

Dezvoltarea materialelor cu rezistență ridicată la uzură mecanică pentru aplicații speciale – realizări ICPE-CA

În cadrul Departamentului Materiale Carbo-Ceramice al Institutului Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Inginerie Electrică ICPE-CA București funcționează Laboratorul Materiale Ceramice, unul dintre cele mai vechi laboratoare ale institutului, cu tradiție în procesarea și dezvoltarea de materiale și produse ceramice. Încă de la înființare, cercetările dezvoltate în laborator au avut un rol important în dezvoltarea ceramicii electrotehnice și a Fabricii de Electro-ceramică din Turda. În cadrul Laboratorului Materiale Ceramice, s-au efectuat studii și cercetări atât fundamentale, cât și aplicative și au fost dezvoltate clase importante de materiale ceramice, transpușe, ulterior, în produse ceramice cu aplicabilitate în diverse domenii tehnice sau introduse în fabricație la diferiți agenți economici.

✍ Dr. ing. Velciu Georgeta,
șef Laborator Materiale Ceramice, ICPE-CA

Unele dintre tematicile recente de cercetare ale laboratorului, abordate în cadrul Programului Nucleu, constau în dezvoltarea a diferite tipuri de materiale ceramice: materiale ceramice aluminosilice cu microsferă cavernoasă cu proprietăți termoizolante, materiale piezoceramice cu anizotropie ridicată, biomateriale ceramice pe bază de hidroxiapatită, dar și materialele ceramice neoxidice cu proprietăți mecanice remarcabile, cu potențial în aplicații balistice.

Orientare către noi cerințe

Integrarea României în structurile militare europene și Nord-Atlantice ne obligă la alinierea nivelului tehnic al blindatelor și echipamentelor militare la un nivel cel puțin egal cu cel al armatelor țărilor europene. Dar, în această etapă de reorientări, reasezări conceptuale și restructurări ale forțelor, prioritare sunt administrarea inteligență, comunicațiile avansate, software-uri de ultimă generație și, nu în ultimul rând, cercetarea științifică și tehnologică.

Înlocuirea materialelor ceramice clasice cu materiale ceramice compozite neoxidice reprezintă un avantaj major datorită posibilității modularii proprietăților, rezultând o gamă variată de materiale ce pot fi utilizate

în diverse aplicații tehnice. Astfel, se obțin materiale ceramice compozite cu proprietăți deosebite, rezistență specifică ridicată și rigiditate, rezistență la temperaturi înalte, rezistență la uzură și temperaturi înalte, toate acestea recomandând aceste materiale mai ales pentru domeniul construcțiilor de blindate militare, industriile navală și aerospațială, și a mijloacelor de transport.

Există o serie de materiale ceramice pentru aplicații speciale, unul dintre cele mai atractive fiind nitrura de siliciu (Si_3N_4), cu o microstructură asemănătoare cu cea a compozitelor armate, care prezintă granule de $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ sub formă alungită ce acționează la întărirea/consolidarea microstructurii materialului. Mai mult, aceste ceramici, datorită proprietăților mecanice, termice și chimice excelente, fie la temperaturi ambiante, fie la temperaturi ridicate, sunt utilizate într-o varietate mare de aplicații.

Un alt tip de material din această clasă este reprezentat de carbura de siliciu (SiC) datorită proprietăților superioare precum duritate, modul Young, rezistență la încovoiere, rigiditate și rezistență la oxidare la temperaturi înalte, conductivitate termică mare (120W/mK) sau coeficient de dilatare termică scăzut ($4 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$), rezistență la uzură și abraziune ridicată.

În ceea ce privește protecția balistică, cele mai utilizate tipuri de materiale ceramice sunt cele pe bază de oxid de alumina (Al_2O_3), carbură de bor (B_4C) și carbură de siliciu (SiC), în prezent, pe plan internațional, existând o preocupare deosebită pentru dezvoltarea de noi materiale compozite performante pentru blindaje și armuri. Plecând de la aceste premize, ICPE-CA s-a alăturat tendințelor de cercetare în domeniu și a abordat dezvoltarea de materiale ceramice compozite neoxidice, cu rezistență ridicată la uzură mecanică, care reprezintă potențiale materiale pentru plăci ceramice utilizate în protecția balistică a vehiculelor sau a armurilor.

Expertiza bogată, rezultate promițătoare

În cadrul cercetărilor efectuate în ICPE-CA s-au realizat mai multe modele experimentale de materiale compozite din ceramică neoxidică pe bază de SiC . O problemă delicată în ceea ce privește carbura



Fig. 1 Presă izostatică la cald

de siliciu o reprezintă faptul că este foarte dificil să densifici acest compus fără adaosuri de sinterizare. Rolul adaosurilor de sinterizare asupra ceramicilor neoxidice poate fi privit nu numai ca un element de ajutor în procesul de densificare, ci și ca element cheie în ceea ce privește atingerea proprietăților, acestea fiind influențate în mod direct de microstructură și de chimia fazei de granulație. S-au obținut, astfel, în cadrul Laboratorului Materiale Ceramice, materialele ceramice compozite pe bază de SiC cu diverse adaosuri, cum ar fi B_4C , TiC, TiB_2 și Si_3N_4 , sau adaosuri de materiale oxidice precum Al_2O_3 . Pulberile compozite s-au elaborat prin tehnologia ceramică convențională cu respectarea parametrilor tehnologici, dozare → omogenizare → măcinare → uscare. Modelele experimentale sub formă de disc sau bare s-au sinterizat prin presare izostatică la cald și în atmosferă controlată de Ar, la temperatura de $1600^\circ C$, într-un cuptor tip Heraeus (Fig.1, Fig.2).

Presarea izostatică la cald este o metodă de fasonare și sinterizare concomitentă a pulberilor ceramice. Acest procedeu prezintă avantajul că permite realizarea într-o singură etapă atât a presării, cât și a sinterizării, conducând la economii importante de energie prin reducerea pașilor tehnologici. De asemenea, tehnologia permite realizarea unor produse cu textură granulară fină, presiunea aplicată pulberii simultan cu creșterea de temperatură determinând inhibarea creșterii granulelor, ceea ce conduce la obținerea unei structuri mai compacte.

În baza rezultatelor obținute prin caracterizarea complexă a modelelor experimentale realizate, au fost selectate compoziții optime de material și, în

cadru proiectului PN 09350103/2009, s-au continuat experimentările de obținere a unor materiale compozite ceramice pe bază de Si_3N_4/SiC cu adaosuri de sinterizare de tipul Al_2O_3 , Y_2O_3 în vederea realizării de plăci de protecție balistică. Infrastructură modernă deținută de ICPE-CA pentru procesarea și caracterizarea materialelor a permis experimentări pentru obținerea unor noi materiale prin metode neconvenționale, rapide, cum este sinterizarea în plasmă (SPS).

Avantaje

Tehnologia de sinterizare în plasmă s-a dovedit a fi eficientă în sinterizarea de materiale noi, dificil sau imposibil de sinterizat prin tehnici obișnuite. Probele sinterizate prin tehnica SPS au fost tratate termic la temperaturi cuprinse între 1600° și $1800^\circ C$ (Fig.3).

Există o serie de diferențe între procedeul de sinterizare a pulberilor prin metodele convenționale și procedeul de sinterizare în plasmă de scânteie care generează multiple avantaje ale acestui procedeu: viteza mare cu care se realizează sinterizarea materialelor, controlul precis al energiei, temperaturi ridicate de sinterizare, reproductibilitatea ridicată, siguranța și fiabilitatea procesului. Densificarea pulberii prin tehnica SPS are loc prin utilizarea unui curent continuu pulsant care trece prin matrița conductoare electric și suportul probei, astfel încât efectul Joule are loc aproape instantaneu, promovând sinterizarea rapidă a pulberilor. SPS permite scurtarea timpului de sinterizare a Si_3N_4 de ore la minute, cu intensificarea transformărilor de fază și creșterea procesului de densificare, ceea ce conduce la îmbunătățirea proprietăților mecanice.

Compoziția mineralogică a celor două materiale, determinată prin difracție de



Fig. 3 Instalație de sinterizare în plasmă de scânteie (SPS)

raze X, a arătat că transformarea fazei $\alpha-Si_3N_4$ în $\beta-Si_3N_4$ începe de la $1600^\circ C$ și este în procent de peste 50% masice, ajungând la peste 77% masice la $1800^\circ C$, iar SiC rămâne ca fază secundară.

Microstructura materialului determină proprietățile fizice și balistice deoarece aceasta influențează mecanismele de propagare a fisurilor; prezența granulelor mici în microstructura materialului duce la creșterea densificării în timpul sinterizării prin reducerea porozității (Fig.4), contribuind la îmbunătățirea proprietăților mecanice, un factor important pentru plăcile de blindaj.

Abordarea tehnologiei de sinterizare prin SPS a permis obținerea unor materiale compozite performante, cu densitatea relativă de peste 93% din cea teoretică (Fig. 5).

Caracterizarea din punct de vedere mecanic a modelelor experimentale realizate a demonstrat obținerea unor materiale compozite cu proprietăți mecanice ridicate (Fig. 6), ce prezintă rezistență la încovoiere

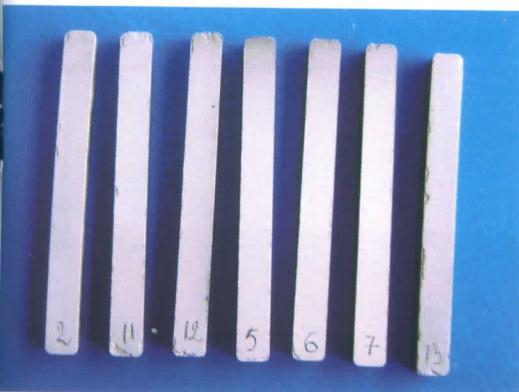


Fig. 2 Modelele experimentale sinterizate la temperatură de $1600^\circ C$ în cuptor electric în flux de argon

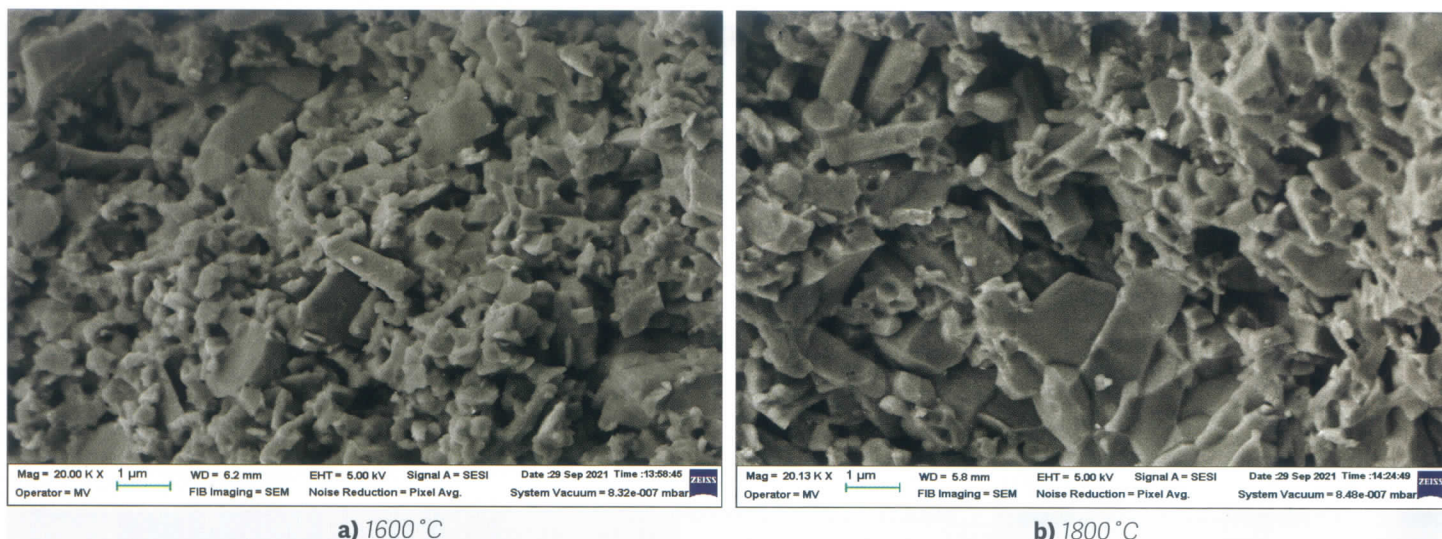


Fig. 4 Imagini de microscopie electronică (SEM) pentru probe sinterizate la temperatură prin tehnica SPS

cu valori între 331-600 MPa, modulul lui Young cu valori între 292-544 GPa, duritatea Vickers cu valori între 15,7-19,9 GPa.

Prin urmare, prin controlul și corelarea optimă a parametrilor de proces prin tehnica SPS s-au obținut compozite ceramice cu proprietăți mecanice pretabile utilizării în domeniul balistic.

Posibili beneficiari

Experiența colectivului din Laboratorul Materiale Ceramice din cadrul ICPE-CA a permis realizarea de materiale ceramice compozite prin tehnologii avansate ce pot fi de interes pentru mediul economic și, în special, pentru industria de echipamente militare.

Dintre posibili beneficiari ai cercetărilor și produselor dezvoltate de institut se numără întreprinderi sau instituții precum BlueSpace Technology, INCAS, unități militare etc. Realizarea de conexiuni cu mediul economic creează premise pentru creșterea productivității și dezvoltării unor produse de importanță majoră în domeniul militar.

Direcții pentru viitor

Rezultatele promițătoare obținute generează oportunități pentru continuarea cercetării materialelor ceramice neoxidice, susținută de o infrastructură adecvată și performantă. ICPE-CA poate dezvolta parteneriate noi cu instituții de cercetare sau cu mediul economic, pentru realizarea de noi produse cu impact tehnologic destinate ingineriei electrice, ingineriei mecanice, aplicațiilor militare etc.

Recunoaștere națională/ internațională

Expertiza științifică și tehnologică deținută plasează ICPE-CA într-o poziție excelentă pentru a se menține la un nivel de competitivitate ridicat și pentru a putea valorifica optim oportunitățile ivite. Coroborarea tuturor acestor avantaje oferă un suport excelent pentru realizarea progreselor științifice și tehnologice urmărite, transformând ICPE-CA într-un institut puternic, bine poziționat în elita cercetării românești, dar și pe plan internațional.

Prin strategia și direcțiile de cerceta-

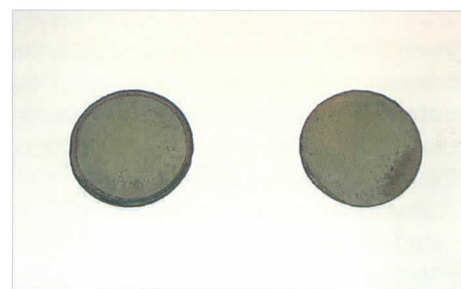


Fig. 5 Modele experimentale de plăcuțe ceramice $\Phi=40\text{mm}$, sinterizate la 1800 °C prin tehnica SPS

re dezvoltate și implementate în cadrul ICPE-CA s-a pus accent pe conceptul de dezvoltare sustenabilă, specifică domeniului nostru de activitate, pe satisfacerea nevoilor economice, ecologice și sociale ale prezentului, cu potențarea șanselor de dezvoltare ale generațiilor viitoare.

Rezultatele științifice obținute s-au materializat prin publicarea de lucrări științifice în reviste de specialitate, participarea la manifestări științifice și prin acordarea de către OSIM a brevetului Nr. 128196 prin Hotărârea nr. 4/57 din 28.02.2017.

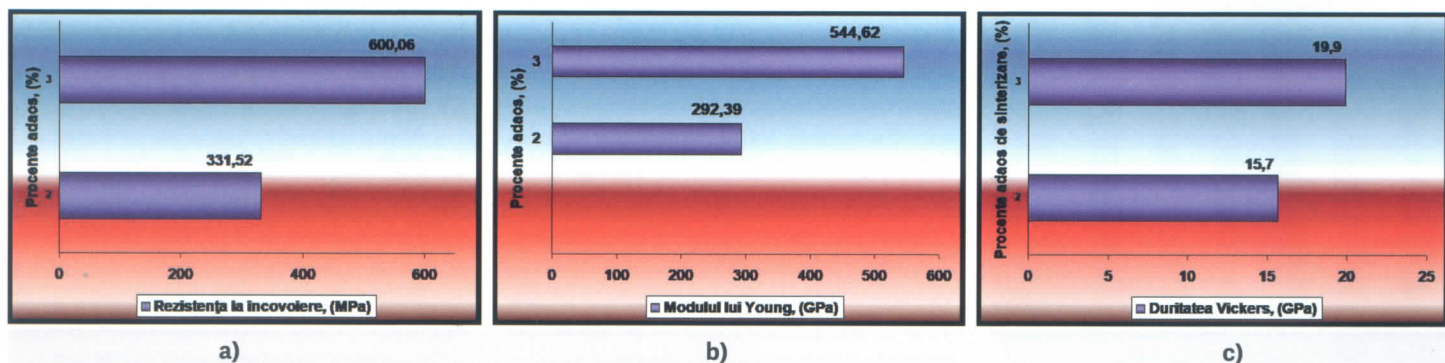


Fig. 6 Influența adaosurilor de sinterizare asupra caracteristicilor mecanice: (a) rezistența la încovoiere; (b) modul Young și (c) microduritate Vickers