

УДК 536.421.5

DOI: 10.32326/1814-9146-2023-85-1-14-25

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗМЕРА ЗЕРНА  
НА ДИНАМИЧЕСКУЮ ПРОЧНОСТЬ МЕЛКОЗЕРНИСТОГО  
ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ  
ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ\***

© 2023 г. **Мелехин Н.В., Болдин М.С., Филиппов А.Р.,  
Попов А.А., Нохрин А.В.**

*Национальный исследовательский Нижегородский государственный  
университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Российская Федерация*

*boldin@nifti.unn.ru*

*Поступила в редакцию 17.03.2022*

Представлены результаты испытаний на динамическую прочность керамических образцов оксида алюминия с различным размером зерна. Керамики получены методом электроимпульсного плазменного спекания промышленных субмикронных и микронных порошков  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Нагрев проводили со скоростью 10 °С/мин. Керамики имели высокую относительную плотность (более 98%), однородную мелкозернистую микроструктуру, средний размер зерна составлял 0,8–13,4 мкм. Размер зерна керамики варьировали за счет изменения температуры спекания и скорости нагрева, а также за счет изменения начального размера частиц порошка  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Динамические испытания на сжатие проводили по модифицированному методу Кольского с использованием разрезного стержня Гопкинсона. Испытания проводились с помощью газовой пушки ПГ-20 калибром 20 мм при комнатной температуре со скоростью деформации  $\sim 10^3$  с<sup>-1</sup>. Установлено, что зависимость динамического предела прочности оксида алюминия от размера зерна имеет немонотонный характер с максимумом. Максимальная величина динамического предела прочности на сжатие ( $\sigma_y = 1060$  МПа) обеспечивается при среднем размере зерна  $\sim 2,9$ –3 мкм. Показано, что снижение  $\sigma_y$  оксида алюминия в области субмикронных размеров зерен обусловлено снижением относительной плотности керамики, спеченной при более низких температурах электроимпульсного плазменного спекания. Высказано предположение, что уменьшение  $\sigma_y$  керамики в области микронных размеров зерен обусловлено формированием внутренних микронапряжений вблизи границ зерен. Установлено, что с увеличением размера зерна твердость  $H_V$  оксида алюминия уменьшается, а минимальный коэффициент трещиностойкости по Палмквисту  $K_{IC}$  повышается. Полученные результаты демонстрируют отсутствие необходимости обеспечивать формирование наноструктуры в керамиках для обеспечения высоких характеристик их динамической прочности.

*Ключевые слова:* оксид алюминия, микроструктура, динамическая прочность, твердость, трещиностойкость, электроимпульсное плазменное спекание.

---

\* Выполнено при поддержке РФФ (грант №20-73-10113).

## Введение

Оксид алюминия является одним из наиболее распространенных керамических материалов, широко применяемых в общем и специальном машиностроении, энергетике [1–3]. Его широкое применение обусловлено хорошим сочетанием твердости, трещиностойкости, высокой температуры плавления и низкой цены.

Одной из ключевых проблем, стоящих на пути расширения областей применения керамик на основе  $Al_2O_3$ , является их низкая динамическая прочность [2, 4–6]. Это существенно ограничивает возможность применения керамик  $Al_2O_3$  в изделиях, подвергающихся в процессе эксплуатации различным ударным нагрузкам.

Перспективным способом повышения механических свойств оксида алюминия является формирование в керамике однородной мелкозернистой (МЗ) микроструктуры [1, 3, 4, 7, 8]. Некоторыми исследователями для достижения максимально высоких механических свойств ставится задача формирования в керамике структуры с предельно малым размером зерна [7, 8]. Также в настоящее время активно исследуется динамическая прочность нано- и мелкозернистых керамик на основе оксида алюминия [5, 6], но в литературе отсутствуют систематические данные о влиянии размера зерна на динамическую прочность оксида алюминия. Это связано с технологическими ограничениями стандартных технологий спекания, которые не позволяют в чистом оксиде алюминия одновременно обеспечивать высокую плотность и изменять размер зерна в широком диапазоне значений – от субмикронного уровня до размеров в несколько десятков микрон.

Одним из эффективных способов получения МЗ керамик на основе оксида алюминия является метод электроимпульсного («искрового») плазменного спекания (ЭИПС). Суть технологии ЭИПС заключается в нагреве графитовой пресс-формы с помещенным в нее порошком за счет пропускания миллисекундных импульсов тока большой мощности [9–11]. ЭИПС осуществляется в вакууме или в инертной среде в условиях одновременного приложения одноосного давления. Особенностью технологии ЭИПС является возможность непосредственно в процессе спекания соблюдать все основные условия спекания: скорость нагрева, температуру и время выдержки, давление, реализовывать ступенчатые режимы спекания [12, 13]. Это обеспечивает технологии ЭИПС широкие возможности по управлению параметрами микроструктуры керамик, а также позволяет сформировать в керамике мелкозернистую структуру с высокими механическими свойствами [9–13].

Целью настоящей статьи является изучение влияния размера зерна на динамическую прочность мелкозернистого оксида алюминия.

## Методики испытаний

Объектами исследования были керамические образцы оксида алюминия, полученные методом ЭИПС. В качестве исходного сырья использовались субмикронные порошки  $\alpha-Al_2O_3$  производства фирмы Taimei Chemicals Co., Ltd (серия №1) и микронные порошки производства компании Alfa Aesar – A Johnson Matthey Company (серия №2). Согласно сертификатам поставщиков, порошки серий №1 и №2 имели средний начальный размер частиц ~0,2 и ~1 мкм соответственно. На поверхности субмикронных порошков серии №1 присутствовал аморфный слой.

Компактирование образцов диаметром 12 мм проводилось с использованием установки Dr. Sinter model SPS-625. Спекание проводилось в вакууме; величина

приложенного одноосного напряжения составляла 70 МПа. Использовался двухступенчатый режим нагрева: нагрев со скоростью 100 °С/мин до температуры 600 °С, медленный нагрев со скоростью 10 °С/мин до температуры окончания усадки (рис. 1а). Температура на поверхности графитовой пресс-формы  $T_1$  измерялась с помощью пирометра IR-AHS2. На основе ранее проведенных исследований и сопоставления показаний пирометра и контрольной термопары, прикрепленной к поверхности образца, значения  $T_1$  в области температур более 600 °С пересчитывались в реальную температуру образца  $T_2$  с использованием эмпирического соотношения:  $T_2 = 1,1686T_1 - 43,416$ . Измерение эффективной усадки образцов  $L_{\text{eff}}$  осуществлялось с использованием дилатометра, входящего в состав установки Dr. Sinter model SPS-625. Реальная усадка порошков  $L$  после вычета вклада теплового расширения системы «установка – пресс-форма – образец»  $L_0$  проводилась по методике, представленной в [14] (рис. 1б). После спекания образцы полировали до уровня шероховатости не более 5 мкм.

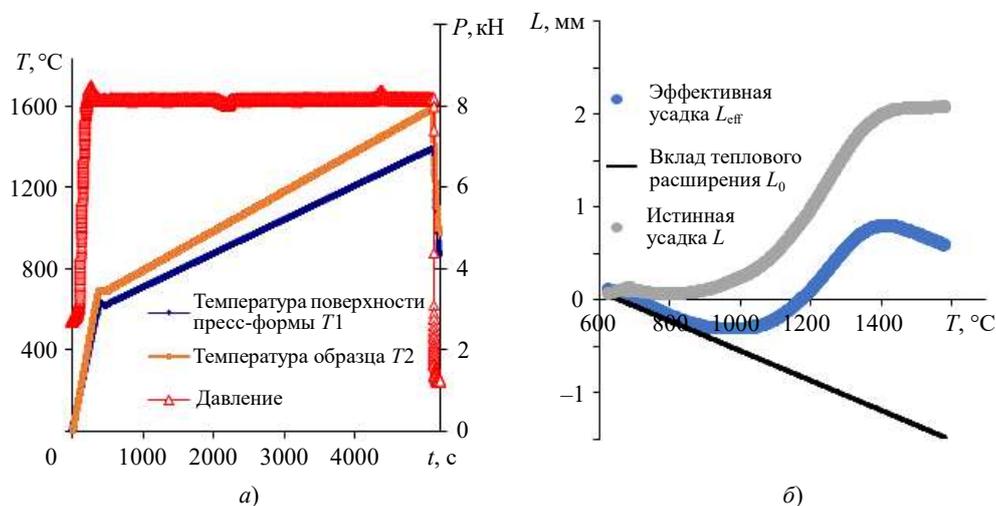


Рис. 1. Диаграммы ЭИПС керамик: а) зависимости температуры  $T$  и давления  $P$  от времени нагрева; б) температурные зависимости усадки порошков серии №2

Микроструктура керамик исследовалась при помощи растрового электронного микроскопа Jeol JSM-6490. Средний размер зерна определялся методом секущих с использованием программы GoodGrains.

Плотность образцов  $\rho$  измерялась методом гидростатического взвешивания. Теоретическая плотность  $\text{Al}_2\text{O}_3$  принята равной  $\rho_{\text{th}} = 4,05 \text{ г/см}^3$ .

Твердость по Виккерсу  $H_V$  измерялась с помощью микротвердомера Struers Duramin-2 с нагрузкой 2 кг. Минимальный коэффициент трещиностойкости  $K_{\text{IC}}$  рассчитывался по методу Палмквиста по длине максимальной радиальной трещины. При расчетах  $K_{\text{IC}}$  величина модуля упругости принята равной  $E = 350 \text{ ГПа}$ . Точность определения величин  $H_V$  и  $K_{\text{IC}}$  составляла  $\pm 0,5 \text{ ГПа}$  и  $\pm 0,3 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  соответственно.

Динамические испытания керамик проводились по модифицированному методу Кольского с использованием разрезного стержня Гопкинсона при скоростях деформации  $\sim 10^3 \text{ с}^{-1}$ . Для проведения испытаний образцов диаметром 12 мм и высотой 6 мм использовалась газовая пушка калибром 20 мм (РСГ-20). Испытания проводились при комнатной температуре. Мерные стержни (нагружающий и опорный) диаметром

20 мм и длиной 1 м для испытаний на сжатие были изготовлены из стали с пределом текучести 1600 МПа. Величина динамического предела прочности  $\sigma_y$  определялась по величине максимальной разрушающей нагрузки. Методика испытаний подробно описана в статье [15]. Отметим, что эта методика активно используется иностранными учеными для оценки динамической прочности мелкозернистых керамик на основе оксида алюминия [16, 17].

### Экспериментальные результаты

На рис. 1а в качестве примера приведены зависимости изменения температуры и давления от времени процесса ЭИПС для порошков оксида алюминия серии №2, а на рис. 1б – зависимости усадки  $L$  от температуры нагрева, соответствующие рис. 1а.

Для изготовления керамических образцов использовался нагрев с малой скоростью (10 °С/мин). Это позволило избежать растрескивания керамик – результаты металлографических и электронно-микроскопических исследований свидетельствуют об отсутствии микротрещин и других дефектов. Нагрев с малой скоростью позволил также минимизировать неоднородность температурного поля в керамических образцах [18, 19] и, как следствие, избежать неоднородности микроструктуры и свойств.

Зависимость усадки от температуры нагрева  $L(T)$  имеет традиционный трехстадийный характер [20]. Следует отметить, что на зависимости  $L(T)$  присутствует явно выраженная третья, высокотемпературная стадия, на которой плотность керамики уже близка к своей теоретической величине ( $\rho \sim \rho_{th}$ ) и начинается интенсивный рост зерен керамики [20]. Это позволяет за счет выбора температуры и/или продолжительности третьей стадии управлять средним размером зерна керамики.

В результате спекания были получены керамические образцы с высокой относительной плотностью (более 99% для порошков серии №1 и более 98% для порошков серии №2). Относительная плотность образцов, спеченных из субмикронного порошка №1, оказывается на 1–1,5% больше, чем плотность образцов, спеченных из более крупнозернистого порошка №2 (таблица 1). Этот результат хорошо согласуется с известными литературными данными об ускорении спекания порошков при уменьшении их уровня дисперсности [20].

Таблица 1

**Микроструктура и механические свойства оксида алюминия при различных температурах ЭИПС**

Порошок	Режим ЭИПС		Параметры микроструктуры и свойства керамики				
	$V_h$ , °С/мин	$T$ , °С	$\rho/\rho_{th}$ , %	$d$ , мкм	$H_v$ , ГПа	$K_{IC}$ , МПа·м <sup>1/2</sup>	$\sigma_y$ , МПа
1	10	1320	99,46	0,5–0,8	22,3	2,2	895
1	10	1420	99,66	1,6–1,8	20,0	2,4	940
1	10	1520	99,72	5,1–5,6	18,6	2,5	990
2	10	1470	97,98	2,1	18,4	2,7	1060
2	10	1530	98,24	12,9	16,2	2,0	925
2	10	1600	98,25	20,0	16,1	1,7	900

В таблице 1  $V_h$  – скорость нагрева,  $d$  – размер зерна порошка.

Результаты электронно-микроскопических исследований микроструктуры керамических образцов при различных температурах ЭИПС представлены на рис. 2

(*a* – 1320 °С, *б* – 1420 °С, *в* – 1520 °С, *г* – 1470 °С, *д* – 1530 °С, *е* – 1600 °С) и в таблице 1. Керамики имеют однородную мелкозернистую микроструктуру; следов аномального роста зерен не обнаружено. Микроструктура образцов однородна в продольном и поперечном сечениях. Крупные поры в объеме или на границах зерен отсутствуют.

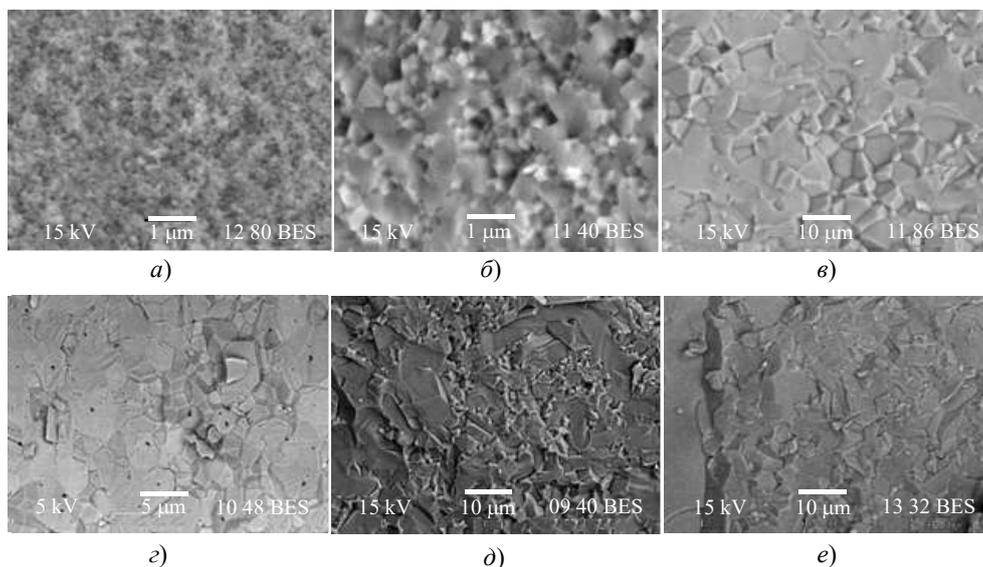


Рис. 2. Микроструктура оксида алюминия, полученного методом ЭИПС субмикронного (*a*, *б*, *в*) и микронного (*г*, *д*, *е*) порошков  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Увеличение температуры ЭИПС субмикронного порошка №1 от 1320 до 1520 °С приводит к повышению среднего размера зерна керамики от ~0,5–0,8 мкм до 5,1–5,6 мкм. Повышение температуры спекания порошка №2 от 1470 до 1600 °С приводит к увеличению среднего размера зерна оксида алюминия от 2,1 до 20 мкм (см. таблицу 1). Повышение температуры спекания на 200–230 °С приводит к незначительному росту относительной плотности керамик на 0,26–0,27%.

На рис. 3*a* представлены зависимости микротвердости  $H_V$  и минимального коэффициента трещиностойкости  $K_{IC}$  от размера зерна.

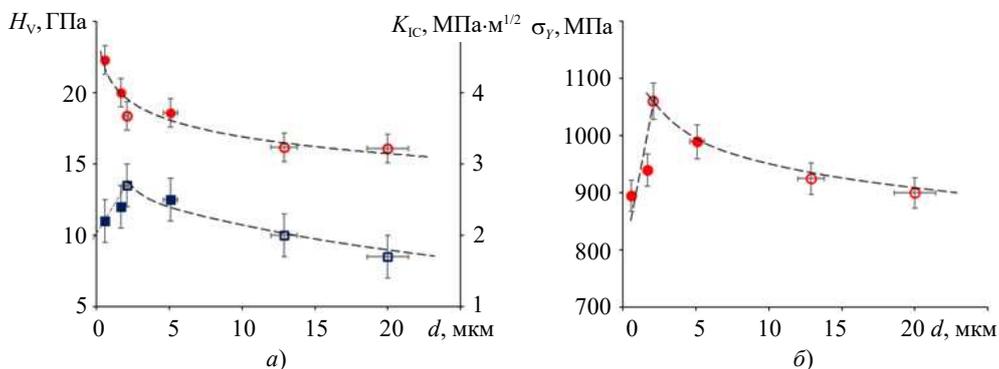


Рис. 3. Зависимость механических свойств оксида алюминия от размера зерна: *a*)  $H_V$  (красные маркеры) и  $K_{IC}$  (синие квадратные маркеры); *б*)  $\sigma_\gamma$

Как видно из графика, увеличение размера зерна керамики приводит к резкому снижению микротвердости. Керамика со средним размером зерна  $\sim 0,5\text{--}0,8$  мкм имеет микротвердость 22,3 ГПа. Увеличение зерен до 5,1 мкм и 20 мкм приводит к снижению микротвердости керамики до 18,6 и 16,1 ГПа соответственно. Закрашенные маркеры – керамика, изготовленная из порошка №1, незакрашенные – из порошка №2. На рис. 3б и в таблице 1 обобщены результаты исследований влияния размера зерна на величину динамического предела прочности оксида алюминия ( $\sigma_y$ ).

На рис. 4 представлена типичная диаграмма «напряжение–деформация», полученная при динамических испытаниях образцов оксида алюминия.

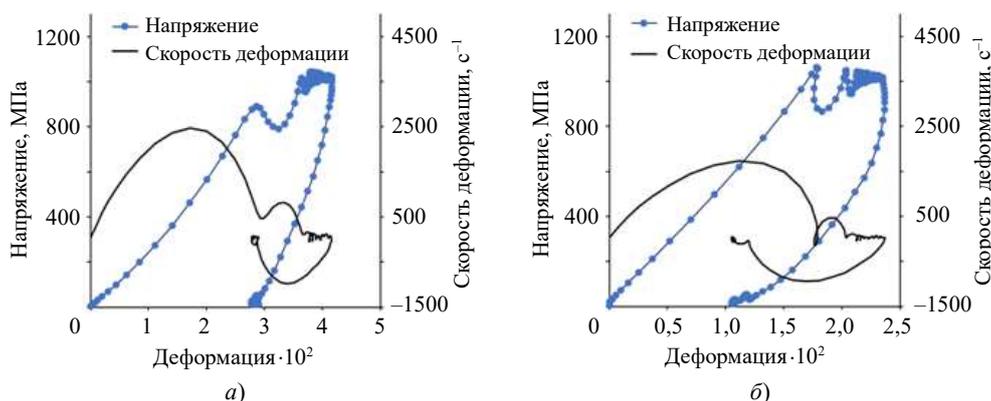


Рис. 4. Типичные диаграммы динамического деформирования образцов оксида алюминия с пределами прочности  $\sigma_y = 895$  МПа (а) и 1060 МПа (б)

Диаграммы  $\sigma(\epsilon)$  имеют типичный вид кривых деформирования для случая динамического сжатия керамических образцов (см. [16, 17]). В первом импульсе происходит разрушение образца как целого, затем при дальнейшем сжатии в последующих импульсах происходит сжатие осколков. Поскольку облако осколков имеет отличную от начального образца площадь, значения их динамической прочности оказываются завышенными.

Анализ представленных в таблице 1 результатов показывает, что зависимость динамического предела текучести от среднего размера зерна имеет немонотонный характер с максимумом, соответствующим размеру зерна  $\sim 2,9\text{--}3$  мкм. Увеличение размера зерна от  $0,5\text{--}0,8$  мкм до  $2,9\text{--}3$  мкм приводит к увеличению предела динамической прочности оксида алюминия от 890 до 1060 МПа. Дальнейшее увеличение размера зерна керамики до 5,6 мкм приводит к снижению предела динамической прочности до 990 МПа.

### Обсуждение результатов

Анализ результатов измерений твердости показывает, что с увеличением среднего размера зерна  $d$  от  $0,5\text{--}0,8$  мкм до 20 мкм наблюдается монотонное уменьшение  $H_v$  от 22,3 до 16,1 ГПа. Для описания влияния размера зерна на твердость керамик часто используют зависимость в виде  $H_v(d^{-1/2})$  [21], которая с хорошей точностью имеет линейный характер. Отметим, что причины проявления линейного характера зависимости  $H_v(d^{-1/2})$  в металлах и керамиках являются принципиально различными (см. [21, 22]). Результаты измерений и аппроксимации представлены на рис. 5,  $R$  – коэффициент корреляции.

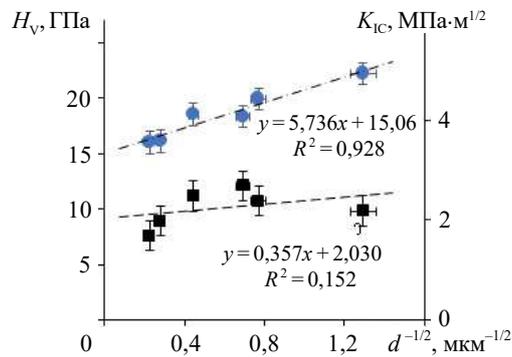


Рис. 5. Зависимость микротвердости (круглые маркеры) и трещиностойкости (квадратные маркеры) от размера зерна

Заметного влияния размера зерна на величину минимального коэффициента трещиностойкости не выявлено – максимальный масштаб изменения  $\Delta K_{IC} = 0,5$  МПа·м<sup>1/2</sup> (от 2,2 до 2,7 МПа·м<sup>1/2</sup>) лишь незначительно превышает разброс свойств для одного образца ( $\pm 0,3$  МПа·м<sup>1/2</sup>); коэффициент достоверности линейной аппроксимации зависимости  $K_{IC}(d^{-1/2})$  очень мал (см. рис. 5).

Зависимость предела динамической прочности от размера зерна  $\sigma_y(d)$  имеет ярко выраженный двухстадийный характер. Снижение  $\sigma_y$  при увеличении размера зерна от 2,1 до 20 мкм является ожидаемым результатом, поскольку рост зерен обычно приводит к снижению прочностных характеристик керамик [1, 3, 7, 8, 23].

Уменьшение  $\sigma_y$  в области малых размеров зерен (0,5–2 мкм) является достаточно неожиданным результатом: как уже было отмечено во введении, формирование мелкозернистой микроструктуры является известным способом повышения механических свойств керамик. Можно предположить, что снижение  $\sigma_y$  ультрамелкозернистого (УМЗ) оксида алюминия обусловлено снижением плотности керамики; как видно из таблицы 1, керамики с малым размером зерен спекались при пониженных температурах. Уменьшение температуры ЭИПС порошков №1 от 1520 до 1320 °С приводит к уменьшению относительной плотности от 99,72 до 99,46%. Образующиеся при пониженных температурах ЭИПС нано- и субмикронные поры при динамическом нагружении керамики могут являться очагами зарождения и дальнейшего быстрого распространения хрупких трещин.

Вторым фактором, способствующим снижению динамической прочности керамики с малым размером зерна, может быть наличие аморфного слоя на поверхности исходных субмикронных порошков (рис. 6а).

Результаты исследований методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) показывают, что в спеченной УМЗ керамике границы зерен имеют кристаллическую структуру, характерную для границ наклона (рис. 6б). Участков аморфной структуры на границах зерен не обнаружено. Это позволяет сделать вывод о том, что в процессе ЭИПС произошла кристаллизация аморфной фазы, которая трансформировалась в границы зерен УМЗ керамики.

Как известно, аморфная фаза содержит избыточный свободный объем [24, 25]. Можно ожидать, что в процессе быстрого нагрева и спекания при пониженной температуре трансформация аморфной в кристаллическую фазу привела к появлению избыточной плотности дефектов дислокационного или вакансионного типа на границах зерен УМЗ оксида алюминия. Вследствие малой продолжительности процесса

спекания и низкой интенсивности роста зерен образовавшиеся на границах зерен дефекты не успевают релаксировать. Это приводит к снижению «механической прочности» границ зерен УМЗ оксида алюминия.

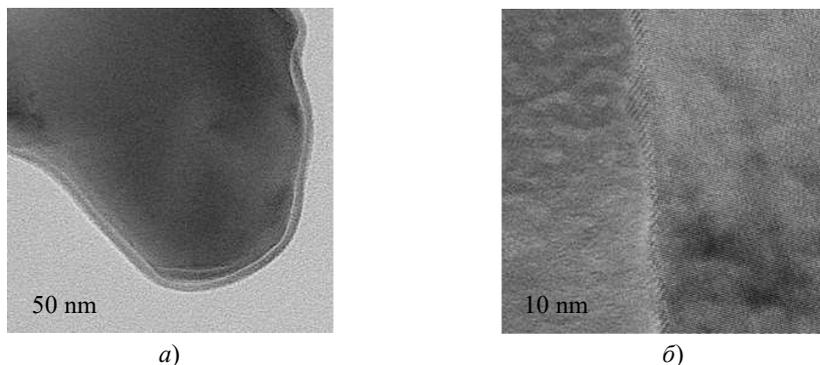


Рис. 6. Фрагмент микроструктуры исходного порошка серии №1 (а) и границы зерна оксида алюминия, спекенного методом ЭИПС из данного порошка (б)

Косвенным фактором, свидетельствующим в пользу этого предположения, является уменьшение коэффициента трещиностойкости оксида алюминия в области малых размеров зерен (см. рис. 3а). Наличие дефектов и мелких пор на границах зерен способствует зарождению микротрещин при индентировании. В связи с этим снижение  $K_{IC}$  при  $d < 2,1$  мкм также может быть связано с повышенной дефектностью границ зерен керамики.

### Заключение

Методом электроимпульсного плазменного спекания из промышленных субмикронных и микронных порошков оксида алюминия изготовлены керамики с высокой относительной плотностью. Для получения керамик использовали режим с малой скоростью нагрева  $10$  °С/мин, позволяющий минимизировать вероятность растрескивания образцов и обеспечивающий высокий уровень однородности микроструктуры керамики.

Исследовано влияние размера зерна на механические свойства (твердость, трещиностойкость, динамический предел прочности) мелкозернистого оксида алюминия. Показано, что увеличение размера зерна приводит к монотонному уменьшению твердости и не оказывает заметного влияния на величину минимального коэффициента трещиностойкости. Зависимость твердости от размера зерна с хорошей точностью может быть описана зависимостью  $H_v(d^{-1/2})$ .

Зависимость динамического предела прочности от среднего размера зерна имеет немонотонный характер с максимумом, соответствующим размеру зерна  $1,9$ – $2,1$  мкм. Причиной пониженной динамической прочности мелкозернистого оксида алюминия со средним размером зерна менее  $2$  мкм является, вероятно, уменьшение относительной плотности и повышенная дефектность границ зерен керамики.

Образцы мелкозернистого оксида алюминия с размером зерна  $1,9$ – $2,1$  мкм имеют высокую относительную плотность ( $97,98\%$ ), хорошие значения твердости ( $18,4$  ГПа), трещиностойкости ( $2,7$  МПа·м<sup>1/2</sup>) и динамического предела прочности на сжатие ( $1060$  МПа) при скорости нагружения  $10^3$  с<sup>-1</sup>.

Исследование порошков методом ПЭМ выполнено на оборудовании ЦКП «Материаловедение и металлургия» НИТУ «МИСиС» (проект Минобрнауки России №075-15-2021-696).

Авторы благодарят Н.Ю. Табачкову (НИТУ «МИСиС», Москва) за результаты исследований порошков оксида алюминия методом ПЭМ.

#### Список литературы

1. Шевченко В.Я., Баринов С.М. *Техническая керамика*. М.: Наука, 1993. 185 с.
2. Boldin M.S., Berendeev N.N., Melekhin N.V., Popov A.A., Nokhrin A.V., Chuvil'dev V.N. Review of ballistic performance of alumina: Comparison of alumina with silicon carbide and boron carbide. *Ceramics International*. 2021. Vol. 47. Iss. 18. P. 25201–25213. DOI:10.1016/J.CERAMINT.2021.06.066.
3. Эванс А.Г., Лэнгдон Т.Г. *Конструкционная керамика*. М.: Металлургия, 1980. 256 с.
4. Брагов А.М., Чувильдеев В.Н., Мелехин Н.В., Болдин М.С., Баландин В.В., Нохрин А.В., Попов А.А. Экспериментальное исследование динамической прочности мелкозернистой керамики на основе оксида алюминия, полученной методом искрового плазменного спекания. *Прикладная механика и техническая физика*. 2020. Т. 61. №3(361). С. 207–214. DOI: 10.15372/PMTF20200322.
5. Murray N.H., Bourne N.K., Rozenberg Z., Field J.E. The spall strength of alumina ceramics. *Journal of Applied Physics*. 1998. Vol. 84. Iss. 2. P. 734–738. DOI: 10.1063/1.368130.
6. Belenky A., Rittel D. Static and dynamic flexural strength of 99.5% alumina: Relation to porosity. *Mechanics of Materials*. 2012. Vol. 48. P. 43–55. DOI: 10.1016/J.MECHMAT.2012.01.006.
7. Krell A., Blank P. Grain size dependence of hardness in dense sub-micrometer alumina. *Journal of the American Ceramic Society*. 1995. Vol. 78. Iss. 4. P. 1118–1120. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1995.tb08452.x.
8. Muche D.N.F., Drazin J.W., Mardinly J., Dey S., Castro R.H.R. Colossal grain boundary strengthening in ultrafine nanocrystalline oxide. *Materials Letters*. 2017. Vol. 186. P. 298–300. DOI: 10.1016/J.MATLET.2016.10.035.
9. Tokita M. Progress of spark plasma sintering (SPS) method, systems, ceramics application and industrialization. *Ceramics*. 2021. Vol. 4. Iss. 2. P. 160–198. DOI: 10.3390/CERAMICS4020014.
10. Munir Z.A., Anselmi-Tamburini U., Ohyanagi M. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method. *Journal of Materials Science*. 2006. Vol. 41. Iss. 3. P. 763–777. DOI: 10.1007/s10853-006-6555-2.
11. Olevsky E., Dudina D. *Field-Assisted Sintering: Science and Applications*. Cham: Springer, 2018. 425 p.
12. Tokita M. Spark plasma sintering (SPS) method, systems, and applications (Chapter 11.2.3). In: *Handbook of Advanced Ceramics*. Ed. Shigeyuki Somiya. Academic Press, 2013. P. 1149–1177. DOI: 10.1016/B978-0-12-385469-8.00060-5.
13. Orlova A.I. Crystalline phosphates for HLW immobilization – composition, structure, properties and production of ceramics. Spark Plasma Sintering as a promising sintering technology. *Journal of Nuclear Materials*. 2022. Vol. 559. Article No 153407. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2021.153407.
14. Чувильдеев В.Н., Болдин М.С., Дятлова Я.Г., Румянцев В.И., Орданьян С.С. Сравнительное исследование горячего прессования и высокоскоростного электроимпульсного плазменного спекания порошков  $Al_2O_3/ZrO_2/Ti(C,N)$ . *Журнал неорганической химии*. 2015. Т. 60. №8. С. 1088–1094. DOI: 10.7868/S0044457X1508005X.
15. Bragov A.M., Grushevsky G.M., Lomunov A.K. Use of the Kolsky method for confined test of soft soils. *Experimental Mechanics*. 1996. Vol. 36. Iss. 3. P. 237–242. DOI:10.1007/BF02318013.
16. Staehler J.M., Predebon W.W., Pletka B.J., Lankford J. Testing of high-strength ceramics with the split Hopkinson pressure bar. *Journal of the American Ceramic Society*. 1993. Vol. 76. Iss. 2. P. 536–538. DOI: 10.1111/J.1151-2916.1993.TB03820.X.
17. Wang Z., Li P. Characterisation of dynamic behaviour of alumina ceramics: evaluation of

stress uniformity. *AIP Advances*. 2015. Vol. 5. Iss. 10. P. 107224-1–107224-16. DOI: 10.1063/1.4934793.

18. Hu Z.-Y., Zhang Z.-H., Cheng X.-W., Wang F.-C., Zhang Y.-F., Li S.-L. A review of multi-physical fields induced phenomena and effects in spark plasma sintering: Fundamentals and applications. *Materials & Design*. 2020. Vol. 191. 108662-1–108662-54. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108662.

19. Anselmi-Tamburini U., Gennari S., Garay J.E., Munir Z.A. Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: II. Modeling of current and temperature distribution. *Materials Science and Engineering A*. 2005. Vol. 394. Iss. 1-2. P. 139–148. DOI: 10.1016/j.msea.2004.11.019.

20. Rahaman M.N. *Ceramic Processing and Sintering*. New York: Marcel Dekker Inc., 2003. 876 p.

21. Bradt R.C., Munz D., Sakai M., White K.W. *Fracture Mechanics of Ceramics: Active Materials, Nanoscale Materials, Composites, Glass and Fundamentals*. New York: Springer, 2005. 636 p.

22. Ryou H., Drazin J.W., Wahl K.J., Qadri S.B., Gorzkowski E.P., Feigelson B.N., Wollmer-shauser J.A. Below the Hall-Petch limit in nanocrystalline ceramics. *ACS Nano*. 2018. Vol. 12. Iss. 4. P. 3083–3094. DOI: 10.1021/acsnano.7b07380.

23. Гаршин А.П., Гропянов В.М., Зайцев Г.П., Семенов С.С. *Керамика для машиностроения*. М.: Научтехлитиздат, 2003. 384 с.

24. Бетехтин В.И., Глезер А.М., Кадомцев А.Г., Кипяткова А.Ю. Избыточный свободный объем и механические свойства аморфных сплавов. *Физика твердого тела*. 1998. Т. 40. №1. С. 85–89.

25. Чувильдеев В.Н. *Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения*. М.: Физматлит, 2004. 304 с.

#### References

1. Shevchenko V.Ya., Barinov S.M. *Tekhnicheskaya keramika [Technical Ceramics]*. Moscow. Nauka Publ. 1993. 192 p. (In Russian).

2. Boldin M.S., Berendeev N.N., Melekhin N.V., Popov A.A., Nokhrin A.V., Chuvil'deev V.N. Review of ballistic performance of alumina: Comparison of alumina with silicon carbide and boron carbide. *Ceram. Int*. 2021. Vol. 47. Iss. 18. P. 25201–25213. DOI:10.1016/J.CERAMINT.2021.06.066.

3. Evans A.G., Langdon T.G. *Structural Ceramics*. New York. Pergamon Press. 1976. 271 p.

4. Bragov A.M., Chuvil'deev V.N., Melekhin N.V., Boldin M.S., Balandin V.V., Nokhrin A.V., Popov A.A. Experimental study of dynamic strength of aluminum oxide based fine-grained ceramics obtained by spark plasma sintering. *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*. 2020. Vol. 61. Iss. 3. P. 494–500. DOI: 10.1134/S0021894420030220.

5. Murray N.H., Bourne N.K., Rozenberg Z., Field J.E. The spall strength of alumina ceramics. *J. Appl. Phys*. 1998. Vol. 84. Iss. 2. P. 734–738. DOI: 10.1063/1.368130.

6. Belenky A., Rittel D. Static and dynamic flexural strength of 99.5% alumina: Relation to porosity. *Mech. Mater*. 2012. Vol. 48. P. 43–55. DOI: 10.1016/J.MECHMAT.2012.01.006.

7. Krell A., Blank P. Grain size dependence of hardness in dense sub-micrometer alumina. *J. Am. Ceram. Soc*. 1995. Vol. 78. Iss. 4. P. 1118–1120. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1995.tb08452.x.

8. Muche D.N.F., Drazin J.W., Mardinly J., Dey S., Castro R.H.R. Colossal grain boundary strengthening in ultrafine nanocrystalline oxide. *Mater. Lett*. 2017. Vol. 186. P. 298–300. DOI: 10.1016/J.MATLET.2016.10.035.

9. Tokita M. Progress of spark plasma sintering (SPS) method, systems, ceramics application and industrialization. *Ceramics*. 2021. Vol. 4. Iss. 2. P. 160–198. DOI: 10.3390/CERAMICS4020014.

10. Munir Z.A., Anselmi-Tamburini U., Ohyanagi M. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method. *J. Mater. Sci*. 2006. Vol. 41. Iss. 3. P. 763–777. DOI: 10.1007/s10853-006-6555-2.

11. Olevsky E., Dudina D. *Field-Assisted Sintering: Science and Applications*. Cham. Springer. 2018. 425 p.

12. Tokita M. Spark plasma sintering (SPS) method, systems, and applications (Chapter 11.2.3). In: *Handbook of Advanced Ceramics*. Ed. Shigeyuki Somiya. Academic Press. 2013. P. 1149–1177. DOI: 10.1016/B978-0-12-385469-8.00060-5.
13. Orlova A.I. Crystalline phosphates for HLW immobilization - composition, structure, properties and production of ceramics. Spark Plasma Sintering as a promising sintering technology. *J. Nucl. Mater.* 2022. Vol. 559. Article No 153407. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2021.153407.
14. Chuvil'deev V.N., Boldin M.S., Dyatlova Ya.G., Rumyantsev V.I., Ordanyan S.S. Comparative study of hot pressing and high-speed electropulse plasma sintering of AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZRO<sub>2</sub>/Ti(C,N) powders. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2015. Vol. 60. No 8. P. 987–993. DOI: 10.1134/S0036023615080057.
15. Bragov A.M., Grushevsky G.M., Lomunov A.K. Use of the Kolsky method for confined test of soft soils. *Exp. Mech.* 1996. Vol. 36. Iss. 3. P. 237–242. DOI:10.1007/BF02318013.
16. Staehler J.M., Predebon W.W., Pletka B.J., Lankford J. Testing of high-strength ceramics with the split Hopkinson pressure bar. *J. Am. Chem. Soc.* 1993. Vol. 76. Iss. 2. P. 536–538. DOI: 10.1111/J.1151-2916.1993.TB03820.X.
17. Wang Z., Li P. Characterisation of dynamic behaviour of alumina ceramics: evaluation of stress uniformity. *AIP Advances*. 2015. Vol. 5. Iss. 10. P. 107224-1–107224-16. DOI: 10.1063/1.4934793.
18. Hu Z.-Y., Zhang Z.-H., Cheng X.-W., Wang F.-C., Zhang Y.-F., Li S.-L. A review of multi-physical fields induced phenomena and effects in spark plasma sintering: Fundamentals and applications. *Mater. Des.* 2020. Vol. 191. 108662-1–108662-54. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108662.
19. Anselmi-Tamburini U., Gennari S., Garay J.E., Munir Z.A. Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: II. Modeling of current and temperature distribution. *Mater. Sci. Eng. A*. 2005. Vol. 394. Iss. 1-2. P. 139–148. DOI: 10.1016/j.msea.2004.11.019.
20. Rahaman M.N. *Ceramic Processing and Sintering*. New York. Marcel Dekker Inc. 2003. 876 p.
21. Bradt R.C., Munz D., Sakai M., White K.W. *Fracture Mechanics of Ceramics: Active Materials, Nanoscale Materials, Composites, Glass and Fundamentals*. New York. Springer. 2005. 636 p.
22. Ryou H., Drazin J.W., Wahl K.J., Qadri S.B., Gorzkowski E.P., Feigelson B.N., Wollmer-shauser J.A. Below the Hall-Petch limit in nanocrystalline ceramics. *ACS Nano*. 2018. Vol. 12. Iss. 4. P. 3083–3094. DOI: 10.1021/acsnano.7b07380.
23. Garshin A.P., Gropyanov V.M., Zaytsev G.P., Semenov S.S. *Keramika dlya mashinostroeniya [Ceramics for Mechanical Engineering]*. Moscow. Nauchtekhlitizdat Publ. 2003. 384 p. (In Russian).
24. Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G., Kipyatkova A.Yu., Glezer A.M. Excess free volume and mechanical properties of amorphous alloys. *Physics of the Solid State*. 1998. Vol. 40. Iss.1. P. 74–78. DOI: 10.1134/1.1130237.
25. Chuvil'deev V.N. *Neravnovesnye granitsy zeren v metallakh. Teoriya i prilozheniya [Nonequilibrium Grain Boundaries in Metals. Theory and Applications]*. Moscow. Fizmatlit Publ. 2004. 304 p. (In Russian).

**INVESTIGATION OF THE EFFECT OF GRAIN SIZE  
ON THE DYNAMIC STRENGTH OF FINE-GRAINED ALUMINUM OXIDE  
OBTAINED BY SPARK PLASMA SINTERING\***

**Melekhin N.V., Boldin M.S., Filippov A.R., Popov A.A., Nokhrin A.V.**

*National Research Lobachevsky State University  
of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russian Federation*

boldin@nifti.unn.ru

*Received by the Editor 2022/03/17*

The results of testing the dynamic strength of ceramic samples of aluminum oxide with different grain sizes are presented. Ceramics are obtained by electropulse plasma sintering (EPS) of industrial submicron and micron  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders. Heating was carried out at a rate of 10 °C/min; The ceramic grain size was varied by changing the EPS temperature. The ceramics had a high relative density (more than 98%), a uniform fine-grained microstructure, and the average grain size varied from 0.8 to 13.4  $\mu\text{m}$ . The ceramic grain size was varied by changing the sintering temperature and heating rate, as well as by changing the initial particle size of the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder. Dynamic compression tests were carried out according to the modified Kolsky method, using a split Hopkinson rod. The tests were carried out using a gas gun with a caliber of 20 mm (PG-20), at room temperature, with a deformation rate of  $\sim 10^3 \text{ s}^{-1}$ . It has been established for the first time that the dependence of the dynamic tensile strength of aluminum oxide on the grain size has a nonmonotonic character, with a maximum. The maximum value of the dynamic compressive strength ( $\sigma_y = 1060 \text{ MPa}$ ) is provided with an average grain size of  $\sim 2.9\text{--}3 \mu\text{m}$ . It is shown that the decrease in  $\sigma_y$  of aluminum oxide in the region of submicron grain sizes is due to a decrease in the relative density of ceramics sintered at lower temperatures of SPS. It has been suggested that the decrease in  $\sigma_y$  of ceramics in the region of micron grain sizes is due to the formation of internal microstresses near the grain boundaries. It has been established that with an increase in the grain size, the hardness  $H_v$  of aluminum oxide decreases, and the minimum Palmquist crack resistance coefficient  $K_{IC}$  increases. The results obtained demonstrate that there is no need to ensure the formation of a nanostructure in ceramics to ensure high characteristics of their dynamic strength.

*Keywords:* aluminum oxide, microstructure, dynamic strength, hardness, crack resistance, spark plasma sintering.

---

\*This research was supported by the Russian Science Foundation, grant No 20-73-10113.