



Введение

К керамическим материалам, которые применяются в качестве элемента вакуумной системы для снятия статического заряда с внутренних поверхностей камер, предъявляют дополнительные требования, такие как вакуумная плотность и механическая прочность. Были получены порошковые композиции на основе алюминатов бария с токопроводящими добавками. В качестве добавок использовали оксид железа (III), гидроксид лития, МУНТ. Порошки смешивали в активаторе АГО-3 при 60g в течение 60 секунд. Составы порошковых композиций представлены в табл. 1.

Таблица 1. Составы порошковых композиций

| № состав | Состав, мас. % | | | | | Удельная поверхность, м ² /г |
|----------|--------------------------------|-------------|-------|--------------------------------|------|---|
| | Al ₂ O ₃ | МУНТ | BaO | Fe ₂ O ₃ | LiOH | |
| 1 | 79,96 | - | 20,04 | - | - | 99,0 |
| 2 | 61,95 | - | 18,64 | 19,41 | - | 23,2 |
| 3 | 61,33 | 1,0 ± 0,001 | 18,45 | 19,22 | - | 42,5 |
| 4 | 61,60 | - | 18,50 | 19,30 | 0,6 | 9,8 |

Изготовление образцов керамики

Формовочную смесь готовили из порошковых композиций, смешанных с дистиллированной водой, формовочная влажность – 9 %. Полученную смесь засыпали в стальные формы и прессовали на гидравлическом прессе ПЛГ-20 при давлении 200 МПа. Далее образцы сушили на воздухе в течение 24 часов, а затем в сушильном шкафу при температуре 200 °С. Высокотемпературную обработку образцов проводили при температуре 1600 °С.

В работе исследовано влияние следующих технологических режимов: **Режим 1:** нагревание со скоростью 200 °С/ч, выдержка при 1600 °С в течение 2 ч, последующее охлаждение со скоростью 100 °С/ч (обжиг в воздушной (окислительной) среде); **Режим 2:** предварительный обжиг образцов при температуре 1500 °С в среде инертного газа (нагревание со скоростью 200 °С/ч, выдержка при 1500 °С в течение 2 ч, охлаждение со скоростью 200 °С/ч) с последующим горячим изостатическим прессованием (ГИП). ГИП-обработку проводили в среде инертного газа (аргон): нагревание со скоростью 200 °С/ч до 1600 °С с одновременным увеличением давления в камере до 200 МПа, выдержка при заданных условиях в течение 2 ч, последующее охлаждение со скоростью 200 °С/ч с одновременным понижением давления.

Структура образцов (состав 1) без токопроводящих добавок при разных режимах достаточно рыхлая, представлена в основном кристаллитами, обладающими пластинчатой морфологией. Исследование морфологии керамики состава 2 и 3 показало, что при обжиге в окислительной среде (*режим 1*) наблюдаются структурные образования без четко идентифицируемой геометрической формы, в то время как в среде инертного газа (*режим 2*) формируются гексагональные кристаллиты, в основном, призмобразной формы.

Исследование керамики с использованием сканирующей электронной микроскопии

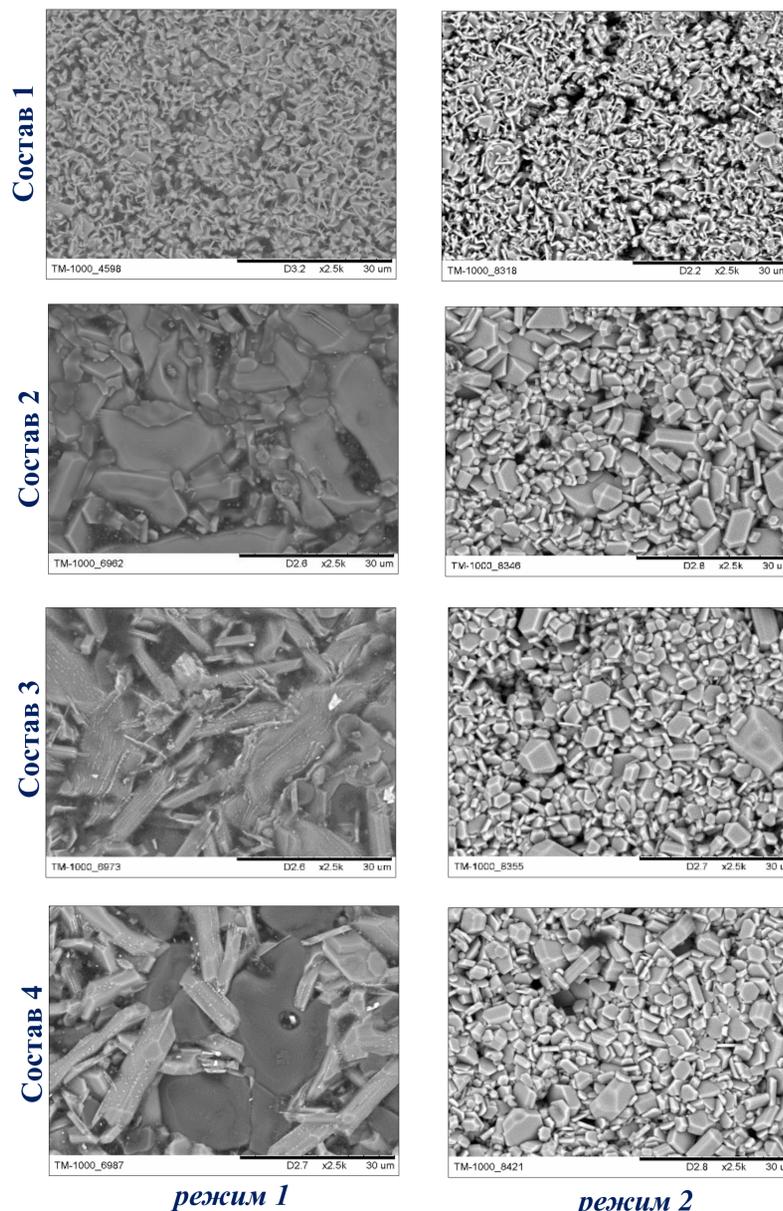


Таблица 2. Свойства керамических образцов

| Сост ав | Плотность после обжига, г/см ³ | | Предел прочности при сжатии, МПа | | Твердость, НВ 20 | Удельная электрическая проводимость, См/см (при температуре 90÷300°С) |
|---------|---|------|----------------------------------|-------|------------------|---|
| | 1 | 2 | 1 | 2 | | |
| 1 | 2,40 | 2,15 | 180,8 | 102,5 | - | - |
| 2 | 3,67 | 3,39 | 542,7 | 485,0 | 721 | 3,09·10 ⁻⁸ ÷ 2,14·10 ⁻⁵ |
| 3 | 3,78 | 3,39 | 678,5 | - | 817 | 3,09·10 ⁻⁸ ÷ 2,14·10 ⁻⁵ |
| 4 | 3,75 | 3,31 | 597,1 | 520,8 | 915 | 1,50·10 ⁻⁷ ÷ 1,05·10 ⁻⁴ |

На основе анализа физико-механических характеристик (таблица 2) установлено, что введение добавки оксида железа (III) (состав 2) приводит к увеличению плотности и прочности образцов керамики при режиме обжига в окислительной среде на 52,9% и 201,5 %, введение добавки на основе Fe₂O₃ и МУНТ (состав 3) – на 57,5 % и 275 %, введение добавки на основе Fe₂O₃ и LiOH (состав 4) – на 56,3 % и 230 %, соответственно. Твердость образцов, полученных из композиции состава 3, максимальная и составляет 915 НВ20.

Все образцы керамики, полученные с применением ГИП-обработки, обладают меньшей плотностью и соответственно меньшей прочностью при сжатии. Для керамических образцов составов 2-3 была определена герметичность по скорости утечки гелия. Полученные данные представлены в таблице 3, из которых следует, что вакуумной плотностью (по критерию герметичности – «абсолютно непроницаемые») – обладают образцы керамики составов 3 и 4, обожженные в окислительной среде. Скорость утечки гелия для них составляет менее 5·10⁻¹⁰ мбар·л/сек.

Образцы керамики состава 2, обожженные в окислительной среде, соответствуют критерию «газонепроницаемые» Остальные образцы не удовлетворяют требованиям, предъявляемым к вакуумплотным материалам.

Таблица 3. Протокол вакуумных испытаний

| Сост ав | Режим обжига | Давление, мбар | Продолжительность испытания, мин | Натекание (скорость утечки гелия) мбар·л/сек | Критерий герметичности |
|---------|--------------|----------------------------|----------------------------------|--|-------------------------|
| 2 | 1 | (1,5-2,5)·10 ⁻² | 5 | 3·10 ⁻⁷ | газонепроницаемый |
| 3 | 1 | (1,5-2,5)·10 ⁻² | 30 | < 5·10 ⁻¹⁰ | абсолютно непроницаемый |
| 4 | 1 | (1,5-2,5)·10 ⁻² | 30 | < 5·10 ⁻¹⁰ | абсолютно непроницаемый |
| 2 | 2 | (1,5-2,5)·10 ⁻² | 1 | 2·10 ⁻² | водонепроницаемый |
| 3 | 2 | (1,5-2,5)·10 ⁻² | 1 | 2·10 ⁻² | водонепроницаемый |
| 4 | 2 | (1,5-2,5)·10 ⁻² | 1 | 2·10 ⁻² | водонепроницаемый |

Заключение

Получена керамика на основе оксидов бария и алюминия без добавок и с добавками оксида железа (III) и гидроксида лития методом твердофазного синтеза с использованием механической обработки на стадии подготовки порошковой композиции.

Показана зависимость механических свойств от режима высокотемпературной обработки. Введение в состав порошковой композиции смешанной добавки Fe₂O₃ и LiOH с последующим обжигом компактированного образца в окислительной среде способствует получению более плотных (на 56,3 %) и прочных (на 230 %) образцов керамики по сравнению с образцами без добавок; скорость утечки гелия для них составляет менее 5·10⁻¹⁰ мбар·л/сек, что соответствует критерию герметичности – «абсолютно непроницаемые».

Введение в состав порошковой композиции добавки Fe₂O₃ позволяет получить образцы керамики с удельной электропроводностью (при температуре 90÷300°С) в диапазоне 3,09·10⁻⁸ - 2,14·10⁻⁵ См/см; добавки Fe₂O₃ и LiOH – в диапазоне 1,50·10⁻⁷ - 1,05·10⁻⁴ См/см (достаточно, чтобы предотвратить опасные накопления заряда).