

8. Пегловский В. В. Классификация горных пород по обрабатываемости алмазным инструментом // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины – 2012. – Вып. 15. – С. 533–541.
9. Пат. 90330 Украина, МПК (2009). В28D 1/00. Спосіб визначення оброблюваності каменю / В. І. Сидорко, В. В. Пегловський, В. Н. Ляхов, О. М. Поталико. – Заявл. 21.02.08; Опубл. 24.04.10, Бюл. № 8.
10. Исследование производительности и трудоемкости шлифования природных камней алмазным инструментом / В. В. Пегловский, В. И. Сидорко, В. Н. Ляхов, Е. М. Поталько // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, – 2009. – Вып. 12 – С. 500–504.
11. Данилевский В. В. Справочник техника машиностроителя. – М.: Высш. шк., 1962. – 646 с.
12. Справочник технолога-машиностроителя: В 2 т. / Под ред. А. Г. Косиловой, Р. К. Мещерякова. – М.: Машиностроение, 1985. – Т. 2. – 496 с.
13. . Рон К. С. Чен. Autodesk Inventor. – Москва.: Изд-во Лори, 2002. – 568 с.
14. Пат. 12743 Украина, МКПО 10–01. Набор письменный «Парус»/ В. И. Сидорко, В. Н. Ляхов, В. В. Пегловский, Е. М. Поталько. – Заявл. 28.09.05; Опубл. 15.09.06, Бюл. № 9.
15. Пат. 15363 Украина, МКПО 10–01. Часы / В. И. Сидорко, В. Н. Ляхов, В. В. Пегловский, Е. М. Поталько. – Заявл. 01.02.07; Опубл. 26.11.07, Бюл. № 19.
16. Пат. 15656 Украина, МКПО 10–01. Набор письменный «Сектор» / В. И. Сидорко, В. Н. Ляхов, В. В. Пегловский, Е. М. Поталько. – Заявл. 25.06.07; Опубл. 10.01.08, Бюл. № 1.

Поступила 10.05.17

УДК 539.216:621.762

В. В. Ивженко, О. Н. Кайдаш, кандидаты технических наук, **А. Л. Майстренко**, член корр. НАН Украины, **В. Г. Кулич**, канд. техн. наук, **В. Н. Ткач**, д-р физ.-мат. наук, **Т. А. Косенчук**

Институт сверхтвёрдых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПРОПИТКИ КРЕМНИЕМ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ГОРЯЧЕПРЕССОВАННОГО КАРБИДА КРЕМНИЯ

Изучены горячепрессованные материалы, полученные из порошков SiC при давлении 10 и 25 МПа с последующей пропиткой кремнием. Установлено, что после силицирования предел прочности при изгибе $R_{\text{изг}}$ поликристаллического SiC повышается на 10–80%, материалов SiC–B₄C – на 40–90% в зависимости от исходной пористости, а трещиностойкость достигает 4,5 МПа·м^{1/2}.

Ключевые слова: карбид кремния, горячее прессование, пропитка кремнием, пористость, предел прочности при изгибе, трещиностойкость

Керамические материалы на основе карбида кремния обладают высокой твердостью, низким удельным весом, повышенной коррозионной и химической стойкостью, низким коэффициентом трения. Эти свойства определяют высокую износостойкость изделий (насадок, сопел, фильер) в условиях абразивного износа. Материалы на основе карбида кремния успешно применяют для пар трения торцевых уплотнений в насосах, перекачивающих различные жидкости и работающих в абразивных и агрессивных средах.

Получение плотных изделий методом горячего прессования из технически чистых порошков карбида кремния затруднительно из-за их незначительной пластичности даже при температуре 2000 °С [1; 2]. Установлено, что из порошков α -SiC можно получить изделия пористостью 1–5% только при прессовании при температуре 2530 °С и давлении до 75 МПа.

Исследовано влияние примесей аморфного бора, карбида бора, молибдена и дисилицида молибдена на уплотнение порошков карбида кремния при температуре 2140–2170 °С [3]. С помощью горячего прессования разработана промышленная технология производства изделий из материала на основе SiC и B₄C. Основной структурной составляющей являются кристаллы карбида кремния, связанные эвтектикой Si–B–C [3]. В качестве активаторов при спекании карбида кремния использовали также C и B [4]. Бор вводили в элементарной форме, в виде B₄C или SiB₆.

Реакционное спекание материалов сопровождается взаимодействием компонентов с образованием химических соединений. В результате реакционного спекания материал уплотняется и упрочняется. В этом методе одновременно осуществляются спекание и реакция синтеза. Научные основы технологии реакционного спекания карбида кремния изложены в [1; 5; 6]. Структура материала формируется вследствие сращивания дискретных зерен первичного карбида кремния вторичным карбидом кремния, образованным при реакционном взаимодействии, в результате формируется прочный карбидный каркас. Материал уплотняется вследствие образования твердого раствора углерода в кремнии с последующим формированием вторичного карбида кремния, который заполняет поры. Необходимым условием реакционного спекания является возможность инфильтрации жидкой фазы кремния в пористые заготовки, состоящие из спекаемого материала и углерода.

ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины имеет более чем 30-летний опыт разработки карбидокремниевых материалов, полученных горячим прессованием и реакционным спеканием. Разработаны жаропрочные материалы систем SiC–AlN, SiC–B₄C для керамического газотурбинного двигателя, технологические процессы изготовления из них узлов ГТД; технологические процессы изготовления изделий из реакционноспеченного карбида кремния для использования в машиностроении, металлургии, космической технике [7–14].

Цель настоящей работы – исследовать влияние пропитки кремнием на структуру и свойства карбида кремния, предварительно спеченного горячим прессованием при давлении 10 и 25 МПа.

Для исследования использовали порошок α -SiC марки M5, M10 производства Запорожского абразивного комбината со средним размером частиц соответственно 5 и 10 мкм. Исходные порошки содержали не менее 98,0% SiC и не более 0,2% Fe, 1,5% O и 0,4% C_{своб.} В качестве активатора уплотнения карбида кремния использовали карбид бора производства Донецкого завода химических реактивов со средним размером частиц 1,2 мкм. Содержание порошка B₄C (ТУ 6-09-668-76) в исходной шихте составляло 6 и 8%². Эксперименты проводили также с чистым карбидом кремния. Образцы подвергали горячему

² Здесь и далее содержание добавок приведено в % (по массе).

прессованию в графитовых прессформах при температуре 1980–2080 °С в течение 60 и 90 мин под давлением 10 и 25 МПа. В целях исключения взаимодействия материала и графита использовали защитную обмазку из нитрида бора. Нагревали прессформу индукционным способом. Температуру спекания контролировали оптическим пирометром «Промінь». Точность измерения составляла $\pm 30^\circ$. После горячего прессования образцы размером 60×60×(8–10) мм шлифовали алмазным инструментом и пропитывали кремнием в индукционной печи. Образцы пропитывали расплавом и парами кремния в безокислительной среде при температуре 2000–2150 °С в течение 15 мин. Плотность и пористость материала рассчитывали по методике, регламентированной ГОСТ 20018-74. Предел прочности при изгибе R_{bm} определяли на универсальной испытательной машине Р5 методом трехточечного изгиба на призматических образцах размером 5×3,5×40 мм с расстоянием между опорами 30 мм. Скорость нагружения составляла $6,5 \cdot 10^{-5}$ м/с. Трещиностойкость (вязкости разрушения K_{Ic}) определяли методом Эванса–Чарльза по длине радиальных трещин с углов отпечатка индентора Виккерса. Поверхность шлифов исследовали сканирующим растровым электронным микроскопом ZEISS EVO 50 XVP.

Результаты исследования физико-механических свойств материалов, полученных из порошков SiC дисперсностью 5 и 10 мкм горячим прессованием при температуре 1980–2080 °С, давлении 10 и 25 МПа, а также свойства горячепрессованных материалов после пропитки кремнием приведены в таблице.

Физико-механические свойства горячепрессованных (ГП) материалов на основе SiC до и после пропитки (ПР) кремнием

№ обр.	Состав, % масс.	d, мкм	Параметры ГП:			П, %		R_{bm} , МПа		K_{Ic} , МПа·м ^{1/2}		
			T, °С	P, МПа	T, мин	до ПР	пос-ле ПР	до ПР	пос-ле ПР	пос-ле ГП	после ПР	
											центр	край
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	100SiC	10	1980	25	60	27,7	16,4	210	235	<2	<2	3,3
2	100SiC	10	1980	10	60	37,4	19,2	170	220	<2	<2	3,3
3	100SiC	10	2080	10	60	10,6	13,9	250	240	<2	2,5	3,0
4	100SiC	5	1980	10	60	44,5	3,9	180	320	<2	3,6	3,5
5	SiC–8B ₄ C	10	2080	25	60	3,5	9,0	400	390	3,8	3,8	3,6
6	SiC–8B ₄ C	10	1980	10	90	21,6	7,3	240	330	<2	2,7	3,4
7	SiC–6B ₄ C	10	1980	10	60	24,9	5,3	220	350	<2	4,3	4,3
8	SiC–6B ₄ C	10	1980	10	90	22,7	7,1	–	–	–	–	–

Окончание таблицы

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
9	SiC–8B ₄ C	5	2080	25	60	3,0	–	430	–	3,8	–	–
10	SiC–8B ₄ C	5	1980	10	60	39,9	0,0	210	405	<2	2,8	4,1
11	SiC–8B ₄ C	5	2080	10	90	28,9	0,0	260	425	<2	3,0	4,5

Примечания. Средний размер частиц d , пористость Π , предел прочности при изгибе R_{bm} , трещиностойкость K_{Ic}

Результаты исследований показали, что карбид кремния без активатора уплотнения B₄C при температуре 1980 °С, давлении 25 МПа и выдержке под давлением в течение 60 мин (образец 1) спекается до пористости 27,7%. При снижении давления до 10 МПа пористость материала увеличивается до 37,4% (образец 2). При повышении температуры до 2080 °С пористость материала существенно снижается – даже при давлении 10 МПа – до 10,6% (образец 3). При использовании порошка SiC дисперсностью 5 мкм уплотнение материала при температуре спекания 1980 °С снижается, в результате пористость повышается с 37,4% (образец 2) до 44,5% (образец 4). С введением в шихту 8% активатора уплотнения B₄C обеспечивается снижение пористости до 3,0–3,5% (образцы 5; 9) при температуре горячего прессования 2080 °С, давлении 25 МПа. Однако в материалах аналогичного состава, спеченных при давлении 10 МПа, пористость значительна и составляет 24,9% (образец 7), 39,9% (образец 10), 28,9% (образец 11). При этом температура и продолжительность выдержки материала SiC–8B₄C (образец 11) были максимальными – соответственно 2080 °С, 90 мин.

Как свидетельствуют результаты исследования физико-механических свойств пористых материалов после пропитки кремнием, их пористость значительно снижается, а предел прочности при изгибе R_{bm} повышается. Так, в материале, полученном из порошка SiC дисперсностью 5 мкм (образец 4 на рис. 1) пористость уменьшается до 3,9%, при введении активатора уплотнения (образцы 10; 11) – до 0%. При этом значение R_{bm} увеличивается на 60–90% и достигает 425 МПа в материалах SiC–8B₄C, спеченных при температуре 2080 °С в течение 90 мин (образец 11).

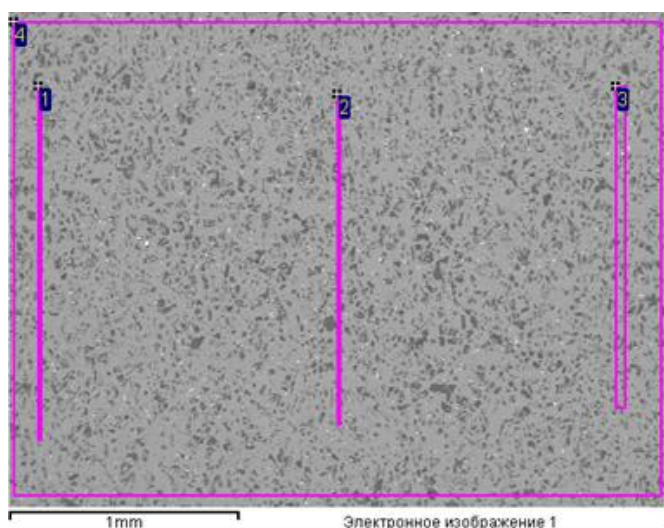


Рис. 1. Электронное изображение микроструктуры образца SiC из порошка дисперсностью 5 мкм, полученного горячим прессованием при давлении 10 МПа с последующей пропиткой кремнием

Исключением является материал, полученный из порошка SiC дисперсностью 10 мкм при температуре спекания 2080 °С и давлении 10 МПа (образец 3): после пропитки кремнием пористость повышается с 10,6 до 13,9%, а R_{bm} не изменяется. Исследования микроструктуры этого материала (рис. 2) показали значительное увеличение размеров зерен карбида кремния, что привело к повышению межкристаллитной пористости.

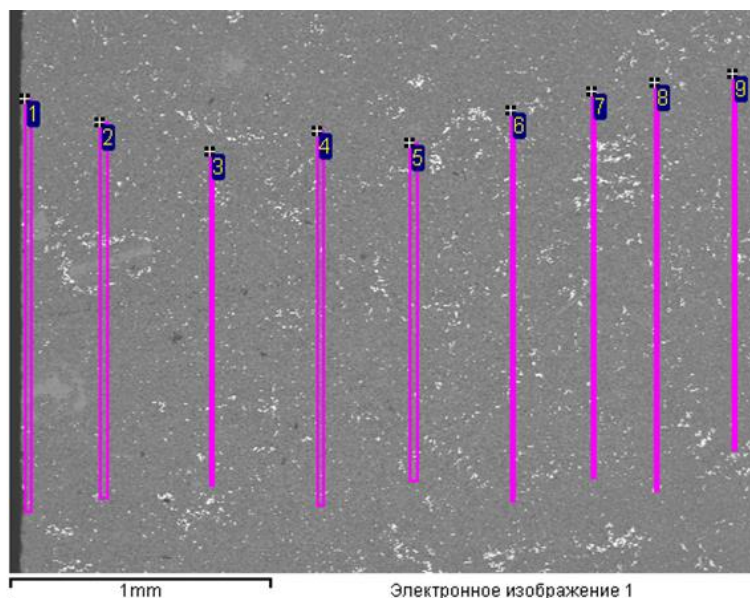


Рис. 2. Электронное изображение микроструктуры образца SiC из порошка дисперсностью 10 мкм, полученного горячим прессованием при давлении 10 МПа с последующей пропиткой кремнием

В плотном материале SiC(10 мкм)–8B₄C, полученном при давлении 25 МПа (образец 11 на рис. 3), пористость также повысилась с 3,5 до 9,0%. Это обусловлено разложением карбида кремния вследствие реакции диссоциации [3] при нагревании, выдержке и охлаждении в температурном интервале 2000–2150 °С.

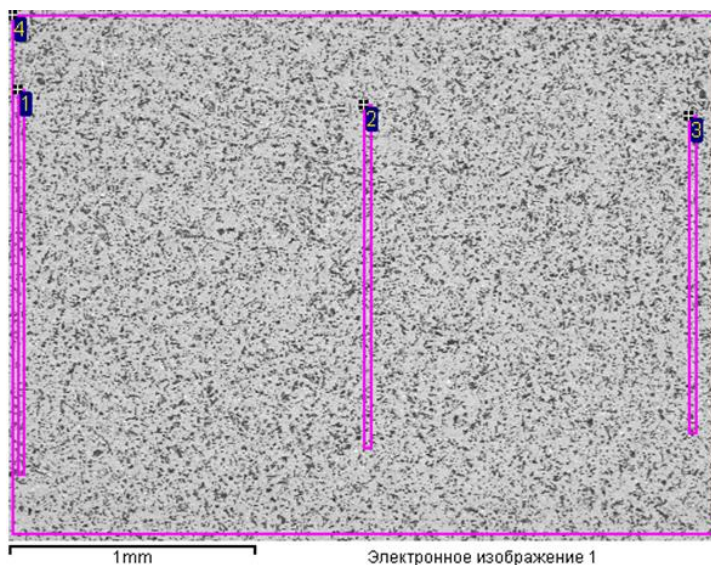


Рис. 3. Электронное изображение микроструктуры образца SiC–8B₄C из порошка SiC дисперсностью 10 мкм, полученного горячим прессованием при давлении 25 МПа с последующей пропиткой кремнием

Как следует из анализа полученных данных, эффективность пропитки кремнием пористых материалов SiC–B₄C зависит от пористости.

Так, эффективность пропитки более пористого материала состава SiC(10 мкм)–6B₄C (образец 7), выше, чем менее пористого материала SiC(10 мкм)–6B₄C (образец 8), SiC(10 мкм)–8B₄C (образец 6) пористость которых снизилась соответственно с 24,9 до 5,3%, с 22,7 до 7,1%, и с 21,6 до 7,3%.

При этом значение R_{bm} образца 7 увеличивается на ~60% – до 350 МПа, образца 6 – на ~40% до 330 МПа, а трещиностойкость K_{Ic} увеличивается соответственно до 4,3 и 3,4 МПа·м^{1/2}. На основании полученных результатов приходим к выводу, что существует оптимальное соотношение химического, гранулометрического состава шихты и пористости спеченных материалов SiC–B₄C для достижения максимальных механических свойств материалов после пропитки кремнием.

Результаты исследования микроструктуры образцов материалов после пропитки кремнием показали, что в образцах 1 и 2, спеченных из порошка SiC дисперсностью 10 мкм при температуре 1980 °С и давлении 10–25 МПа, наблюдается непропитка кремнием в центральной части. При этом значения K_{Ic} на краю и в центре существенно различаются. В центральной части образца 6 из пористого материала состава SiC(10 мкм)–8B₄C пористость повышается, а трещиностойкость снижается от периферии к центру с 3,4 до 2,7 МПа·м^{1/2}. Образец 7 из материала состава SiC(10 мкм)–6B₄C пропитывается кремнием более эффективно, трещиностойкость на краю и в центре составляет 4,3 МПа·м^{1/2}. Наиболее высокое значение K_{Ic} 4,5 МПа·м^{1/2} после пропитки кремнием наблюдается у образца 11 из материала, полученного из порошка SiC дисперсностью 5 мкм с добавлением B₄C однако в центральной его части $K_{Ic} = 3,0$ МПа·м^{1/2}.

Результаты исследований использовали при разработке технологии получения крупногабаритных кольцевых изделий горячим прессованием при давлении 10 МПа с последующей пропиткой кремнием (рис. 4).

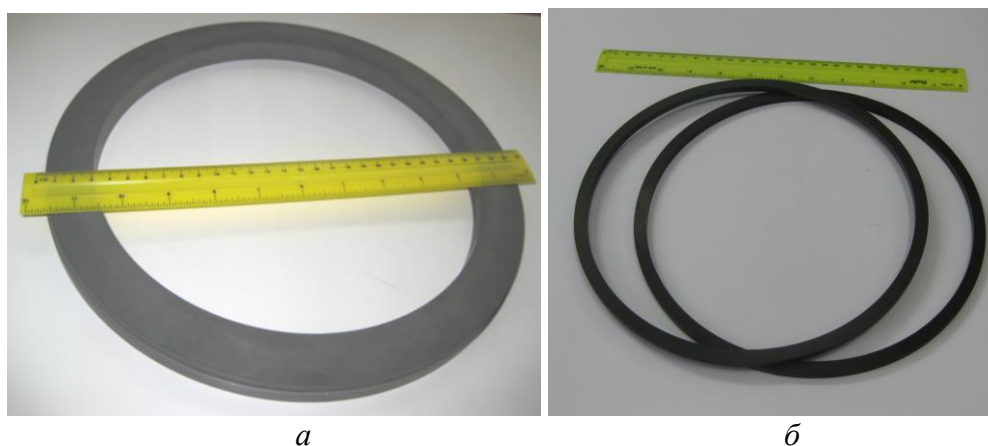


Рис. 4. – Изображение колец из материала на основе карбида кремния, полученных горячим прессованием с последующей пропиткой кремнием: а – Ø 310 мм; б – Ø 240 мм

Выводы

1. Исследовано влияние пропитки кремнием на структуру и свойства горячепрессованного карбида кремния. После силицирования поликристаллического карбида кремния предел прочности при изгибе R_{bm} повышается на 10–80% в зависимости от исходной пористости.

2. Установлено, что предел прочности при изгибе R_{bm} пористых материалов системы SiC–B₄C, полученных из порошка SiC дисперсностью 10 мкм, после пропитки повышается на 40–60%, полученных из порошка дисперсностью 5 мкм – на 60–90%.

3. Установлено, что после пропитки кремнием трещиностойкость K_{Ic} пористых материалов системы SiC–B₄C повышается до 3,4–4,5 МПа·м^{1/2}.

Вивчено гарячепресовані матеріали, отримані з порошків SiC за тиску 10 і 25 МПа з подальшим просоченням кремнієм. Встановлено, що після силіціювання границя міцності під час згинання R_{bm} полікристалічного SiC збільшується на 10–80%, матеріалів SiC–B₄C – на 40–90%, залежно від вихідної пористості, тріщиностійкість досягає 4,5 МПа·м^{1/2}.

Ключові слова: карбід кремнію, гаряче пресування, просочення кремнієм, пористість, границя міцності під час згинання, тріщиностійкість

RESEARCH OF THE INFLUENCE OF SILICON IMPREGNATION ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF HOT-PRESSED SILICON CARBIDE

Hot-pressed materials made from SiC powders at a pressure of 10 and 25 MPa with subsequent impregnation with silicon have studied. It has been found that after siliconizing the flexural strength R_{bm} of polycrystalline SiC increases by 10–80%, of SiC–B₄C materials by 40–90%, depending on the initial porosity, and the fracture toughness reaches 4.5 MPa·m^{1/2}.

Key words: silicon carbide, hot pressing, impregnation with silicon, porosity, bending strength, fracture toughness

Литература

1. Гнесин Г. Г. Карбидокремниевые материалы. – М.: Металлургия, 1977. – 216 с.
2. Kriegesmann J. Comprehensive Hard Materials. 2.04. Processing of Silicon Carbide-Based Ceramics. S. II: Synthesis and Processing. // Ed. V. K. Sarin. – Elsevier. – 2014. – V. 2: Ceramics. – P. 89–175.
3. Конструкционные карбидокремниевые материалы / А. П. Гаршин, В. В. Карлин, Г. С. Олейник, В. И. Островерхов. – Л.: Машиностроение, 1975. – 152 с.
4. Prochaska S., Scanlan R. M. Effect of Boron and Carbon on sintering of SiC // J. Amer. Ceram. Soc. – 1975. – 58. – P. 2.
5. Pat. 3205043 U.S. Cold Molded Silicon Carbide Articles and Methods of Making the Same / K. M. Taylor – Опубл. 07.09.65.
6. Pat. 3275722 U.S. Production of Dense Bodies of Silicon Carbide. / P. P. Popper. – Опубл. 27.09.66.
7. Микроструктура и некоторые физико-механические свойства керамики из карбида кремния / А. П. Подоба, Л. С. Голубяк, В. Г. Кулич, Т. Д. Оситинская // Сверхтв. материалы. – 1986. – № 6. – С. 18–20.
8. Совершенствование конструкционных керамических материалов и керамических узлов турбины // Науч.-техн. отчет № 4500 о НИР “Аксиома-89”. Разд. ГТД; Науч.-исслед. ин-т двигателей. – М., 1989. – 89 с.
9. Совершенствование конструкционных керамических материалов и керамических узлов турбины // Науч.-техн. отчет № 4557 о НИР “Аксиома-89”. Разд. ГТД; Науч.-исслед. ин-т двигателей. – М., 1990. – 61 с.
10. Изучение структуры и свойств керамики карбид кремния – нитрид алюминия при высоких температурах / В. А. Мельникова, В. К. Казаков, П. С. Кислый, В. К. Сульженко // Сверхтвердые матер. – 1991. – С. 33–36.

11. Майстренко А. Л., Кулич В. Г., Ткач В. Н. Закономерности формирования высокоплотной структуры самосвязанного карбида кремния // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 1. – С. 18–35.
12. Ивженко В. В. Исследование влияния параметров инъекционного литья термопластичных масс на основе порошков AlN, Si₃N₄, SiC, WC на процесс формования заготовок // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – Вып. 11. – С. 407–411.
13. Исследование упругого последействия при инъекционном литье термопластичных масс на основе порошков SiC, AlN, WC и его влияния на механические свойства материала заготовок изделий / В. В. Ивженко, Н. В. Новиков, Г. Ф. Сарнавская и др. // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 1. – С. 49–57.
14. Получение и свойства горячепрессованных материалов на основе карбида кремния с добавками карбидов бора и титана / В. В. Ивженко, О. Н. Кайдаш, Г. Ф. Сарнавская и др. // Сверхтвердые матер. – 2016. – № 5. – С. 25–34.

Поступила 15.05.17

УДК 621.371

Ю. Д. Филатов, В. И. Сидорко, доктора технических наук, **С. В. Ковалев**¹;
В. А. Ковалев, О. Я. Юрчишин², кандидаты технических наук

¹Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

²Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт им. Игоря Сикорского»

ОБРАЗОВАНИЕ ЧАСТИЦ ШЛАМА И ИЗНОСА ПОЛИРОВАЛЬНОГО ПОРОШКА ПРИ ПОЛИРОВАНИИ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

В результате исследования закономерностей образования продуктов износа при полировании нитрида алюминия суспензией порошков нитрида бора показано, что общее количество частиц шлама и частиц износа полировального порошка в 10⁵ раз больше, чем зерен полировального порошка, а их общий объем в 10 раз меньше.

Ключевые слова: полирование, нитрид алюминия, частицы шлама, частицы износа полировального порошка.

Введение

Состояние проблемы контактного взаимодействия поверхности обрабатываемой детали с зёрнами полировального порошка в суспензии при полировании неметаллических материалов характеризуется успешным решением вопросов, связанных с изучением механизмов диспергирования частиц шлама и их распределения по размерам [1–3], исследованием закономерностей формообразования прецизионных поверхностей оптических деталей и элементов электронной техники за счет выбора функционально ориентированных конструкций и характеристик рабочего слоя инструмента со связанным полировальным порошком [3–6], разработкой методов компьютерного моделирования и расчета интенсивности съема обрабатываемого материала и микро- и нанорельефа обработанной