ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ ДЛЯ РАКЕТНО-КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ

CBEPX









В последние годы в ракетно-космической технике наблюдается тенденция по применению керамических композиционных материалов в узлах, подвергающихся воздействию высоких температур (более 1500 К) и агрессивных сред. Это связано с тем, что керамика и композиты в этих условиях обладают большими по значению свойствами, чем металлы и сплавы, в частности пределом прочности, жаростойкостью и др. [1]. При этом керамика имеет высокую хрупкость, поэтому наибольшую перспективу имеют композиты на её основе. Армирование керамики различными материалами приводит к существенному увеличению прочности и снижению хрупкости. С повышенным вниманием к развитию нанотехнологий появились новые возможности по улучшению свойств керамики и композитов. В частности, по данным зарубежных авторов, добавление 0,25% масс. углеродных нанотрубок (УНТ) в карбидкремниевую керамику приводит к увеличению прочности на 30% и более (рис. 1) [2].



Рис. 1. Изображение карбида кремния, армированного углеродными нанотрубками: a-SiC без армирования, b—0,25% масс. ОУНТ, с—0,50 % масс. ОУНТ.

Механизмы упрочнения композитов, армированных одностенными УНТ (ОУНТ) ведут к получению материала одновременно прочного и износостойкого (рис. 2) [3].



Рис. 2. А – Схема границ зёрен в композите керамика/ОУНТ. Жёлтые фигуры изображают зёрна, чёрные сплетённые линии – пучки ОУНТ (В). С – Изображение высокого разрешения (ПЭМ) границ зёрен в композите Al₂O₃/10% масс. ОУНТ. D – Фото (СЭМ) поверхности композита Al₂O₃/10% масс. ОУНТ. Тёмные зоны – пучки сетей ОУНТ, светлые – зёрна керамики.

При этом не происходит разматывания и вытягивания нанотрубок, что является ключевым моментом в возможности получения композита, обладающего и высокой трещиностойкостью, и высокой прочностью – нетипичной комбинации для керамических композитов.

Кроме того, при армировании керамики усами/стержнями (которые значительно превышают в размерах ОУНТ) при растрескивании происходит их выталкивание (смещение) (рис. 3).



Рис. 3. А – Изображение СЭМ и В – Схема, показывающая выталкивание (смещение) при трении и связывание трещины усом/стержнем карбида кремния внутри керамики Al₂O₃.

При выталкивании совершается трение, что затрудняет распространение трещины (увеличивая трещиностойкость). Однако, большие по размеру армирующие среды ведут к большим колебаниям, что приводит к снижению прочности – классический взаимообмен трещиностойкостьпрочность в керамических композитах.

В случае армирования керамики ОУНТ происходит то, что они в виде сплетённых нитей располагаются пучками по границам зёрен (рис. 4).



Рис. 4. А – Иллюстрация композита керамика/ОУНТ с межзёренной трещиной. В – детальное 3d изображение раздёлённых керамических зёрен (жёлтые) и связывание трещины пучками ОУНТ. С и D – СЭМ изображения трещин в композитах Al₂O₃/OУНТ и Si₃N₄/OУНТ.

При растрескивании керамики пучки ОУНТ вытягиваются и образуют своеобразные мостики, препятствующие трещинообразованию.

В настоящее время потенциальный предел повышения рабочих температур двигателей из жаропрочных металлических сплавов практически исчерпан. Уровень прочностных свойств ряда керамических материалов, в первую очередь карбида и нитрида кремния, сохраняется при температурах, на 200-400 °C более высоких по сравнению с суперсплавами. В Японии в 1978 г. была принята программа «Лунный свет», по которой, температура на выходе в турбину двигателя должна составить 1500 °C. Требуемый уровень свойств керамических материалов: предел прочности при изгибе (трёхточечный метод измерения) при комнатной температуре – более 980 МПа, при 1500 °C – более 590 МПа, при комнатной температуре после окисления на воздухе при 1500 °C в течение 1000 ч – более 490 МПа. Были разработаны технологические варианты получения изделий сложной формы и повышенной плотности. Первый вариант – спекание без добавления порошка нитрида кремния с активирующими добавками Y_2O_3 и Al_2O_3 – даёт возможность получить детали с относительной плотностью 0,96 от теоретической и прочностью более 600 МПа. По другому варианту изделия подвергаются горячему прессованию, при этом пористость практически исчезает и достигается прочность 700 МПа [4].

Сильная ковалентная связь способствует высокой температуре плавления, модулю упругости и твёрдости материалов семейства высокотемпературных керамик. Высокоотрицательные свободные энергии образования также влияют на большую химическую и термическую стабильность во многих состояниях высокотемпературных керамик [5].

Детали двигателей изготавливают в основном из керамических материалов на основе нитрида и карбида кремния и сиалонов, получаемых горячим прессованием, спеканием, реакционным связыванием или же упрочнением керамической матрицы волокнами. Наиболее передовыми на сегодня технологиями являются применение наноматериалов слоистых или волокнистых, спечённых методом искрового плазменного спекания (ИПС или SPS).

Первоначально керамика широко применялась в конструкциях газотурбинных двигателей (табл. 1) и чуть позже в ракетных двигателях.

Одной из основных характеристик керамических материалов является предел прочности при изгибе. О зависимости этой характеристики свидетельствуют данные табл. 2.

| Материал | Предел прочности при изгибе, в МПа при Т, °С | | | | | | | |
|----------------------------------|--|------|------|------|------|------|------|------|
| | 20 | 500 | 750 | 1000 | 1200 | 1250 | 1350 | 1500 |
| Si ₃ N ₄ : | | | | | | | | |
| горячепрессованный | 1225 | 1215 | 1176 | 1127 | 1078 | 1000 | 762 | 676 |
| реакционносвязанный | 294 | 294 | 289 | 284 | 274 | 274 | 235 | - |
| спечённый | 588 | 588 | 588 | 490 | 265 | 216 | - | - |
| SiC: | | | | | | | | |
| горячепрессованный | 990 | 980 | 980 | 931 | 784 | 735 | 598 | - |
| реакционносвязанный | 420 | 402 | 397 | 420 | 443 | 431 | 235 | - |
| спечённый | 450 | 480 | 490 | 510 | 519 | 524 | - | 539 |
| Сиалон горячепрессованный | 265 | 294 | 294 | 300 | 280 | - | - | - |

Таблица 2. Величине температуры на предел прочности при изгибе керамических материалов.

Уровень прочности керамики, как правило, тем выше, чем меньше размер зерна (табл. 3).

Таблица 3. Предел прочности при изгибе (четырёхточечный метод) реакционноспечённого нитрида кремния в зависимости от температуры и исходной величины зерна.

| Размер зерна, мкм | Предел прочности на изгиб, МПа, при Т, К | | | | | | | | |
|-------------------|--|------|------|--|--|--|--|--|--|
| | 280 | 1430 | 1627 | | | | | | |
| <10 | 205 | 220 | 201 | | | | | | |
| 10-37 | 139 | 150 | 147 | | | | | | |
| 37-63 | 124 | 108 | 110 | | | | | | |

Таблица 1. Разработка ГТД в США, основные показатели и материалы для деталей двигателей.

| | Теплооб- менника | AS, MAS | AS | 1 | AS | 1 |
|---|---|----------------------|-----------------------|--------------------------------|--------------------------------|--|
| ы́ ГТД | Ко- жуха | RBSC | RBSC | | RBSC, SSC, LAS | , |
| ля детале | Вала | RBSC | RBSC | | RBSC, SSN | RBSN, HPSN |
| 1алы д | Со- пла | SSC | SSC | 1 | RB SC | 1 |
| Marepi | Непод- вижных лопаток | SSC | SSC, SRBSN | 1 | RBSC, RBSN, Refel SiC | |
| | Под- вижных лопаток | RBSC, SSC, SSN | RBSN, SSC, SSNS | 1 | SaSC, SSN | NSdH |
| Рас- ход тон- лива на 100 КМ, л | | 6,6 | 6,6 | 7,6 | 1 | 1 |
| Характеристи- ки силовой тур- бины | ско- рость враще- ния, об/мин | 68000 | 100000 | 99500 | 1 | 1 |
| | внеш- ний диа- метр, мм | 146 | 1 | 128 | 1 | 1 |
| ристи- рессора | ско- рость враще- ния, об/мин | 86240 | 100000 | 99500 | 1 | 41730 |
| Характе ки комп | внеш- ний диа- метр, мм | 111 | 1 | 128 | 1 | 1 |
| C da | на вы- ходе | 920 | | 806 | 1 | 1 |
| Темпе тура, ° | на вхо- де | 1288 | 1371 | 1260 | 1241 | 1204 |
| Чи- сло ва- лов | | 2 | 1 | 1 | 2 | 2 |
| Мощ- ность ГТД, л.с. | | 100 | 130 | 82 | 300- 400 | 1000 |
| Фир ма- ра- бот- чик | | GM, DDA | Ford, Gar- rett | Chry sler, Wil- liams | GM | Gar- rett, Air Re-se -arch |
| Кури- рую- щая органи -зация | | DoE | DoE | DoE | NASA | DA- RPA |
| Про- грам- ма | | AGT- 100 | AGT- 101 | AGT- 102 | CATE | TSE 331 C- 1 |

Примечания. AGT – Advanced Gas Turbine; CATE – Ceramics Application for Turbine Engine, DARPA – Defence Advanced Research Projects Agency. RBSC и RBSN – реакционносвязанные SiC и Si₃N₄, HPSN – горячепрессованный Si₃N₄, SSC, SuSC и SSN – спечённые SiC, α-SiC и Si₃N₄, SSNS – дважды спечённый Si₃N₄, SRBSN – реакционносвязанный и затем спечённый Si₃N₄, Refel SiC – SiC, пропитанный кремнием, марки Refel, LAS – Li₂O-Al₂O₃-SiO₂ (сподумен), MAS – MgO-Al₂O₃-SiO₂ (кордиерит), AS – Al₂O₃-SiO₂ (кеатит).

Большое влияние на свойства керамических материалов оказывают различные добавки, которые способствуют лучшему чоединению частиц в процессе прессования и спекания материала. Для карбида кремния эффективными являются добавки углерода (1-2%), бора (0,5%), а также BeO и Al₂O₃. Бор ускоряет диффузию, углерод способствует удалению плёнки SiO₂ с поверхности частиц карбида кремния. Легирование керамических материалов тонкодисперсными частицами ZrO₂ повышает их прочность и снижает хрупкость.

Свойства некоторых керамических материалов представлены в табл. 4. Уровень прочностных свойств карбида кремния при комнатной температуре уступает прочности нитрида кремния, но с повышением температуры до 1350 °C он даже несколько увеличивается, что связывают с пластической деформацией карбида кремния, возрастающей по мере повышения температуры. Кроме того, этот материал оказывается более стойким к высокотемпературному окислению.

В конце прошлого века в Центре Келдыша проводились разработки высокотемпературных слоистых теплоизоляционных материалов на основе соединений циркония и тугоплавких металлов [6-13].

На сегодняшний день одной из главных задач отдела нанотехнологий Центра Келдыша, касаемой разработки транспортного энергетического модуля (ТЭМ) [14], является создание новых материалов для изготовления турбины, трубопровода и других ответсвенных деталей и конструкций ТЭМ (рис. 5). Кроме того, не решённой проблемой является разработка материалов камер сгорания для перспективных ракетных двигателей. Для производства турбины из нового нанокомпозита планируется применять метод объёмного шликерного литья, а для газовода – метод шликерного литья плёнок, с последующим гидро-(газо)статическим, спарк, электримпульсным спеканием.





Таблица 4. Свойства различных керамических материалов при комнатной температуре.

| | спе- чённый | 3,2 | | 828 | 400 | 3500 | 300 | 0,28 | 17,6 | 15 | 10 | 3,2 | 20-25 | 710 |
|-----------------------------|-------------------------------|------------------------------|-----------------------|-------------|----------------|------------|-----------------------|----------------------|---|-----------------|---|---|-------------------------------|---------------------------------------|
| Сиалон | горячее- прессован- ный | 3,14 | | 450 | 1 | | | | 1 | 8,4 | | ı | | ı |
| Refel SiC | | 3,1 | | 483 | 300 | 2000 | 410 | 0,24 | 24,5 | 10 | 9 | 4,3 | 83,6 | 1040 |
| α-SiC | Спе- чён- ный | 3,1 | | 451- 529 | I | I | 412 | 0,25 | 21,6 | 5,8 | | 4,8 | 87,9 | 670 |
| | Спе- чён- ный | 3,15- 3,2 | | 735 | - | 1 | 274 | 0,25 | 15,7- 17,6 | 8 | - | 3 | 16,7 | 837 |
| $\mathrm{Si}_3\mathrm{N}_4$ | Реакцион- носвязан- ный | 2,5 | | 241 | 145 | 1000 | 200 | 0,27 | 8,8-9,8 | 10-15 | 4 | 3,2 | 8-12 | 710 |
| | горячепрес- сованный | 3,2 | | 896 | 580 | 3500 | 310 | 0,27 | 21,6 | 10-15 | 10 | 3,2 | 25 | 710 |
| | Спе- чён- ный | 3,1 | | 490 | 294 | 2940 | 392 | 0,25 | 35,3- 39,2 | 10 | ı | 4 | 83,7 | 795 |
| SiC | Реакционно- связанный | 2,2-2,9 | | 196-294 | T | 1 | 392 | | 19,6 | T | | 4,3 | 83,7 | 712 |
| | Горяче- прессо- ванный | 3,2 | | 686 | | ı | 440 | 1 | 25,5 | | 1 | 4,8 | 70 | • |
| Параметр | | Плотность, г/см ³ | Предел прочности, МПа | при изгибе | при растяжении | при сжатии | Модуль упругости, ГПа | Коэффициент Пуассона | Твёрдость по Виккерсу (нагрузка 0,5 кг), ГПа | Модуль Вейбулла | Ударная вязкость, кДж/м ² | Коэффи-циент терми- ческого расширения (20 -1000 °C), 10 ⁻⁶ /К | Теплопроводность, Вт/(м·К) | Удельная теплоём- кость, Дж/(кг-К) |

Уровень свойств керамических материалов зависит от многих факторов: технологии получения и свойств исходных порошков, способа их смешения, метода формования и отжига изделий, последующей обработки. Поэтому важной задачей является повышение воспроизводимости и снижение разброса значений свойств материалов. Хрупкость керамики не позволяет широко применять её в конструкциях под нагрузкой, поэтому используют различные армирующие вещества (волокна, трубки, усы, порошки) для повышения прочности. При этом, следует стремиться к тому, чтобы лопатки турбин подвергались не растягивающим, а сжимающим напряжениям, что заметно повышает их долговечность. Необходим тщательный контроль состава и свойств материалов на всех стадиях изготовления деталей. Для этого требуется создание эффективных методов неразрушающего контроля.

Необходимо сказать об аналогичных исследованиях за рубежом. В частности в США уже более 10 лет ведутся разработки наноматериалов на основе керамики для производства новых турбин, газоводов, камер сгорания и пр., методами, указанными выше, в 2000 году разработана дорожная карта «керамического» проекта [15]. NASA (ряд научных центров), Air Force Research Laboratory, Rice University и ряд других организаций успешно получают опытные образцы нанокомпозитов на основе C, SiC, BN, Si₃N₄, Al₂O₃, ZrO₂, HfC и др. Отмечено существенное увеличение стойкости материалов и изделий к воздействию высоких температур (более 1500 K) и агрессивных окислительных и восстановительных сред [16]. В NATO R&T также ведутся разработки наномкомпозитов для микротурбин [17].

Кроме того, аналогичные разработки, но в меньшем масштабе, ведутся научными и производственными организациями в Японии, Индии, Китае, Франции, Испании и др.

В Японии были получены многослойные композиты Al_2O_3/ZrO_2 , упрочнённые наночастицами карбида кремния (SiC). Материалы на керамической основе обладают высокой хрупкостью. Однако, применение слоистых композитов позволяет существенно повысить трещиностойкость. В этой связи многослойный композит Al_2O_3/ZrO_2 с различными коэффициентами температуропроводности для Al_2O_3 и ZrO_2 испытывает сжимающие и растягивающие напряжения. Когда трещины проходят через слой с сжимающими напряжениями (Al_2O_3), то их останавливает остаточное напряжение, они изгибаются в параллельном направлении к слоям (рис. 6,7). Добавка наноразмерных частиц SiC в многослойных материалах происходит повышению прочности. При использовании наночастиц в многослойных материалах происходит повышение прочности и трещиностойкости. Кроме того, величиной остаточных напряжений в многослойной керамике можно управлять дисперсностью наночастиц с более низким коэффициентом температуропроводности в Al_2O_3 и ZrO_2 слоях. Ожидается, что синергетический эффект от применения нанокомпозитов и контроля остаточных напряжений приведёт к увеличению механических свойств многослойного гибридного композита [18].



Рис. 6. а – изображение многослойного композита Al_2O_3/ZrO_2 с оптического микроскопа, b – СЭМ изображение этого композита. Тёмные и белые слои относятся к Al_2O_3 и ZrO_2 , соответственно.



Рис. 7. Типичный вид остановки трещинообразования, созданного путём теста Виккерса.

Согласно работам ряда зарубежных учёных (Япония, США) [19-21] при армировании наночастицами SiC керамики на основе Si₃N₄ происходит повышение прочности от 700 (для обычного композита) до 1300 МПа (для нанокомпозита) и трещиностойкости от 5,3 до 7 МПа/м² (рис. 8). Аналогичные улучшения проявляются и для композитов с матрицей из Al₂O₃, в частности прочность повышается с 283 МПа до 646 МПа (рис. 9, 10) [22-25].



Рис. 8. Изображение нанокомпозита Si₃N₄/SiC [23,25].



Рис. 9. Различные виды нанокомпозита Al₂O₃/SiC. На (с) изображено зерно карбида кремния [22,24].



Рис. 10. Поверхность между частицами Al₂O₃ и SiC в Al₂O₃/SiC композите [22].

Учёные из Китая [26] приготовили композит на основе SiC, армированный УНТ, что привело к повышению прочности и трещиностойкости. Другие исследователи [27] путём искрового импульсного спекания керамики на основе Al₂O₃, армированной ОУНТ, добились увеличения трещиностойкости на 194% до 9,7 МПа/м².

На рис. 11 представлены зависимости микротвёрдости, коэффициента трения и потери массы в зависимости от содержания в керамике УНТ [28].



Рис. 11. Зависимости микротвёрдости, коэффициента трения и потери массы композита Al2O3/ УНТ от содержания УНТ.

В NASA [29] совместно с частыми компаниями ведутся разработки слоистого композита из нанопорошков, приготовленного методом шликерного литья плёнок, для высокотемпературного применения в окислительных средах. В композите применяются материалы на основе HfB₂/SiC, HfC/ SiC, ZrB₂/SiC, HfC/SiC/УHT (рис. 12,13).



Рис. 12. Образец ленты из HfC/SiC/УНТ.



Рис. 13 Структура поверхности обработанного композита УНТ/SiC.

В Испании методами шликерного литья были изготовлены слоистые композиты на основе Al₂O₃/ ZrO₂ (puc.14) [30].



Рис.14. Изображения слоистого композита Al₂O₃/ZrO₂. Чёрный – оксид алюминия, белый – оксид циркония.

Подразделения NASA, AFRL и Rice University ведут разработки нанокомпозитов на основе керамики, армированной нанотрубками (рис. 15) [16,31].



Рис. 15. Нанокомпозит, армированный углеродными нанотрубками.

Кроме того в компании Honeywell, University of Houston, University of California занимаются разработкой нанокомпозитов на основе нитрида кремния, с различным содержанием армирующих наночастиц, которые получают искровым плазменным спеканием, горячим газостатическим спеканием, спеканием при низком давлении.

Для получения композитов с низкой теплопроводностью 0,37-0,4 Вт/(м·К) при температуре 550 – 1050 °С на основе оксида циркония применяют добавки фуллеренов C_{60} в керамику, которые обладаю низкой теплопроводностью на уровне 0,4 Вт/(м·К).

В Индии был создан слоистый нанокомпозит на основе ZrO₂ (рис. 16-19) [32]. Было отмечено увеличение прочности до 630 МПа, трещиностойкости до 9 МПа/м², энергии разрушения до 240 КДж/м³, твёрдости до 13 ГПа в зависимости от количества слоёв.



Рис. 16. Поверхность многослойного нанокомпозита на основе оксида циркония.



Рис. 17. Зависимость плотности композита от количества слоёв керамики.



Рис. 18. Зависимости двухосной прочности и трещиностойкости от количества слоёв в композите.



Рис. 19. Изменение энергии разрушения композита в зависимости от количества слоёв.

В Бразилии [33] методом искрового плазменного спекания был получен нанокомпозит на основе Al₂O₃-ZrO₂ с микротвёрдостью равной 22 ГПа (рис. 20).



Рис. 20. Нанокомпозит на основе Al₂O₃/ZrO₂, полученный методом искрового плазменного спекания.

В США USAF (BBC), AFRL (лаборатория BBC) и HACA [34-37] ведут разработки композитов для авиации и космонавтики. В частности, для новых жидкостных керамических ракетных двигателей и высокотемпературных трубопроводов (рис. 21,22).



Рис. 21. Перспективные жидкостные ракетные двигатели из композиционных материалов.



Рис. 22. Схема высокотемпературного трубопровода, состоящего из наночастиц нитрида бора или карбида кремния, армированного углеродными нанотрубками.

А также твердотопливные ракетные двигатели из высокотемпературной керамики (рис. 23).



Рис. 23. Высокостойкие керамические твердотопливные двигатели.

В том числе, для керамических турбин применяются наноматериалы (рис. 24.).



Рис. 24. Керамические турбины для газотурбинных и ракетных двигателей.

В Китае ведутся разработки по изготовлению керамических сопел и трубопроводов (рис. 25) [38].



Рис. 25. Трубопровод из слоистого композита на основе Si-Ti-W-C для передачи высокотемпературных энергоносителей.

В Обнинске (корпорация «Технология») были изготовлены турбины на основе Si3N4-BN с высокими механическими свойствами, рис. 26. [39].





Рис. 26. Образцы турбины и слоистого композита на основе Si3N4-BN.

Следует отметить, что в ряде стран, а главным образом в США и Японии разработаны дорожные карты развития наноматериалов для РКТ (рис. 27) [35]. К 2020 году космическими агентствами этих стран совместно с университетами и другими организациями планируется создание «умных» высокотемпературных композитов, обладающих способностями самодиагностики, самозалечивания и трансформации.



Рис. 27. Фрагмент дорожной карты развития наноматериалов в НАСА.

Исходя из общих тенденций развития новых технологий и нанотехнологий в ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша» в отделе нанотехнологий также планируется создание «умных» композитов, в структуре которых будет использоваться пьезокерамика, сплавы с эффектом памяти формы и наноустройства на основе углеродных нанотрубок.

Для массового внедрения керамики и композитов в указанных областях техники необходимо совершенствовать технологию производства материалов, конструкцию и контроль качества изделий.

В заключении следует отметить, что отдел нанотехнологий ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша» обладает всем необходимым оборудованием для разработки высокотемпературных композиционных наноматериалов для космической техники (рис. 28,29.).

| Планируемые характеристики нанокомпозитов | Преимущества изделий из нанокомпозитов | | | | |
|---|---|--|--|--|--|
| Прочность при 1000 °С… >500 МПа | улучшение технических характеристик за счёт повышения рабочих температур | | | | |
| Стоикость при 1500°С >20000 час Трешиностойкость >8 МПа/м ² | 🛠 кардинальное повышение ресурса работы | | | | |
| Микротвёрдость~30 ГПа | снижение веса за счёт большей удельной прочност и упрощения конструкции | | | | |
| Модуль упругости>280 ГПа | повышение надёжности работы РД за счёт отказа от принудительного охлаждения | | | | |



Рис. 28. Технологическая цепочка, реализуемая в ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша».



Рис. 28. Перспективы применения высокотемпературных нанокомпозитов в РКТ.



Плазмохимическая установка предназначена для производства нанопорошков (диаметр от 20 нм и более) металлов и неметаллов, их карбидов, нитридов, оксидов, карбонитридов, комплексных ... соединений. Благодаря широкому варьированию технологических параметров (размер исходного порошка, энтальпия плазмы, скорость подачи сырья, интенсивность охлаждения и др.) можно получать высококачественные нанопорошки заданного состава.

SPS-метод компактирования позволяет получать однородные по структуре и составу заготовки из нанопорошков, в т.ч. трудноспекаемых. Спекание происходит в рекордно короткие сроки.

Пробоподготовка включает в себя приготовление сложных составов порошков с последующей гомогенезацией и приготовлением шликерных смесей. После чего происходит их формование под давлением в пресс-формах. Затем из керамических образцов удаляются связующие шликеры и происходит спекание изделий в вакуумных печах.

Механизм электроимпульсного спекания основан на том, что когда искровой разряд возникает в зазоре между частицами материала, мгновенно возникает локальное высокотемпературное состояние. Это является причиной плавления связки между частицами материала, и вокруг площади контакта между ними об-



разуются «шейки». За счёт быстрого плавления происходит мгновенное спекание с изменением пористости до 0,2%.

Спекание нанокристаллических материалов происходит без снижения их полезных характеристик благодарю кратковременности процесса 10⁻³ с.



Горячее прессование позволяет совместить в одну стадию операции формования и спекания, т.е. прессование происходит при температуре спекания. Данный метод обеспечивает получение меньшего размера зерна и повышение механических свойств (плотности, прочности, ударной вязкости) относительно материалов полученных по традиционной технологии прессования и спекания.

Имеющееся оборудование позволяет производить горячее прессование при температуре до 2200 °С и более, в защитных средах – азоте, аргоне, вакууме, а также на воздухе.



Лазерный анализатор LEA-S500

Анализатор лазерный элементного состава веществ и материалов предназначен для определения химического состава металлов, сплавов, стёкол, керамик, пластмасс, прессованных порошков, комбинированных и композитных материалов, полезных ископаемых и других веществ и материалов.





Установка синхронного термического анализа STA 449F1 Jupiter

Прибор позволяет определять: температуру и теплоту плавления, фазовые переходы в твердом состоянии, полиморфизм, степень кристалличности, стеклование, реакции сшивания полимеров, окислительную устойчивость, примеси в образце, удельную теплоемкость, термокинетические параметры.

Дилатометр высоких температур DIL 402 Е/7 Дилатометр позволяет измерять изменение длины образца при растяжении при температурах от 20 до 2400 °C.





Рентгеновский спектрометр PANalytical Axios

Массовый анализ образцов, Экспрессное определение состава продуктов, Определение элементов в легированных материалах, Полуколичественный экспресс анализ шлифованных образцов, Количественное определение бора в стеклоподобных веществах, Определение Ge(2-5000ppm) в углях и их золах, редкоземельных элементов в модельных материалах, Определение драг. металлов, Pb,Cu,Zn,Cl, P,Cl,Ca,Fe, тяжелых металлов. Исследование состава материалов на предмет соответствия ГОСТ.

Рентгеновский дифрактометр PANalytical Empyrean

Метод позволяет определять атомную структуру вещества, включающую в себя пространственную группу элементарной ячейки, ее размеры и форму, а также определить группу симметрии кристалла.





EcoMet[®] 250

Шлифовально-полировальный станок. Полуавтоматическая шлифовально-полировальная насадка AutoMet[®] обеспечивает поддержку до 6 образцов с центральной или индивидуальной нагрузкой, переменную скорость вращения в обоих направлениях и снабжена светодиодной индикацией режимов работы.



Установка подготовки керамической суспензии



Вибромельница для измельчения порошков



ISOMET 1000 Прецизионный отрезной станок для высокоточной резки образцов средних размеров.

Nova 1000е Высокоскоростной анализатор площади поверхности и размеров пор. Диапазон измеряемых площадей: 0,001 ... свыше 2000 м2/г. Диапазон диаметров пор: 3,5 ... 2000 А°.





Гелиевый пикнометр Quantachrome

Ultrapycnometer 1200e прибор для измерения истинной плотности и объема порошков, катализаторов, фармацевтических препаратов, керамики, углей, строительных материалов, горных пород и т.д.

Керамические заготовки из наноматериалов после спекания подвергаются усадке с изменением размеров. Для придания нужных геометрических форм и размеров изделию требуется **механическая обработка** на станках. Данная процедура убирает дефекты материала и снимает внутренние напряжения, повышая качество изделия.





MicroMet 5114 Цифровой микротвердомер с нагрузкой до 2000 г.



VibroMet 2 Вибрационный полировальный станок 1. Костиков В.И., Варенков А.Н. Сверхвысокотемпературные композиционные материалы. –М.: Интермет Инжиниринг, 2003. -560 с.

2. Lu Z., Jiang D., Zhang J. et al. Preparation and properties of multi-wall carbon nanotube/SiC composites by aqueous tape casting.// Science in China Series E: Technological Sciences. 2009, v. 52, №1. –P. 132-136.

3. Padture N.P. Multifunctional composites of ceramics and single-walled carbon nanotubes.// Adv. Mater. 2009, 21. –P.1-4.

4. Денисенко Э.Т., Ерёмина Т.В., Калинович Д.Ф., Кузнецова Л.И. Применение высокотемпературной керамики в дизельных и газотурбинных двигателях.// Порошковая металлургия, 1985, №3. –С. 97-106.

5. Johnson S., Gasch M. Assessment of the state of the art of ultra high temperature ceramics. NASA Ames Research Center report.

6. Кац С.М., Басалаева Т.С., Богин В.Н., Акимова К.П. Особенности спекания многослойных композитов ZrO2/ZrC.// Порошковая металлургия, 1987, №12. –С. 15-20.

7. Кац С.М., Богин В.Н. и др. Защитный чехол к термопаре для измерения температуры жидкой стали. Заводская лаборатория, 1984, №4. –С. 57-58.

8. Кац С.М., Былькова З.И., Богин В.Н. и др. Теплопроводность металлокерметных слоистых композиционных материалов на основе ZrO2-Mo и Mo/C.// Порошковая металлургия, 1985, №2. – С. 61-64.

9. Кац С.М., Богин В.Н., Орданьян С.С. и др. Многослойные металло-оксидные композиты на основе литых пластифицированных плёнок с порошковыми наполнителями.// Порошковая металлургия, 1986, №10. –С. 71-78.

10. Кац С.М., Богин В.Н., Моисеев А.М. и др. Теплопроводность композиционных многослойных изоляций на основе ZrO2 и ZrC.// Теплофизика высоких температур, 1986, №4. –С. 705-709. 11. Кац С.М. Высокотемпературные теплоизоляционные материалы. –М.: Металлургия, 1981. - 232 с.

12. А. с. 1000784 (СССР). Высокотемпературная термопара и способ её изготовления/ С.М. Кац, В.Н. Богин, Н.Г. Чубенко и др. – Опубл. в Б.И., 1983, №8.

13. А. с. 1000782 (СССР). Защитный чехол термометра и способ его изготовления/ С.М. Кац, В.Н. Богин, Н.Г. Чубенко и др. –Опубл. в Б.И., 1983, №8.

14. Пилотируемая экспедиция на Марс/ Под ред. А.С. Коротеева. — М.: Российская академия космонавтики им. К.Э. Циолковского, 2006. -320 с.

15. USACA, US Department of Energy, Energetics, Richerson & Associates, "Advanced Ceramics Technology Roadmap: Charting Our Course," Joint USACAIDOE Publication, (2000)
16. Barrera E.V. Multifunctional Shielding for Future Space Systems. [ppt]. Department of Mechanical Engineering and Materials Science, Rice University. 2010. –P. 1-23.

17. Spearing, S.M. (2005) Materials Selection, Modeling and Mechanical Design. In *Micro Gas Turbines* (pp. 8-1 – 8-16). Educational Notes RTO-EN-AVT-131, Paper 8. Neuilly-sur-Seine, France: RTO. Available from: http://www.rto.nato.int/abstracts.asp.

18. Adachi T., Sekino T., Kusunose T. et al. Crack propagation behavior of nano-sized SiC dispersed multilayered Al2O3/3Y-TZP hybrid composites.// Journal of the ceramic society of Japan, 2003, 111, [1]. –P. 4-7.

19. Sawaguchi A, Toda K, Niihara K. 97. Mechanical and electrical properties of silicon-silicon nitridesilicon carbide nanocomposite material. Journal of the American Ceramic Society. 1991; 74(2):1142-1144.

20. Mabuchi H, Tsuda H, Ohtsuka T, Matsui T, Morii K. 106. In-situ synthesis of Si3N4-SiC composites by reactive hot-pressing high temperatures-high pressures. High Temperatures-high Pressures. 1999; 31 (5):499-506.

21. Weimer AW, Bordia RK. 107. Processing and properties of nanophase In-situ synthesis of SiC/Si3N4 composites. Composites Part B – Engineering. 1999; 30(7):647-655.

22. Ferroni LP, Pezzotti G, Isshiki T, Kleebe HJ. 39. Determination of amorphous interfacial phases in Al2O3/SiC nanocomposites by computer-aided high-resolution electron microscopy. Acta Materialia. 2001; 49(11):2109-2113.

23. Anya CC. 103. Microstructural nature of strengthening and toughening in Al2O3-SiC(P) nanocomposites. Journal of Materials Science. 1999; 34(22):5557-5567.

24. Baron B, Kumar CS, Le Gonidec G, Hampshire S. 104. Comparison of different alumina powders for the aqueous processing and pressureless sintering of Al2O3-SiC nanocomposites. Journal of the European Ceramic Society. 2002; 22(9-10):1543-1552.

25. Weimer AW, Bordia RK. 107. Processing and properties of nanophase In-situ synthesis of SiC/Si3N4 composites. Composites Part B – Engineering. 1999; 30(7):647-655.

26. Ma RZ, Wu J, Wei BQ, Liang J, Wu DH. 108. Processing and properties of carbon nanotubes-nano-SiC ceramic. Journal of Materials Science. 1998; 33(21):5243-5246.

27. Zhan GD, Kuntz JD, Wan J, Mukherjee AK. 109. Single-wall carbon nanotubes as attractive toughening agents in alumina-based nanocomposites. Nature Materials. 2003; 2(1):38-42.

28. An JW, You DH, Lima DS. 76. Tribological properties of hot-pressed alumina–CNT composites. Wear. 2003; 255(1-6):677-681.

29. Stackpoole M., Rom G., Whitt J. et al. UHTC composites with nanotube-reinforcements for advanced TPS applications. 2003.

30. Microstructure and High-Temperature Mechanical Behavior of Alumina/Alumina–Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Multilayer Composites Manuel Jime'nez-Melendo, Carolina Clauss, and Arturo Domi'nguez-Rodri'guez* J. Am. Ceram. Soc., 80 [8] 2126–30 (1997)

31. Cinibulk M.K. Ceramic Materials Development for Air and Space Propulsion. [ppt]. Materials and Manufacturing Directorate, Air Force Research Laboratory. 2002 – P. 1- 20.

32. Ghosh S., Guha A., Krishna K.M. et al. Tape cast multilayer composite of nano zirconia with high toughness.// Materials and Manufacturing Processes, 2006, 21. –P. 662-668.

33. V. Trombiniv., Pallone E. M., Munir Z.A. et al. Spark plasma sintering (SPS) of Al2O3-ZrO2 nanocomposites.// Cerâmica. 2007, v. 53. –P. 62-67.

34. Watson M.D., Shah S., Kaul R. Nanotechnology Interests at the Marshall Space Flight Center Engineering Directorate [ppt]. Engineering Directorate, Marshall Space Flight Center, National Aeronautics and Space Administration. 2004. –P. 1-10.

35. NASA Nanotechnology Program Content. [ppt]. 2002. -P. 1-7.

36. Fuller J. Air Force Office of Scientific Research: Ceramic and Nonmetallic Materials Program. [ppt]. AFOSR/NA. 2005.–P. 1-9.

37. Ceramic Matrix Composite Turbine Disks. Advanced Space Transportation Technology Summary. – FS-2001-04-76-MSFC. Pub. 8-1279. –P. 1.

38. Liu L., Deng J., Wang Yi., et al. Design and development of SiC/(W,Ti)C gradient ceramic nozzle // Science in China Series E: Technological Sciences, 2008, v. 51, № 1. –P. 77-84.

39. Kelina I. Yu., Ershova N.I., Arakcheev A.V. et al. Rotor seals for gas-turbine engines fabricated from Si3N4 – BN high-temperature composite materials. // Refractories and Industrial Ceramics. 2004, v. 45, № 3. -P. 185-189.

ГНЦ ФГУП «ЦЕНТР КЕЛДЫША», 2011. Все права защищен