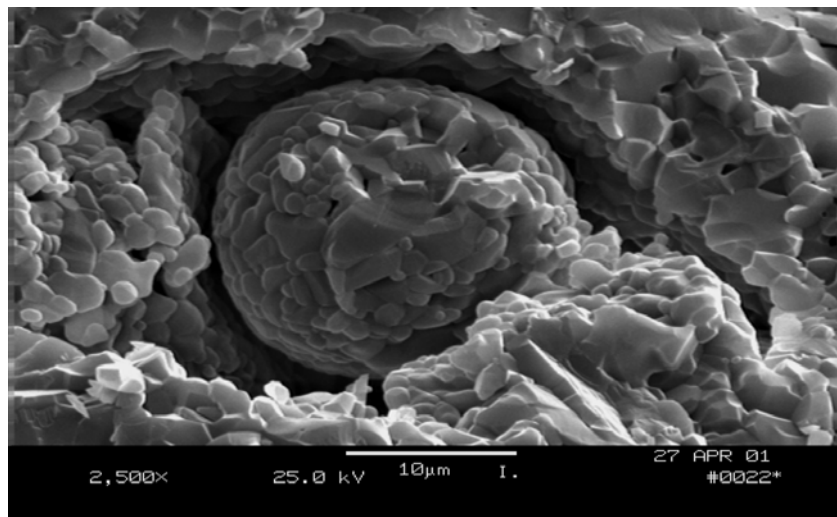
Az alkalmazott alakadási technológia jelentősen befolyásolja a kerámiagyűrűk hőkezelés utáni mikroszerkezetét is [2, 3, 4]. A mikroszerkezet tanulmányozására a Miskolci Egyetem Fémtani Tanszékén lévő pásztázó elektronmikroszkópot alkalmaztuk. A hajlítószilárdsági mérések eredményeit figyelembe véve, azoknak a daraboknak a töretfelületeit vizsgáltuk meg, melyek szilárdsági értékei igen alacsonyak voltak.

A mikroszerkezet további jellemzésére – SEM felvételek mellett – a különböző technológiával készült próbatestek nyílt porozitásának értékei szolgálnak (3. táblázat). A táblázat értékeit összehasonlítva a hajlítószilárdság értékeinek trendjével, látható, hogy a porozitás nem minden esetben csökkent növekvő sajtolónyomás hatására. A mechanikai tulajdonságok az alumínium-oxid

tartalomtól; a korund kristály méretétől és alakjától; a kristályos fázisra szilárdult üveges fázis eloszlásától, összetételétől, mennyiségétől, másodlagos kristályos fázis jelenlététől és összetételétől, valamint a sajtolónyomás nagyságától (zárt pórusok mérete) és hatásidejétől (pórusok jellege és mennyisége) függenek. Ez utóbbit az 5. ábra szemlélteti.

Következtetések

1. A válaszfüggvények alapján elmondható, hogy a 99,7% tisztaságú Al_2O_3 -ból készült próbatestek hőkezelése nem volt megfelelő. A 99,7% tisztaságú kerámia kiégetése 1540°C -on történt. Ezen por esetében 1800°C szükséges a teljes szinterelési folyamat végbemeneteléséhez.
2. Az uniáxiálisan sajtolt próbatestek közül a 95% tisztaságú Al_2O_3 kerámiák tulajdonságai kedvezőbbek. Ezek hajlítószilárdsága jelentősen nagyobb értéket érnek el, mint a 99,7% tisztaságú Al_2O_3 esetén. A kapott eredményt alátámasztja a mikroszerkezetben kialakult hibák (porozitások) jelenléte. Az izostatikusan sajtolás esetén a 99,7% tisztaságú alumínium-oxid porból készült körgyűrűk hajlítószilárdsága jelentősebb.
3. A technológia hatását tekintve, alacsony sajtolónyomás alkalmazásával és alacsony hőmérsékleten történő kiégetéskor nagy porozitások, kemény és lágy agglomerátumok, abnormális szemcsék alakulhatnak ki az alumínium-oxid kerámiagyűrűk mikroszerkezetében.



5. ábra

Uniáxiáls sajtolással készült alumínium oxid próba töretfelületének SEM képe (99,7%-os alumínium oxid, sajtolónyomás = 3,55 MPa, max. sajtolónyomás hatásidő: 12s)

Köszönetnyilvánítás

Ezúton kívánjuk megköszönni, hogy a Normatív Kutatási Támogatás felhasználásával lehetőség nyílt kísérleteink elvégzésére.

Irodalomjegyzék

- [1] Ju. P. ADLER, E. V. MARKOVA, JU. V. GRANOVSZKIJ: Kísérletek tervezése optimális feltételek meghatározására, Budapest, Műszaki könyvkiadó, 1977. p.15-35.
- [2] Cahn, R.W., HaASEN, P., KRAMER, E.J.: Materials Science and Technology, Vol. 17B, 1996. p.179-213.
- [3] MEDVEDOVSKI, E: Interceram, Vol. 49. No.2, 2000. p.106-113.
- [4] GÖMZE A. L., LISZTÁZNÉ H. Á., SIMONNÉ O. A., SZABÓ M.: Kerámiaipari évkönyv I. 2001, ETK, Budapest 2001. p.30-85.