

ТЕПЛОВОЙ КОНТРОЛЬ КОРУНДОВЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ ПЛАСТИН

© 2023 г. С.Е. Черных^{1,*}, В.Н. Костин^{1,**}, Ю.И. Комоликов^{1,***}

*¹Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
Россия 620108 Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18
E-mail: *suo@mail.ru; **kostin@imp.uran.ru; ***yikom@yandex.ru*

Поступила в редакцию 13.07.2023; после доработки 21.07.2023
Принята к публикации 25.07.2023

Проведен обзор способов производства корундовой керамики с заданными характеристиками и указаны возможные причины появления скрытых дефектов. Методом шликерного литья получены образцы керамики для исследований и определены их физические свойства. Методом активного теплового неразрушающего контроля исследована возможность диагностики целостности пластин из корундовой керамики. Применены различные схемы контроля и источники тепловой стимуляции исследуемых образцов. В качестве эталонного метода использован рентгенографический контроль, подтвердивший характеристики обнаруженного тепловым методом дефекта в контрольном образце.

Ключевые слова: керамика, композит, дефектоскопия, термография, тепловой контроль.

THERMAL TESTING OF CORUNDUM CERAMIC PLATES

© 2023 г. S.E. Chernykh^{1,*}, V.N. Kostin^{1,**}, Yu.I. Komolikov^{1,***}

*¹M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences,
Sof'i Kovalevskoy str., 18, Yekaterinburg 620108 Russia,
E-mail: *suo@mail.ru; **kostin@imp.uran.ru; ***yikom@yandex.ru*

A review of the methods of production of corundum ceramics with specified characteristics is carried out and possible causes of hidden defects are indicated. Ceramic samples for research were obtained by the method of slip casting and their physical properties were determined. The possibility of diagnosing the integrity of corundum ceramic plates was investigated by the method of active thermal non-destructive testing. Various testing schemes and sources of thermal stimulation of the studied samples were applied. As a reference method, X-ray inspection was used, which confirmed the characteristics of the defect detected by the thermal method in the control sample.

Keywords: ceramics, composite, flaw detection, thermography, thermal testing.

DOI: 10.31857/S0130308223090051, EDN: ECBBIK

ВВЕДЕНИЕ

Изделия из керамики востребованы и находят широкое применение в различных областях науки, техники и технологии. Очень часто керамические изделия незаменимы для работы в экстремальных условиях. Примером могут быть электронные ускорители, состоящие из двух секций: в первой из которых происходит ускорение электронов и в ней создается высокий вакуум, а во второй находится мощный источник электромагнитной энергии сверхвысокой частоты (СВЧ). Необходимая для ускорения электронов СВЧ мощность (десятки МВт) из второй секции в первую поступает через керамическое окно, разделяющее обе секции. В этом случае керамика окна должна обладать вакуумной, механической и электрической прочностью, выдерживать термические удары и в минимальной степени поглощать проходящее через нее СВЧ излучение. Неоднородность структуры, присутствие пор, раковин и трещин, скопления примесных дефектов в такой керамике приводит к тяжелым авариям. Обнаружение таких дефектов методами неразрушающего контроля является актуальной научно-технической задачей.

Современное производство функциональной керамики и керамических композитов основано на применении непластичных кристаллических искусственных материалов в виде тонкодисперсных порошков оксидов, нитридов и карбидов [1, 2]. В смеси с водой эти порошки не проявляют пластичных свойств и пользуясь традиционным методом пластичного формования из них нельзя изготовить готовое изделие. Для производства изделий из непластичных кристаллических материалов разработаны особые методы формования. Основными из них являются литье из водных суспензий в пористые формы; литье горячих шликеров под давлением; экструзия пластифицированных масс; прессование порошкообразных масс в различных вариантах; прессование при высо-

ких температурах (горячее прессование); пленочное литье [1, 3]. Выбор того или иного метода зависит главным образом от формы, требуемой точности размеров изделий, их свойств, а также масштаба производства. Для изготовления конкретного изделия наиболее рационален и экономичен будет какой-либо один метод из вышеперечисленных.

Усложнение технологических процессов увеличивает потребность в материалах для защиты оборудования и технических средств от ударного, абразивного и механического разрушения. И одним из перспективных направлений защиты от таких воздействий является использование керамических материалов, которые обладают комплексом уникальных свойств: низкой плотностью, высокой твердостью и достаточной прочностью, высоким модулем упругости [4]. Среди широкого спектра керамических материалов наибольшее применение находят керамики на основе оксида алюминия. Популярность алюмооксидной керамики обеспечивается такими функциональными характеристиками, как огнеупорность, твердость, прочность, биоинертность, износостойкость и химическая стойкость, устойчивость к ударным нагрузкам и радиационному воздействию. Кроме того, если рассматривать техникоэкономические показатели различных керамических материалов по соотношению «цена—качество», то у керамики на основе Al_2O_3 они являются оптимальными. Этим обусловлен значительный объем применения этой керамики [5, 6]. Изделия из корундовой керамики востребованы в различных отраслях: металлургии, станкостроении, аэрокосмической, электротехнической, оборонной, автомобильной, химической, медицинской, атомной энергетике и др. [5—8]. Применение корундовой керамики играет важную роль в развитии высокотехнологичных областей современной техники.

Керамика на основе Al_2O_3 достаточно хорошо изучена. Плотность алюмооксидной керамики изменяется в диапазоне 3,75—3,95 г/см³, механическая прочность на изгиб в диапазоне 300—600 МПа, предел прочности при сжатии находится в диапазоне 2000—4000 МПа, твердость 16—21 ГПа. Керамика на основе Al_2O_3 имеет сравнительно малую теплопроводность. При комнатной температуре коэффициент теплопроводности находится в диапазоне 20—30 Вт/(м·К). Алюмооксидная керамика характеризуется высоким электрическим сопротивлением, изменяющимся при комнатной температуре в пределах $1 \cdot 10^{14}$ — $1 \cdot 10^{15}$ Ом·см. Температура плавления Al_2O_3 составляет 2097 °С. Керамика на основе Al_2O_3 , обладая высокой химической устойчивостью к коррозии и механическому износу, имеет высокий предел рабочей температуры, который может изменяться в зависимости от величины механической нагрузки в диапазоне 1000—1500 °С [5, 7]. Благодаря сравнительно малой стоимости, широкой доступности и высоким диэлектрическим свойствам изделия из алюмооксидной керамики широко используются в гражданских видах продукции, а также в радиоэлектронной промышленности в качестве диэлектрических подложек для СВЧ-транзисторов и микросхем средней мощности. В последнее время керамика на основе Al_2O_3 нашла применение в качестве ударостойкого элемента в композиционной броне, используемой для защиты личного состава и военной техники от средств поражения [9]. Процесс производства этого вида керамики и обеспечение свойств получаемой продукции требует особого контроля.

При получении функциональной корундовой керамики основными считаются следующие два способа формования: холодное статическое прессование с одно- или двухсторонним приложением давления и шликерное литье [4—6]. В более широком смысле термин «шликер» следует понимать как «литейная керамическая композиция», которая предназначена для формования керамических заготовок из порошков суспензированных в жидкости (шликеров).

Метод шликерного литья позволяет получать наиболее плотные заготовки в сравнении с холодным статическим прессованием [3, 4]. Основными способами шликерного литья являются: литье из водных шликеров, литье термопластичных шликеров и горячее литье под давлением.

При формовании методом литья из водных суспензий шликер заливают в пористую, чаще всего гипсовую форму. Вода из шликера под действием капиллярных сил проникает в поры формы, а твердые частицы остаются внутри формы, таким образом, происходит набирание тела заготовки. После набора массы до требуемой толщины избыток шликера удаляют, заготовку извлекают из формы, сушат и обжигают [5, 6]. Пригодный для литья шликер должен характеризоваться небольшими напряжениями сдвига и незначительной вязкостью и не содержать растворенных газов. Поэтому шликер перед литьем вакуумируют и добавляют в него антивспениватель. Если эта процедура выполнена некачественно, то могут образоваться такие внутренние дефекты, как закрытые поры и раковины, которые часто остаются визуально незаметными, однако их наличие приводит к серьезным нарушениям работы оборудования и впоследствии может стать причиной аварий [8, 9]. Поэтому к применяемым керамическим изделиям предъявляют высокие требования по контролю однородности структуры, отсутствию пор, раковин и трещин.

Основными методами неразрушающего контроля керамики являются: контроль проникающими веществами, ультразвуковой контроль, рентгенография, инфракрасная термография, акустическая эмиссия, лазерная ультразвуковая диагностика, машинное зрение и др. [10]. Хотя к настоящему времени высокопроизводительная инфракрасная термография неметаллов получила достаточно интенсивное развитие [11], тем не менее работ по тепловому контролю изделий из корундовой керамики практически нет.

Целью настоящего исследования являлось изучение возможности обнаружения внутренних дефектов в керамических пластинах с использованием методик теплового контроля [12]. В данной работе представлены результаты исследования готовых изделий из корундовой керамики различными способами активного теплового контроля [13].

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Плитки размером $50 \times 50 \times 9$ мм для проведения исследований были приготовлены методом шликерного литья. Для производства литейного шликера порошок Al_2O_3 , содержащий 4 масс. % эвтектической добавки $\text{MgO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$, подвергали помолу в корундовой мельнице с шарами из диоксида циркония в течение 15 ч в весовом соотношении материал/вода/шары 1/1,5/3 соответственно. После помола суспензию оставляли отстаиваться на 48 ч. Затем сливали избыточный водный раствор так, чтобы концентрация твердой фазы в шликере составляла 50–60 масс. %. Истинную концентрацию твердой фазы определяли после сушки шликера при температуре 450°C . Приготовленный шликер заливали в гипсовые формы и получали заготовки пластин и образцов-свидетелей размером $7 \times 7 \times 35$ мм. Сформованные образцы и пластины сушили, затем спекали на воздухе при температуре 1550°C , выдержка при максимальной температуре составляла 120 мин.

Спеченные образцы-свидетели после обжига подвергли исследованиям механических свойств. Предел прочности на изгиб определяли на установке «Instron-1185». Значения микротвердости измеряли на установке «Nanotest 600» с использованием алмазной пирамидки Виккерса. Для обработки результатов измерений использовали показатель среднего арифметического из 5 измерений.

Плотность обожженных керамических образцов определяли методом гидростатического взвешивания в спирте на весах «Shumadzu AUW-220 D», оснащенных специальной приставкой. Теплопроводность спеченной корундовой керамики определяли методом лазерной вспышки на приборе LFA 457 MicroFlash фирмы NETZSCH, Германия.

После обжига все плитки имели высокую плотность от 3,78 до $3,91 \text{ г/см}^3$, твердость 16–19 ГПа, прочность на изгиб 280–300 МПа и коэффициент теплопроводности $25 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$. Свойства пластин приведены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства образцов для испытаний

Свойства	Образец № 1	Образец № 2	Образец № 3
Плотность, г/см^3	3,78	3,91	3,89
Модуль упругости, ГПа	340	350	345
Твердость, HV	16	18	16
Прочность при изгибе, МПа	280	300	290
Вязкость разрушения, $\text{МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$	4,2	4,4	4,0

Строение спеченных плиток характеризовалось мелкозернистой равномерной структурой с размером зерен в пределах 1–5 мкм (рис. 1).

Для проведения теплового контроля были выбраны три пластины — одна дефектная и две бездефектных (рис. 2). Дефект в образце № 1 представлял собой внутреннюю воздушную полость высотой около 3 мм с остаточной толщиной стенки примерно по 3 мм с обеих поверхностей образца, занимающую около 30 % площади пластины.

Термографирование образцов проводили при различных способах тепловой стимуляции [14]. В первой части испытаний при одностороннем и двустороннем тепловом контроле в качестве источника тепловой стимуляции применяли поток горячего воздуха, создаваемый феном [15].

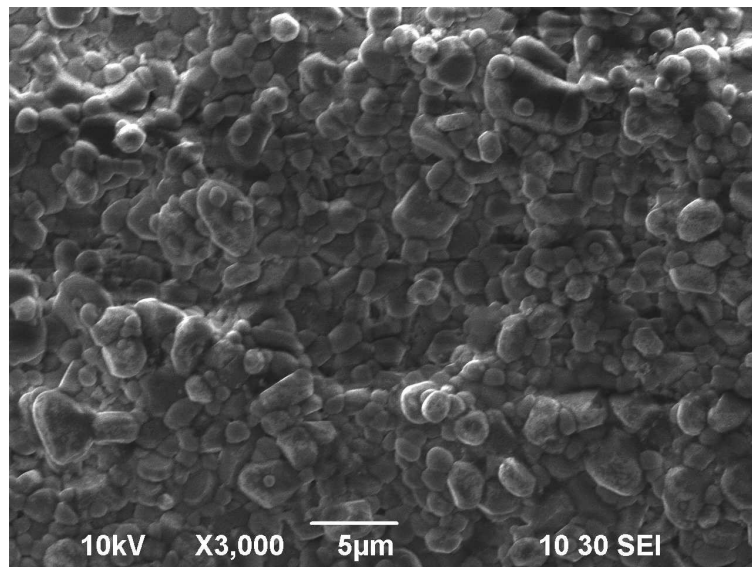


Рис. 1. Характерная микроструктура плиток (поверхность излома образца-свидетеля).

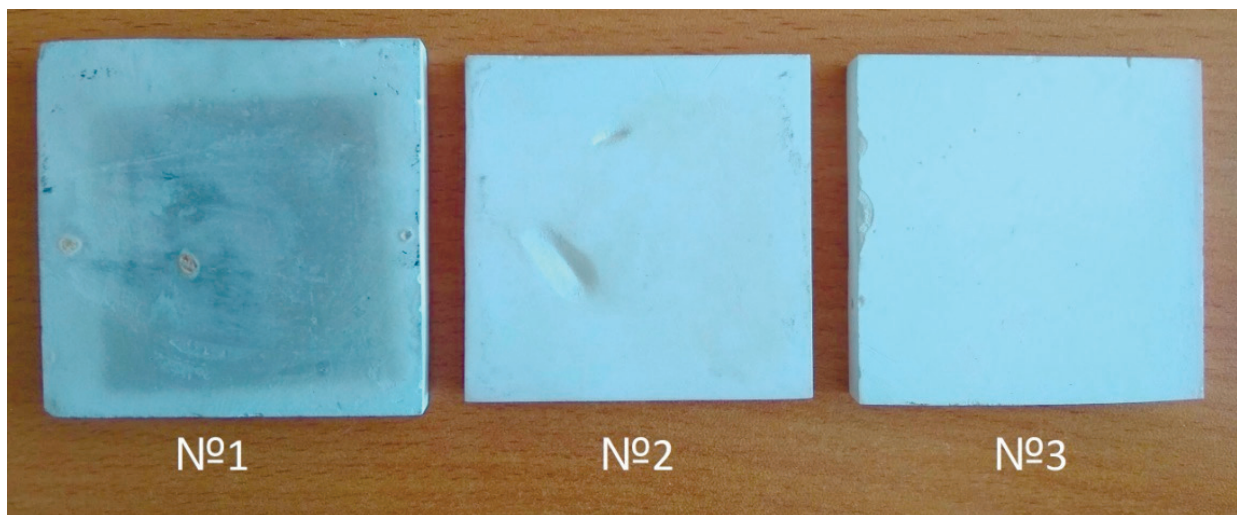


Рис. 2. Внешний вид образцов для теплового контроля.

Во второй части испытаний для тепловой стимуляции керамических образцов применяли соленоид с переменным магнитным полем, в который помещали металлическую пластину, обеспечивая, таким образом, двусторонний тепловой контроль (рис. 3).

Распределение тепловых полей на наружной поверхности образцов фиксировали с помощью инфракрасной камеры NEC TH7800 компании NEC, Япония. Основные характеристики прибора: формат термограмм 320×240, пространственное разрешение 1,5 мрад, температурная чувствительность 50 мК при 30 °С, спектральный диапазон 8—14 мкм. Были выбраны как оптимальные углы и расстояния съемки, так и оптимальные временные промежутки тепловой стимуляции образцов [16].

На заключительном этапе исследований для подтверждения результатов теплового контроля с помощью рентгеновского аппарата «РПД-200С» были получены снимки образцов № 1 (с дефектом) и № 2 (без дефекта). Рентгеновское изображение оптимального качества было получено при режиме: напряжение — 70 кВ, ток — 3 мА, время экспозиции — 50 с.

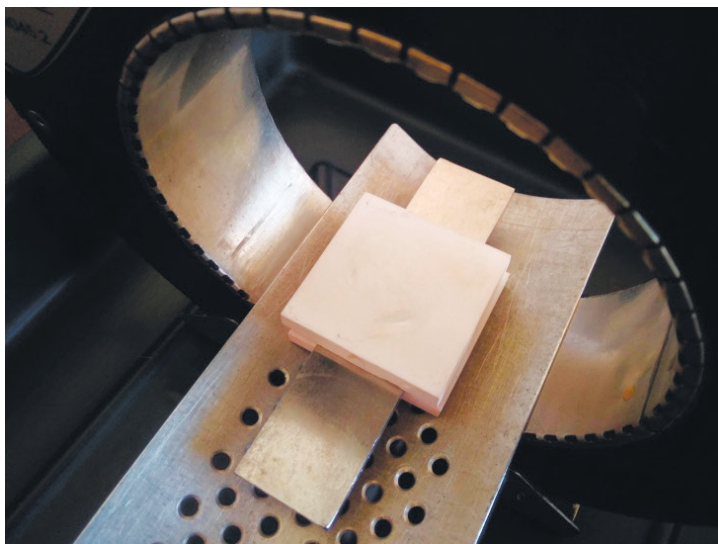


Рис. 3. Внешний вид соленоида и керамического образца на металлической пластине (130×30×5 мм, 30ХГСА).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 4—9 представлены термограммы исследуемых образцов, полученные активным тепловым методом с использованием одностороннего и двустороннего способов контроля.

На рис. 4 наблюдается инфракрасное изображение образцов до тепловых испытаний. Образцы имеют радиационную температуру, близкую к температуре окружающего воздуха, при этом незначительная видимая разница температур обусловлена различным коэффициентом излучения поверхностей пластин, а также наличием отраженного излучения среды.

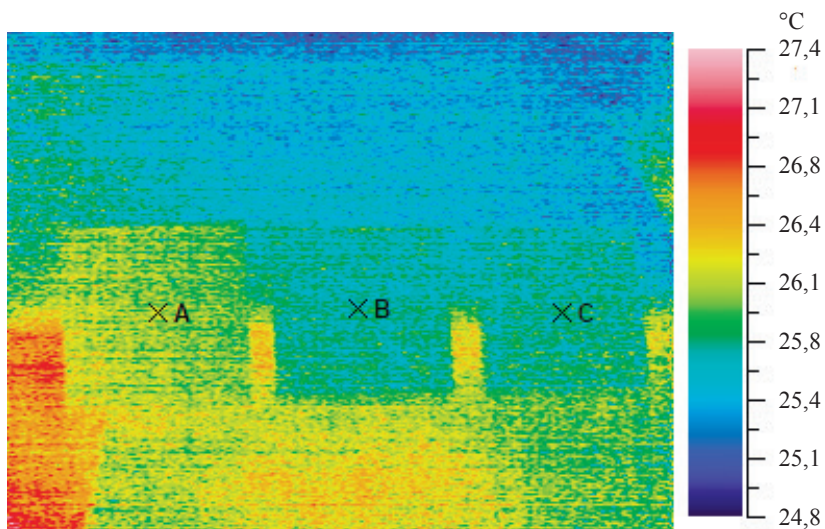


Рис. 4. Образцы до теплового воздействия ($T_A = 26,2$ °C; $T_B = 25,8$ °C; $T_C = 25,8$ °C).

Термограмма на рис. 5 получена через 30 с после воздействия потока горячего воздуха на лицевую поверхность образца. В левой части образца (т. В) отчетливо видна область повышенной (красный цвет) температуры, характеризующейся сигналом $\Delta T \approx 1,3$ °C, что соответствует проекции расположения внутренней несплошности. Повышение температуры в этой области произошло вследствие малой теплопроводности воздуха (0,03 Вт/(м·К)) в полости по сравнению с керамикой (25 Вт/(м·К)), что приводит к накоплению тепловой энергии перед дефектом.

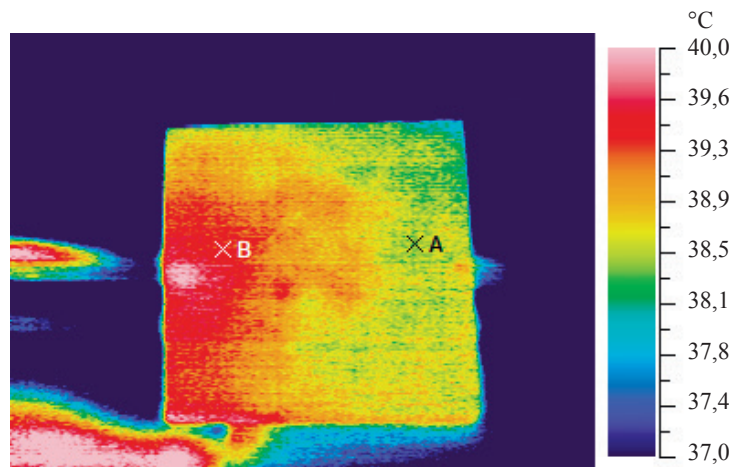


Рис. 5. Образец № 1 с внутренним дефектом в виде воздушной полости при одностороннем тепловом контроле ($T_A = 38,2$ °C; $T_B = 39,5$ °C; время нагрева — 30 с; время регистрации — непосредственно после окончания нагрева).

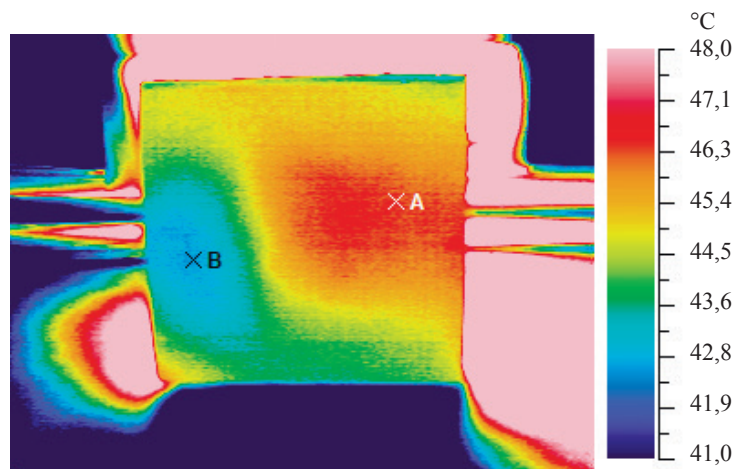


Рис. 6. Образец № 1 с внутренним дефектом в виде воздушной полости при двустороннем тепловом контроле ($T_A = 46,4$ °C; $T_B = 42,5$ °C; время нагрева — 1 мин; время регистрации — непосредственно после окончания нагрева).

Термограмма на рис. 6 получена через 1 мин после воздействия потока горячего воздуха на обратную поверхность образца. В левой части образца видна область пониженной (синий цвет) температуры (т. В), характеризующаяся сигналом $\Delta T \approx 4,0$ °C и соответствующая проекции дефекта.

Для сравнения на рис. 7 представлена термограмма бездефектного образца № 3. Поверхность образца имеет относительно равномерное температурное поле.

На рис. 8 представлена термограмма образца № 2, полученная путем нагрева его задней поверхности с помощью металлической пластины, помещенной в переменное магнитное поле соленоида (50 Гц, 25000 А/м). Время работы установки ≈ 30 с. Вдоль проекции металлической пластины видна полоса нагрева керамики с $\Delta T \approx 1,3$ °C (разница температур в точках А и В). В т. С на термограмме просматривается тепловая аномалия от видимого поверхностного артефакта типа незначительного углубления (до 15 % толщины образца).

При помещении в соленоид на металлическую пластину дефектного образца № 1 получена термограмма, представленная на рис. 9. Время работы установки ≈ 1 мин. В зоне т. В на термограмме просматривается проекция дефекта, соответствующая внутренней несплошности – зона пониженной температуры $\Delta T \approx 2,0$ °C. Область проекции внутреннего дефекта имеет пониженную температуру (синий цвет) вследствие того, что тепловой поток источника нагрева не достигает контролируемой поверхности вследствие низкой теплопроводности воздуха в дефекте.

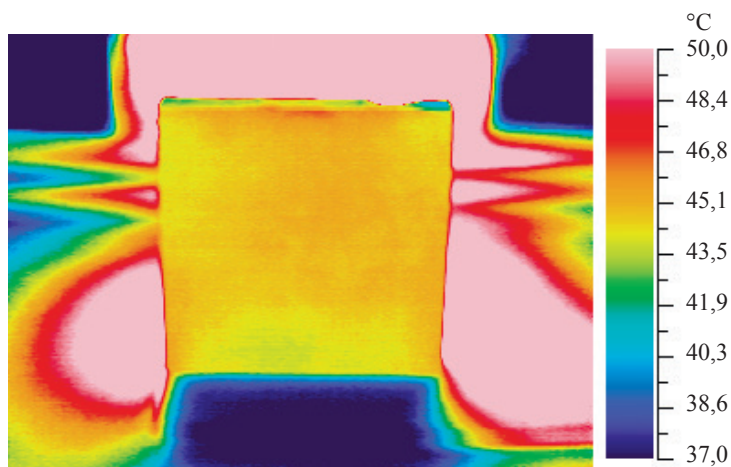


Рис. 7. Образец № 3 без дефектов при двустороннем тепловом контроле.

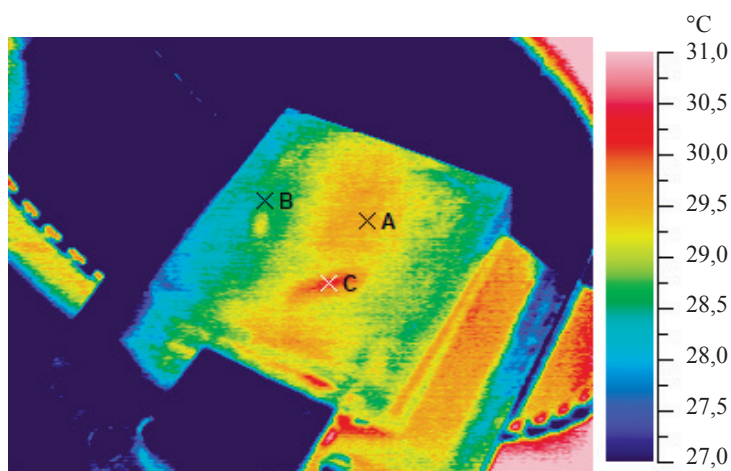


Рис. 8. Образец № 2 при расположении на металлической пластине, находящейся в переменном магнитном поле соленоида ($T_A = 29,6$ °C; $T_B = 28,3$ °C; $T_C = 30,2$ °C; время нагрева — 30 с; время регистрации — непосредственно после окончания нагрева).

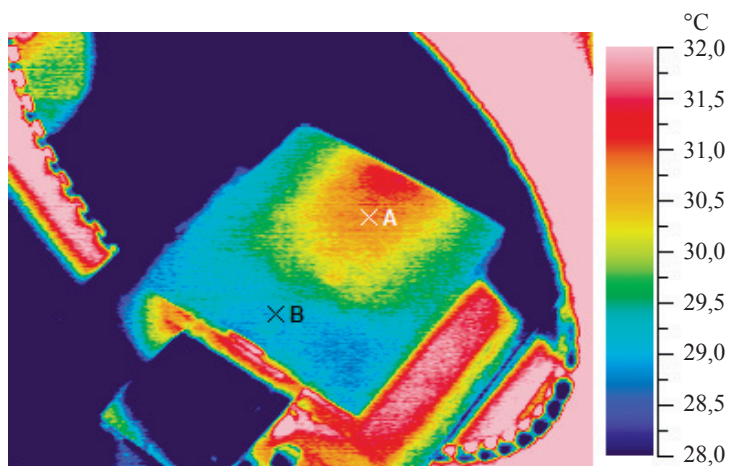


Рис. 9. Образец № 1 с внутренним дефектом в виде воздушной полости при расположении на металлической пластине, находящейся в переменном магнитном поле соленоида ($T_A = 31,0$ °C; $T_B = 29,0$ °C; время нагрева — 1 мин; время регистрации — непосредственно после окончания нагрева).

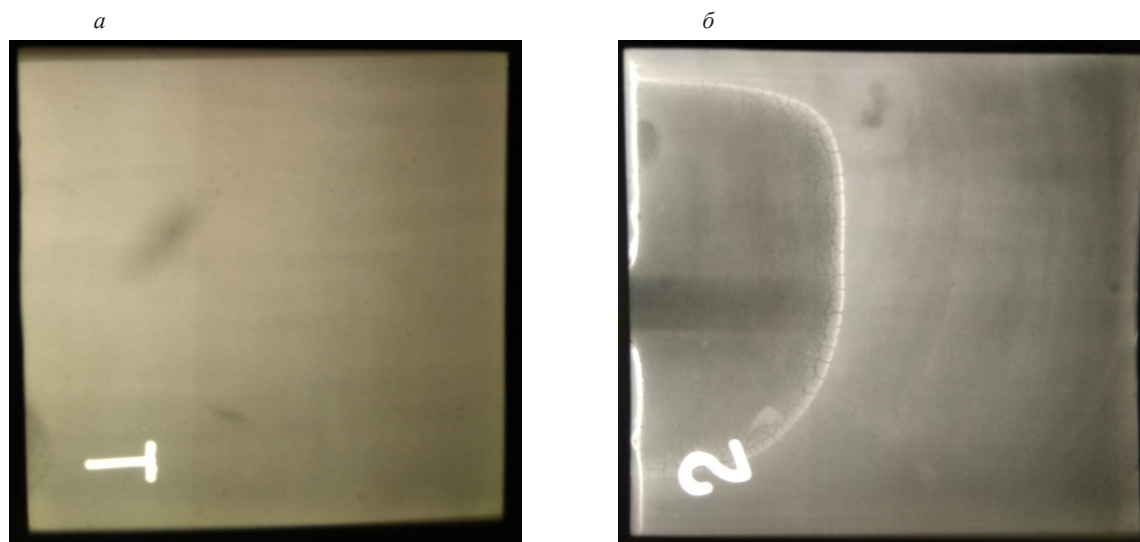


Рис. 10. Рентгеновские снимки керамических образцов: образец № 2 (а); образец № 1 (б).

При анализе рентгеновского снимка образца № 1 с дефектом отчетливо видна проекция воздушной полости в левой части снимка (рис. 10б). Недостаток материала по толщине в полости составляет при этом около 3 мм. Расположение, размер и форма дефекта соответствуют характеристикам тепловых аномалий, полученных по термограммам при различных способах теплового контроля (см. рис. 5, рис. 6 и рис. 9). Резкую границу в виде светлой линии между бездефектным материалом и воздушной полостью, вероятно, можно объяснить выпадением по этой границе более рентгеноконтрастной фазы из исходного водного раствора при затвердевании.

В левой верхней части снимка образца № 2 (рис. 10а) виден артефакт темного цвета, соответствующий поверхностному углублению в образце, т.е. утонению на 15 %. Этот участок также соответствует тепловой аномалии в т. С на рис. 8, что говорит о возможности применения теплового контроля для обнаружения поверхностных дефектов в керамике.

Исследований керамических пластин целесообразно продолжить с помощью процедур одно- и двустороннего теплового контроля при различных источниках тепловой стимуляции [17].

ВЫВОДЫ

Установлено, что как при одностороннем, так и при двустороннем тепловом контроле, при использовании в качестве тепловой стимуляции потока горячего воздуха в керамических пластинах возможно обнаружение внутренних дефектов типа воздушной полости. Для контроля таких дефектов возможно также использовать двухсторонний тепловой контроль с применением в качестве источника тепловой стимуляции металлической пластины, находящейся в зоне действия соленоида с переменным магнитным полем.

Результаты исследований показывают, что активный тепловой метод неразрушающего контроля может быть использован для диагностики целостности пластин из корундовой керамики и обнаружения внутренних несплошностей, которые могут возникать в процессе производства. Предложенный подход может рассматриваться как более технологичная и безопасная альтернатива, например, рентгеновскому контролю при массовом производстве ответственных изделий из корундовой керамики.

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Диагностика», № 122021000030-1).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Carter C.B., Norton M.G.* Ceramic materials: science and engineering. New York: Springer, 2007. 716 p.
2. *Basu B., Balani K.* Advanced Structural Ceramics. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2011. 512 p.
3. *Okada A.* Ceramic technologies for automotive industry: current status and perspectives // *Mater. Sci. Eng. B.* 2009. V. 161. P. 182—187.

4. Лукин Е. С., Макаров Н.А., Козлов А.И., Попова Н.А., Ануфриева Е.В., Вартамян М.А., Козлов И.А., Сафина М.Н., Лемешев Д.О., Горелик Е.И. Оксидная керамика нового поколения и области ее применения // *Стекло и керамика*. 2008. № 10. С. 27—31.
5. Aluminum oxide. Production, properties, applications / Translation: Horst H. Pohland. Ludwig Auer: Donaueschingen, 1999. 70 p.
6. Кайнарский И.С., Дегтярева Э.В., Орлова И.Г. Корундовые огнеупоры и керамика. М.: Металлургия, 1981. 267 с.
7. Sequeira S., Fernandes M.H., Neves N., Almeida M.M. Development and characterization of zirconia-alumina composites for orthopedic implants // *Ceram. Int.* 2017. V. 43. P. 693—703.
8. Жолудев Д.С., Григорьев С.С., Панфилов П.Е., Зайцев Д.В. Обоснование использования керамики на основе оксида алюминия с помощью изучения ее механических свойств // *Современные проблемы науки и образования*. 2014. № 3. С. 520.
9. Garshin A.P., Kulik V.I., Nilov A.S. Shock-resistant materials based on commercial grade ceramic: achievements and prospects for improving their ballistic efficiency // *Refract. Ind. Ceram.* 2016. V. 57. No. 2. P. 207—219.
10. Zhike Z. Review of non-destructive testing methods for defect detection of ceramics // *Ceramics International*. 2021. V. 47. No. 4. P. 4389—4397.
11. Вавилов В.П. Тепловой неразрушающий контроль: развитие традиционных направлений и новые тенденции (обзор) // *Дефектоскопия*. 2023. № 6. С. 38—58.
12. Вавилов В.П. Неразрушающий контроль / Справочник. В 7 т. Т. 5. В 2 кн. Кн. 1. Под общ. ред. В. В. Клюева. М.: Машиностроение, 2004. 418 с.
13. Vavilov V.P. Thermal nondestructive testing of materials and products: a review // *Russ. J. Nondestruct. Test.* 2017. V. 53. No. 10. P. 707—730.
14. Вавилов В.П., Чулков А.О., Дерусова Д.А., Пань Я. Новые идеи в активном тепловом контроле // *В мире неразрушающего контроля*. 2016. № 1. С. 5—7.
15. Вандельт М., Креггер Т., Йоханнес М. Активная термография — эффективный метод неразрушающего контроля крупногабаритных изделий из композиционных материалов // *В мире неразрушающего контроля*. 2016. № 1. С. 8—12.
16. Silva A.R., Vaz M., Leite S.R., Mendes J. Analyzing the Influence of Thermal NDT Parameters on Test Performance // *Russ. J. Nondestruct. Test.* 2021. V. 57. P. 727—737.
17. Chulkov A.O., Vavilov V.P., Kladov D.Y., Yurkina V.A. Thermal Nondestructive Testing of Composite and Metal Parts Manufactured by Additive Technologies // *Russ. J. Nondestruct. Test.* 2022. V. 58. P. 1035—1040.