

**А. Г. Довгаль*, Л. Б. Приймак, В. В. Варюхно,
О. М. Білякович**

Національний авіаційний університет, м. Київ, Україна

*andrii.dovhal@npp.nau.edu.ua

Вплив сталевого намелу на структуру та механічні властивості композитів системи SiC–Al₂O₃

Досліджено вплив сталевого намелу на структуру композита системи SiC–Al₂O₃, отриманого у сталевих барабанах зі сталевими розмельними тілами. Досліджено такі фізико-механічні властивості отриманих зразків, як міцність на згинання та твердість. Встановлено оптимальні значення цих характеристик відносно складу та технологічних режимів отримання.

Ключові слова: *кераміка, композит, намел, міцність, твердість, густина, пористість.*

ВСТУП

Сучасні методи порошкової металургії дозволяють отримувати композиційні матеріали з заданим широким спектром фізико-механічних властивостей, за допомогою варіювання складом та технологічними особливостями отримання матеріалу. Попередньою технологічною операцією отримання керамічного композита є розмел вихідних складових порошків для подрібнення та ретельного змішування. Подрібнення компонентів шихти дозволяє отримати не лише дрібнозернисту структуру, а й гарантує зменшення кристалічних дефектів зерен, тому що руйнуються вони під час розмелу саме вздовж суттєвих дефектів. Змішування гомогенізує шихту та дозволяє уникнути суттєвих відхилень концентрації та розшарування компонентів шихти, особливо з різною вагою.

Розмел компонентів можна проводити у футерованих барабанах (або з полімерними вставками) та спорідненими керамічними розмельними тілами, що втричі легші від сталевих. Отже, можна отримати шихту без домішок, а процес подрібнення до певного середнього розміру шихти стає тривалішим. У разі використання сталевих барабанів та розмельних тіл, процес розмелу скорочується, проте не можна уникнути є накопичення сталевого намелу в шихті.

Раніше було досліджено кінетику розмелу композиції SiC–Al₂O₃ як у футерованих, так і у сталевих барабанах, та базові механічні властивості композитів, зокрема зносостійкість у парі як зі сталевим, так і керамічним контртілом [1–2]. Так, у [3] досліджено вплив складу і активаційних добавок на структуру композита системи SiC–Al₂O₃. Вивчена густина, пористість і морфологічні особливості структури. Досліджено такі фізико-механічні властивості отриманих зразків, як міцність на згинання, твердість. Встановлено оптимальні значення цих характеристик щодо складів і технологічних режимів отримання. Водночас у дослідженні [3] композицію розмелювали у футерованих барабанах спорідненими керамічними тілами складу SiC–Al₂O₃, і

шихта для синтезу матеріалу не мала сталевого намелу у своєму складі. Час розмелу композиції до середнього розміру частки 5 мкм складав 7–8 год. Наукова зацікавленість композицією SiC–Al₂O₃ не вщухає і дотепер для різного масштабного фактора частинок композита, як на мікроскопічному, так і на наноскопічному рівні. Зокрема на мікроскопічному структурному рівні було досліджено наступне.

Так, у [4] проведено експерименти з повторного втомлюваного індентування (RIF), виконані в одному і тому самому місці конструкційної кераміки різного складу: гарячепресованого нітриду кремнію (HPSN), спеченого оксиду алюмінію з двома різними розмірами зерен – 1 і 25 мкм та спеченого карбіду кремнію (SiC). Експерименти RIF провадили з допомогою мікротвердоміра Віккерса за різних навантажень у діапазоні 1–20 Н. Послідовно було описано поступову еволюцію пошкоджень, зафіксованих за допомогою оптичного мікроскопа, у поєднанні з методикою аналізу зображення. Матеріали було класифіковано у порядку зменшення опору повторному RIF за найбільшого прикладеного навантаження 20 Н. Було показано значний вплив розміру зерна на розвиток опору повторного RIF на тій самій ділянці. Негативні характеристики спеченого карбіду кремнію було виявлено у зв'язку із його попередньою термічною історією структуроутворення.

У [5] вивчено спечений SiC з легкоплавкою домішкою за допомогою мікрохвильової методики. Механічні характеристики продукту було порівняно з продуктами, спеченими звичайним способом. Напруження руйнування продукту, спеченого за допомогою мікрохвиль, у чотирьохточковому згинанні було вищим порівняно з продуктами, виготовленими звичайним способом спікання. У разі обпалення продуктів у процесі звичайного спікання зерна SiC окислюються, вкриваються SiO₂ (~ 32 % (за масою)), а якість продукту суттєво погіршується. Спечений методом мікрохвиль SiC є корисним матеріалом для різного застосування – від футеровки печей до мембранного матеріалу.

У [6] було вивчено поведінку пластичної течії стискання скла з алюмосилікату літію (LAS) зі зміцненими частинками SiC та без них. Скло LAS кристалізувалося до сподумену β-типу під час високотемпературного випробування. Пластична течія стискання скла LAS змінювалася від ньютонівської до неньютонівської через наявність кристалічної фази. Далі з домішкою 40 % (за об'ємом). SiC, чутливість швидкості деформації напруження течії зменшувалась. Водночас енергія активації для пластичної течії у LAS становила 300 КДж/моль і збільшилась до 995 КДж/моль з додаванням зміцнювальної домішки 40 % (за об'ємом) SiC.

У [7] композити складу Si₃N₄–SiC було спечено за допомогою мікрохвиль, з використанням як початкових матеріалів β-Si₃N₄ і β-SiC. Збагачені Si₃N₄ композити (95 і 90 % (за об'ємом) Si₃N₄) мали густину понад 96 % від теоретичної густини без використання домішок під час спікання протягом 40 хв. Спостерігали монотонне зменшення відносної густини пропорційно до вмісту SiC у композиції. Зменшення відносної густини впливало на зменшення міцності на розрив та значень мікротвердості композита зі збільшенням вмісту SiC, проте спікання матриці Si₃N₄ обмежує зменшення міцності на розрив. Вище (6 МПа м^{1/2}) значення міцності на розрив спостерігали для композита з 10 % (за об'ємом) SiC. Тріщини розповсюджуються проміж зернами у матриці Si₃N₄, композит додатково зміцнюється у процесі відхилення тріщини вздовж твердих частинок SiC до їхнього відокремлення від матриці.

У [8] було вивчено поведінку тертя та зношування композита карбіду кремнію і металеві матриці з алюмінієвого сплаву за швидкостей ковзання

3,14 м/с і 3,77 м/с та діапазону навантажень від 10 до 30 Н, в умовах сухого та змашеного середовища відповідно. Досліди провадили на трибометрі за схемою палець–диск (виробник: DUCOM). Композит було виготовлено за допомогою змішаного лиття, що має кілька проблем – як то внутрішня взаємодія та міжповерхневі реакції продуктів, що погіршують механічні та трибологічні властивості. Тому треба додавати домішки таких реактивних металів, як магній (Mg), що приведе до зменшення усадки та знизить тенденцію до гарячого розриву під час тверднення та більш швидкого процесу циклу. Результати дослідження показали, що розроблені композити мають нижчий коефіцієнт тертя та інтенсивність зношування за сухого тертя та зі мащенням порівняно зі сплавом алюмінієвої матриці. В умовах сухого тертя коефіцієнт тертя сплаву матриці та композита зменшується зі збільшенням навантаження, яке збільшується зі збільшенням швидкості ковзання. З іншого боку, інтенсивність зношування і сплаву алюмінієвої матриці, і композита збільшується зі збільшенням навантаження і швидкості ковзання. Для аналізу процесів зношування поверхонь також було використано електронні фотознімки.

У [9] нанодропи на основі оксиду кремнію, прямі нанострижні, прямі Y-подібні нанострижні, мікроструктури, та SiC/SiO₂ ядро-оболонкові коаксіальні нанокабелі було отримано простим методом термічного випарювання. Синтезовані зразки було описано за допомогою сканувального електронного мікроскопа, трансмісійного електронного мікроскопа, високороздільного трансмісійного електронного мікроскопа, енергетично-дисперсійної рентгєнівської спектроскопії та спектрів Рамана. Нанодропи з оксиду кремнію діаметром ~ 100 нм та довжиною до кількох десятків мікрометрів, прямі нанострижні з оксиду кремнію та Y-подібні нанострижні з діаметром ~ 50–200 нм та нові квіткоподібні оксидокремнієві мікроструктури – всі були аморфними, склалися з оксиду кремнію і мали тонку гладку поверхню. Отримані SiC/SiO₂ ядро-оболонкові нанокабелі мали кристалічне ядро і оточуючий аморфний шар. Результати показали, що таким методом можна синтезувати різні мікро/наноструктури за належних дослідних умов. Ці наноструктури можуть знайти застосування як будівельні блоки у наномеханічних і наноелектронних пристроях.

У [10] об'єктом дослідження був композит, отриманий в середовищі технічного азоту із суміші карбїду кремнію, кремнію і тугоплавкої глини. Методами рентгєнівської дифракції, петрографічного і електронно-мікроскопічного аналізів вивчено хїмічні процеси, що мають місце у разі згоряння згаданої суміші в середовищі технічного азоту і залежать від зв'язки, фазового складу і основних властивостей суміші. Було отримано композит карбїду кремнію з складною зв'язкою, основними фазами якої є Si₂ON₂, 3Al₂O₃·2SiO₂ і SiO₂, також отримано композит SiC–Al₂O₃. Було вивчено водо- та кислотостійкість композитів (H₂SO₄, ρ = 1,84 г/см³) та стійкість до розплавів кольорових металів і шлаку. Отримані композити можна використовувати для виробництва захисних оболонок термопар для вимірювання температури чорних та кольорових металів за високих температур.

В [11] гарячепресований карбїд кремнію, що містить домішки алюмінію, бору і вуглецю (ABC–SiC), було випробувано на абразивне зношування з закріпленим та вільним алмазним абразивом широкого діапазону розмірів. Загалом, зносостійкість ABC–SiC після термообробки була вищою за комерційний SiC. З використанням дрібнодисперсного (3 мкм) алмазного абразиву було з'ясовано, що відпал за температури 1300 °C підвищує зносостійкість до зношування майже утричі з вільним абразивом, а із закріпленим – майже

удвічі, порівняно з гарячепресованими зразками. Але більші температури відпалу призвели до зниження зносостійкості. Подібна поведінка була виявлена для зразків, відпалених за 1300 °С, випробуваних алмазним абразивом з розміром частинок абразиву 15 мкм, але високотемпературний відпал за 1500–1600 °С знову підвищив зносостійкість. З використанням грубого (72 мкм) абразиву зносостійкість прогресивно зростала зі зростанням температури відпалу з ~ 1000 до 1600 °С. Відповідні дослідження за допомогою трансмісійної та електронної мікроскопії показали, що трансзеренні, раковинні тріщини виникали переважно під час помірного абразивного зношування з дрібно-розмірним (3 мкм) абразивом, а міжзеренні тріщини і наступні виривання зерен значно переважали у разі більш складного абразивного зношування з грубим абразивом. Оскільки твердість та пластичність під час інденування мало змінювалися у разі термічної обробки, наявну поведінку зношування пояснювали мікроструктурними змінами, а також кристалізацією склоподібних плівок на межах зерен. Можливе зміцнення границь зерен завдяки збільшенню концентрації алюмінію і утворенню збагачених алюмінієм границь, когерентна нанолуска осаджується на зернах матриці за температур, більших 1300 °С.

На наноскопічному структурному рівні було отримано наступні результати.

У [12] спікали нанопорошки карбїду кремнію із середнім розміром частинки 37 нм, які готували стираючим розмелом та хімічною обробкою α -типу карбїду кремнію, що мав середній розмір частинок 0,39 мкм. Спікання без тиску цих порошоків досягали введенням домішок 0–5 % (за масою) карбїду бору разом з 1 % (за масою) вуглецю за температури 2050 °С у вакуумі (3 мбар) протягом 15 хв. Після спікання було отримано густину ~ 99 %. Було вивчено механізм спікання методом скануючої електронної мікроскопії та трансмісійної електронної мікроскопії. Дослідженнями було встановлено, що спікання є процесом у твердому стані. Спостерігали перетворення політипів з 6Н до 4Н.

У [13] синтезували нанокompозити муліт–SiC за допомогою введення поверхнево-модифікованого сол-гель муліту, що вкривав частинки SiC у матриці, було повідомлено про ущільнення і пов'язані мікроструктурні особливості такого попередника. Нанорозмірну поверхню SiC (середній розмір – 180 нм) спершу забезпечували попереднім покриттям муліту, що було досліджено рентгенівським аналізом і трансмісійною електронною мікроскопією (ТЕМ). Було отримано середню товщину покриття у 120 нм на частинках SiC. Сирі компактні зразки отримували холодним ізостатичним пресуванням та спіканням у діапазоні температур 1500–1700 °С без тиску в атмосфері N₂. Теоретична густина за час спікання зменшувалася зі збільшенням вмісту SiC. Максимальна спечена густина у 97 % була досягнута для муліту–5 % (за об'ємом) SiC. На фрактознімках спеченого композита видно високощільну, дрібнозернисту мікроструктуру частинок SiC, рівномірно розподілених уздовж, а також меж зерен всередині муліту. Мікротвердість за Віккерсом композита 5 % (за об'ємом) SiC з мулітом дорівнювала 1320 кг/мм² за прикладеного навантаження інденування 500 г. Це значення поступово знижувалося зі збільшенням вмісту SiC.

У [14] було виготовлено нанокompозити Al₂O₃–5SiC¹ спіканням без тиску з використанням MgO як активаційної добавки, що створює рідку фазу, а потім гарячим ізостатичним пресуванням (ГІП), що дало можливість вретті

¹ Тут і далі склад композитів і домішок приведено в % (за масою).

уникнути недоліку процесу гарячого пресування. Домішка MgO здатна пришвидшити ущільнення композитів, але не могла спричинити ріст зерен матриці Al_2O_3 завдяки сповільненню росту зерен нанорозмірних частинок SiC. Після оброблення ГПП, нанокompозити Al_2O_3 -SiC отримали повне ущільнення та гомогенний розподіл нанорозмірних частинок SiC. Більш того, фрактографічна морфологія зразків, оброблених ГПП, була ідентичною до гарячепресованих нанокompозитів Al_2O_3 -SiC і показала повне трансзеренне руйнування. Отже, було досягнуто високу (1 ГПа) міцність на розрив для нанокompозитів Al_2O_3 -5SiC спіканням без тиску та наступним ГПП-процесом.

У [15] було виготовлено нанокompозити карбїду кремнію, зміцнені поліуританом, методом легкої поверхнево-ініційованої полімеризації (ППП). Навантаження часток змінювали до 35 % (за масою) без будь якого видимого усадки та руйнування порівняно зі звичайним методом прямого змішування. За допомогою термо-гравіметричного аналізу спостерігали підвищену термічну стабільність композитів з додаванням наночастинок карбїду кремнію, а також значне збільшення міцності на розтяг зі збільшенням завантаження частинок. Збільшення термічної стабільності та покращення механічних властивостей відбувалося у разі одночасного рівномірного розсіювання частинок та сильного хімічного зв'язку між наночастинками та полімерною матрицею.

Метою даної роботи було дослідження впливу сталевого намелу на базові механічні властивості гарячепресованих композитів SiC- Al_2O_3 з різним вмістом зв'язки оксиду алюмінію, пришвидшення розмелу за рахунок використання сталевих барабанів для розмелювання та сталевих розмельних тіл, які є більш важкими за керамічні і збільшують вміст намелу, що може суттєво знизити температуру гарячого пресування і поліпшити енергозбереження процесу синтезу.

МЕТОДИКА І МАТЕРІАЛИ

Для дослідження використовували порошки карбїд кремнію марки 64С (ГОСТ 26 327-84) зі середнім розміром зерна 45-55 мкм та оксиду алюмінію (ТУ 6-09-03-350-73), що мав переважну кількість модифікації корунду α - Al_2O_3 , середній розмір зерен складав 45-50 мкм. Ці порошки у відповідних концентраціях розмелювали в сталевих барабанах об'ємом 340 см³, виготовленими зі сталі Ст3, зі сталевими розмельними тілами, виготовленими зі сталі ШХ15, діаметром 10-15 мм у планетарному млині Санд-1 у середовищі ацетону протягом 5 год до розміру шихти 5-10 мкм. Масове співвідношення розмельних тіл до маси шихти складало 1:3. Намел відбувався в основному з матеріалу сталевих барабанів Ст3. Водночас частота обертання водила барабанів складала 648 об/хв, а частота обертання барабана 1620 об/хв. Питома потужність розмельного обладнання планетарного млина Санд-1 складала 10 Вт/г. Після розмелу шихту сушили і просіювали.

Гранулометричний аналіз шихти проводили на установці SK Laser Micron Sizer Pro-7000.

Гаряче пресування кераміки здійснювали на установці СПД-120 з індукційним нагріванням без захисної атмосфери. Шихту порошоків засипали в прес-форму з високоміцного графіту марки МПГ-7. Робочі поверхні прес-форми попередньо змащували нітридом бору для запобігання взаємодії між матеріалом, що пресується, і графітом. Нагрівання здійснювали зі швидкістю 100 °С/хв. Під час гарячого пресування безперервно фіксували усадку за допомогою мікрометричного індикатора, механічно з'єданого з важелем плити

пресу. Навантаження прикладали за температури 800 °С. Для механічних випробувань виготовляли зразки у формі паралелепіпеду розміром 5×5×35 мм.

Температуру під час гарячого пресування контролювали оптичним пірометром “Промінь”. Отримані зразки піддавали шліфуванню на плоскошліфувальному верстаті алмазними колами.

Твердість зразків за Роквелом вимірювали на приладі ТК-2 (ГОСТ 3882–74) за допомогою втискування алмазного індентора за навантаження $P = 60$ кГс (шкала HRA).

Мікротвердість кожної фази зразків вимірювали на приладі ПМТ-3 (ГОСТ 9450–76) за допомогою втискування алмазного індентора за навантаження $P = 5–50$ Гс (шкала $H\mu$).

Визначення міцності на згинання проводили на установці AS-102, згідно з ГОСТ 18228–72. Для випробувань використовували гарячепресовані зразки розміром 5×5×35 мм. Швидкість навантаження складала 6 мм/с.

Межу міцності на згинання розраховували за формулою

$$\sigma_{zg} = \frac{3Pl}{2a^3},$$

де P , Н – навантаження під час руйнування; l , мм – відстань між опорами, мм; a , мм – ширина зразка.

Для дослідження структури і фазового складу кераміки на основі SiC–Al₂O₃ проводили металографічний, рентгенофазовий (РФА) і мікрорентгено-спектральний (МРСА) аналізи. РФА зразків виконували на рентгенівських дифрактометрах ДРОН-2.0 в CuK α -випромінненні.

Для дослідження структури, фазового складу, а також розподілу і складу елементів в кожній з фаз кераміки використовували МРСА на мікроаналізаторі електронного мікроскопа Самеса SX–50.

АНАЛІЗ РЕЗУЛЬТАТІВ І ОБГОВОРЕННЯ

Було проведено дослідження процесу розмелювання компонентів системи SiC–Al₂O₃ (табл. 1). Встановлено, що протягом 6 год розмелювання середній розмір частинок шихти складав від 4,4–4,9 мкм. Під час гарячого пресування за допомогою повільного підігріву визначали найнижчу температуру, за якої розпочиналося усадку (ущільнення), вона складала, залежно від вмісту SiC, 1550–2050 °С, що на 150–200 °С нижче, ніж для такої ж шихти без сталевого намелу [3]. Методами хімічного та спектрального аналізу було визначено частку намелу, що складала від 6 до 12 % зі збільшенням вмісту SiC від 20 до 80 %. Також було визначено густину та пористість зразків (див. табл. 1)

Таблиця 1. Склад, режими гарячого пресування і властивості вихідної шихти та матеріалів на основі SiC–Al₂O₃ зі сталевим намелом

Вихідний склад шихти, %	Тривалість розмелу, год	Вміст сталевого намелу, %	Середній розмір частинки шихти, мкм	Оптимальна температура пресування, °С	Густина, г/см ³	Залишкова пористість, %
20SiC–80Al ₂ O ₃	6	6	4,4	1550	3,9	< 1
50SiC–50Al ₂ O ₃	6	8	4,9	1700	4,1	2
80SiC–20Al ₂ O ₃	6	12	4,5	2050	4,4	4

Після отримання компактних матеріалів було виготовлено паралелепіеди $5 \times 5 \times 35$ мм для визначення міцності на згинання (табл. 2) та дзеркальні шліфи для визначення мікротвердості фаз і загальної твердості композита за шкалою HRA. Після рентгенофазового аналізу на дифрактометрі ДРОН-2,0 було встановлено, що загалом зберігаються фази SiC, Al_2O_3 , Fe, а зі збільшенням вмісту карбіду кремнію, він інтенсивно взаємодіє із залізом та активно утворює силіциди Fe_2Si , зокрема за вмісту 50 та 80 % SiC. З появою нового компонента, в кераміці змінюється масовий склад вихідних компонентів (див. табл. 2).

Таблиця 2. Склад і властивості керамічних матеріалів на основі SiC– Al_2O_3 зі сталевим намелом

Склад пресованої кераміки, %	Міцність на згинання, МПа	Мікротвердість, ГПа фази			Твердість, HRA
		SiC	Al_2O_3	Fe_2Si	
19SiC–75 Al_2O_3 –6Fe	122,5	21,39	25,75	не існує	69
46SiC–46 Al_2O_3 –8 Fe_2Si	290,1	33	14,7	9,3	76
72SiC–16 Al_2O_3 –12 Fe_2Si	289,5	32,5	11,8	12,8	79

Для пояснення отриманих результатів було проведено мікроскопічні дослідження структури отриманих керамічних матеріалів. Загальну морфологію композита SiC– Al_2O_3 наведено на рис. 1.

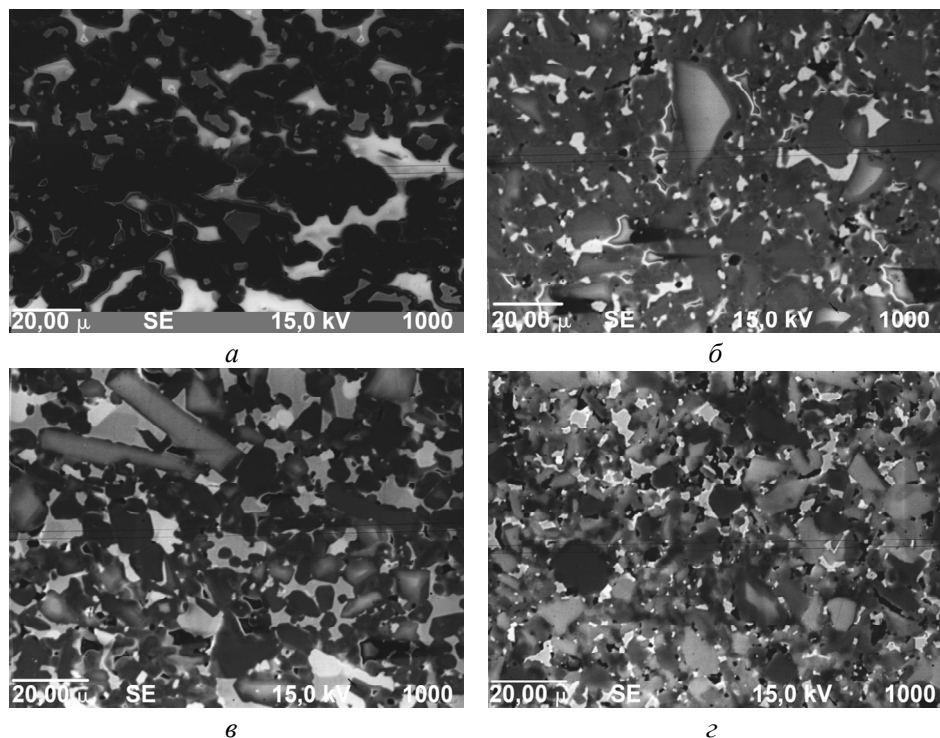


Рис. 1. Мікроструктура отриманих зразків системи SiC– Al_2O_3 зі сталевим намелом: SiC–80 Al_2O_3 (а), SiC–50 Al_2O_3 (б, в), SiC–20 Al_2O_3 (г); $\times 1000$.

На рис. 1, а наведено структуру композита складу 19SiC–75 Al_2O_3 –6Fe, що представляє собою дрібнозернисту рівномірну структуру з сірими зернами SiC у чорній матриці Al_2O_3 (з мікротвердістю $H_m = 25,75$ ГПа), де частинки

сталевому намелу сплавилася за температури 1550 °С та заповнили можливі пори (< 1 %, див. табл. 1). Оскільки SiC типу 64С завжди вкритий кварцем SiO₂, що дуже споріднений до корунду Al₂O₃, то вони за термічного контакту створюють муліт, тому карбід кремнію “оточений” корундом, а частинки намелу в основному лежать у матриці Al₂O₃, що ні з залізом, ні з вуглецем сталі не взаємодіє, а тому намел переважно зберігає структуру сталі Ст3.

Підвищення концентрації SiC до 50 % у шихті (46 % у композиті) (див. рис. 1, б, в) збільшило температуру гарячого пресування до 1700 °С і привело до помітного рекристалізаційного росту (до 15×20 мкм) зерен SiC, як рівноважного (див. рис. 1, б, у середині), так і дендритного (див. рис. 1, в, угорі ліворуч), у сірій матриці з Al₂O₃, що менш деформована, та має мікротвердість $H_{\mu} = 14,7$ ГПа. Сталевий намел у кількості 8 %, що контактував із зернами SiC, у разі проникнення через плівку кварцу активно взаємодіє з карбідом кремнію і утворює силіцид Fe₂Si, що розташований поряд із зернами карбіду кремнію, у zdeформованому гарячим пресуванням стані має мікротвердість $H_{\mu} = 9,3$ ГПа, та має вносити свій внесок у загальну твердість композита цього складу.

За підвищення концентрації SiC до 80 % у шихті (72 % у композиті) (див. рис. 1, з) вміст сталевому намелу у композиті збільшується майже удвічі – з 6 до 12 % унаслідок більшої абразивної дії карбіду кремнію на барабани під час розмелу (див. табл. 1). Такий вміст карбіду кремнію суттєво підвищує температуру гарячого пресування до 2050 °С, але рекристалізаційний ріст зерен менший, 10–15 мкм, за рахунок меншого вмісту корундової зв’язки з мікротвердістю $H_{\mu} = 11,8$ ГПа (див. рис. 1, з, сірі островці вгорі, ліворуч, праворуч та внизу), шихта такого складу пресується лише за рахунок втискування частинок карбіду кремнію у пори між такими ж зернами (суттєва деформація фази підвищує мікротвердість до $H_{\mu} = 32,5$ ГПа), та характеризується підвищеною пористістю, ~ 4 %. Сталевий намел у таких умовах повністю перетворюється у силіцид заліза з мікротвердістю $H_{\mu} = 12,8$ ГПа. Динаміка зміни мікротвердості фаз у композиті (див. табл. 2) свідчить про ступінь деформування фази за тиску гарячого пресування.

Для встановлення природи хімічної взаємодії компонентів композиційної кераміки було проведено мікрорентгеноспектральний аналіз поверхонь композита 46SiC–46Al₂O₃–8Fe₂Si за збільшення від ×1000 до ×3000 (рис. 2). Зазвичай спостерігали ріст зерен до 15–20 мкм (у 3–4 рази) із середніх компонентів шихти розміром 4,9 мкм (див. рис. 2, а). За збільшення до ×2000 зони спостерігали розділення світлих включень на білі та сірі (див. рис. 2, б). Найбільшу зацікавленість викликає ділянка контакту світлих фаз із карбідом кремнію і оксидом алюмінію, яку спостерігали за збільшення ×3000 (див. рис. 2, в).

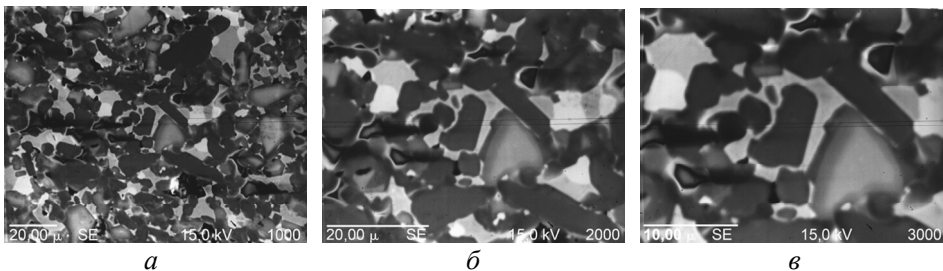


Рис. 2. Мікроструктура отриманих зразків системи SiC–50Al₂O₃ зі сталевим намелом: ×1000 (а), ×2000 (б), ×3000 (в).

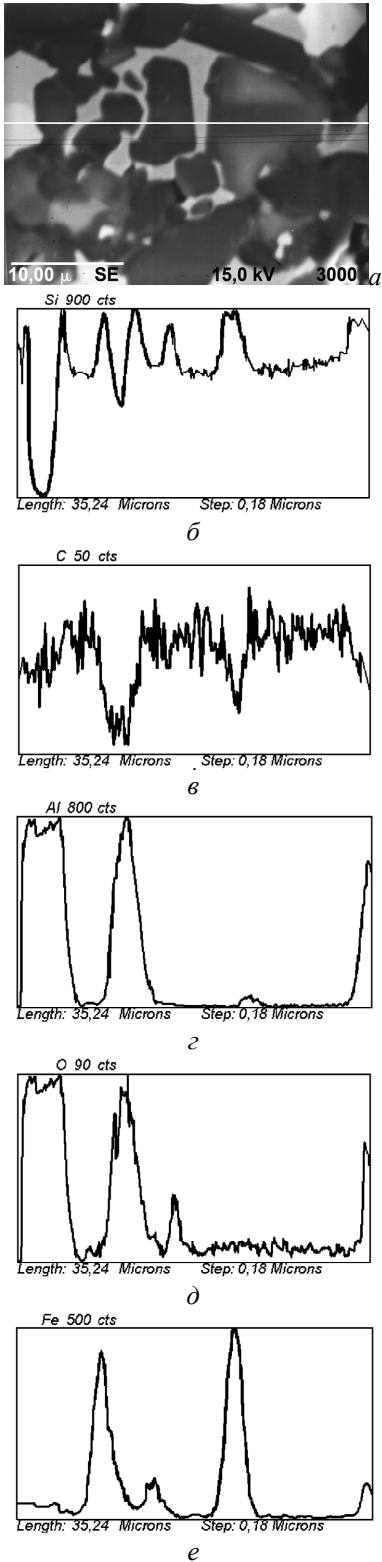


Рис. 3. Мікроструктура отриманих зразків системи $\text{SiC}-50\text{Al}_2\text{O}_3$ (а) та розподіл у ній кремнію (б), вуглецю (в), алюмінію (г), кисню (д), заліза (е).

Поелементний МРСА цієї структури показано на рис. 3. Спектри кремнію та вуглецю (див. рис. 3, б і в) свідчать про те, що праворуч контактують зерна карбіду кремнію розміром 5, 7 та 12 мкм, а спектри алюмінію та кисню (див. рис. 3, г і д) свідчать про те, що ліворуч контактують дві частинки оксиду алюмінію розміром 5 мкм. Зерна карбіду кремнію контактують із фазою на основі заліза та кремнію, а частинки оксиду алюмінію з чистим залізом про що свідчить спектр розподілу заліза (див. рис. 3, з) та проміжок імпульсів на спектрах решти елементів. Така активна хімічна взаємодія подвійно впливає на твердість композита. З одного боку залізо “розчиняє” карбід кремнію з утворенням силіциду заліза, а з іншого – суттєво подрібнює, у результаті відбувається рекристалізації зерен карбіду кремнію, що вирости (див. рис. 3), залізо мов би подрібнює зерна карбіду кремнію. Але мікротвердість фази Fe_2Si складає тільки $H_{\mu} = 9,3$ ГПа, а для SiC $H_{\mu} = 33$ ГПа, тому така взаємодія на загальну твердість композита впливатиме радше негативно. Фаза силіциду за температури пресування добре пластифікується та “облипає” вихідні компоненти шихти.

Поелементний МРСА структури матеріалу $72\text{SiC}-16\text{Al}_2\text{O}_3-12\text{Fe}_2\text{Si}$ (вихідної шихти складу $\text{SiC}-20\text{Al}_2\text{O}_3$) за збільшення $\times 2500$ показано на рис. 4. Спектри кремнію (див. рис. 4, б) вуглецю (див. рис. 4, в) та заліза (див. рис. 4, г), свідчать про те, що біля карбіду кремнію залізний намел повністю перетворюється на силіцид заліза, а біля оксиду алюмінію зберігає структуру фази на основі заліза.

Загальний вплив концентрації карбіду кремнію в композиті системи $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}_3$ зі сталевим намелом показано на рис. 5.

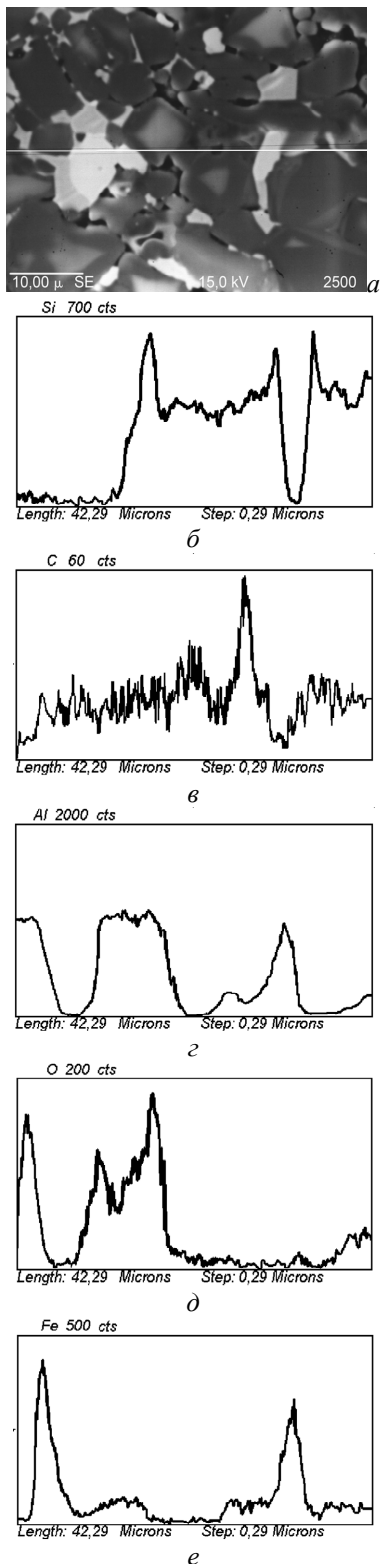


Рис. 4. Мікроструктура отриманих зразків системи $\text{SiC}-20\text{Al}_2\text{O}_3$ (а) та розподіл у ній кремнію (б), вуглецю (в), алюмінію (г), кисню (д), заліза (е).

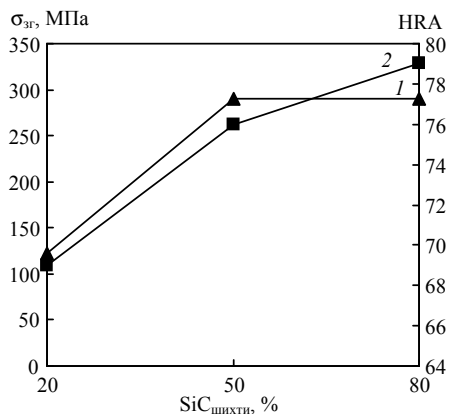


Рис. 5. Залежність механічних характеристик кераміки $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}_3$ зі сталевим намелом у залежності від вмісту карбіду кремнію у вихідній шихті: 1 – міцність на згин; 2 – твердість.

Зокрема міцність на згинання збільшується до 50 % SiC у шихті, а з подальшим збільшенням насичується і навіть зменшується, що пов'язано із підвищенням пористості композита. Твердість композита монотонно збільшується зі збільшенням концентрації карбіду кремнію у шихті.

ВИСНОВКИ

Дослідженням впливу сталевого намелу на механічні властивості керамічного композита системи $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}_3$ встановлено, що вона монотонно збільшується зі збільшенням концентрації карбіду кремнію у шихті з 69 до 79 HRA, а міцність на згинання з 122 до 290 МПа, проте порівняно з чистою шихтою, що без намелу [3] механічні характеристики не суттєво погіршуються.

Застосування наведеної технології отримання керамічних композитів системи $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}_3$ дозволить суттєво пришвидшити розмел шихти, пришвидшити процес гарячого пресування та зменшити температуру, що заощадить енергетичні витрати.

ФІНАНСУВАННЯ

Роботу виконано за кошти фізичних осіб у відділі № 30 “Конструкційної кераміки та керметів” Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України.

КОНФЛІКТ ІНТЕРЕСІВ

Автори заявляють, що вони не мають конфлікту інтересів.

A. H. Dovhal, L. B. Pryimak, V. V. Varijukhno, O. M. Biliakovych

National Aviation University, Kyiv, Ukraine

Effect of steel millings on structure and mechanical properties

of composite materials of SiC–Al₂O₃ components system

Effect of steel millings to the structure of composition materials of the SiC – Al₂O₃ components that acquired in steel vessels with steel milling bodies has been researched. Such physical and mechanical properties of acquired specimens, as bend strength and hardness have been researched. Optimum values of these descriptions in relation to content and manufacturing modes of acquisition have been established.

Keywords: ceramics, composite, millings, strength, hardness, density, porosity.

1. Довгаль А.Г. Влияние времени размолла на структуру и износостойкость керамических материалов системы SiC–Al₂O₃ в паре с керамическим контртелом. *Проблеми трибології*. 2012. № 1. С. 20–26.
2. Umanskii A.P., Dovgal' A.G., Subbotin V.I., Timofeeva I.I., Mosina T.V., Polyarys E.N. Effect of grinding time on the structure and wear resistance of SiC–Al₂O₃ ceramics. *Powder Metall. Met. Ceram.* 2013. Vol. 52, no. 3–4. P. 189–196.
3. Dovgal A.G., Varijukhno V.V., Pryimak L.B. Effect of the structure formation of SiC–Al₂O₃ composites with various activating dopants on their strength and hardness. *J. Superhard Mater.* 2020. Vol. 42. P. 96–100.
4. Mukhopadhyay A. K. Indentation fatigue in silicon nitride, alumina and silicon carbide ceramics. *Bull. Mater. Sci.* 2001. Vol. 24, no. 2. P. 105–109.
5. Mandal S., Seal A., Dalui S.K., Dey A.K., Ghatak S., Mukhopadhyay A.K. Mechanical characteristics of microwave sintered silicon carbide. *Bull. Mater. Sci.* 2001. Vol. 24, no. 2. P. 121–124.
6. Das Santanu, Murthy V.S.R., Murty G.S. High temperature flow behaviour of SiC reinforced lithium aluminosilicate composites. *Bull. Mater. Sci.* 2001. Vol. 24, no. 2. P. 215–218.
7. Panneerselvam M., Rao K.J. Preparation of Si₃N₄–SiC composites by microwave route. *Bull. Mater. Sci.* 2002. Vol. 25, no. 7. P. 593–598.
8. Kumar Singh K., Singh S., Shrivastava A.K. Study of tribological behavior of silicon carbide based aluminum metal matrix composites under dry and lubricated environment. *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2016. Vol. 2016. P. 1–11.
9. Zhu G., Zou X.P., Cheng J., Wang M.F., Su Y. Synthesis and characterization of SiO₂ and SiC micro/nano structures. *Archives Metall. Mater.* 2008. Vol. 53, no. 3. P. 727–734.
10. Kovziridze Z.D., Nizharadze N.S., Tabatadze G., Mshvildadze M., Nikoleishvili E., Mestvirishvili Z. Composite Stable to Corrosive Media in SiC–Al₂O₃–Si₂ON₂ System. *J. Electron. Cool. Therm. Control.* 2013. Vol. 3. P. 74–84.
11. Zhang X.F., Lee G.Y., Chen D., Ritchie R.O., De Jonghe L.C. Abrasive wear behavior of heat-treated ABC-silicon carbide. *J. Am. Ceram. Soc.* 2003. Vol. 86, no. 8. P. 1370–1378.
12. Datta M.S., Bandyopadhyay A.K., Chaudhuri B. Sintering of nano crystalline α silicon carbide by doping with boron carbide. *Bull. Mater. Sci.* 2002. Vol. 25, no. 3. P. 181–189.
13. Warriar K.G.K., Anil M., Ananthakumar S. Densification and mechanical properties of mullite–SiC nanocomposites synthesized through sol–gel coated precursors. *Bull. Mater. Sci.* 2001. Vol. 24, no. 2. P. 191–195.
14. Jeong Y.-K., Niihara K. Microstructure and properties of alumina-silicon carbide nanocomposites fabricated by pressureless sintering and post hot-isostatic pressing. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 2011. Vol. 21. P. s1–s6.
15. Guo Zh., Kim Ta. Y., Lei K., Pereira T., Sugar J.G., Hahn H.Th. Strengthening and thermal stabilization of polyurethane nanocomposites with silicon carbide nanoparticles by a surface-initiated-polymerization approach. *Compos. Sci. Technol.* 2008. No. 68. P. 164–170.

Надійшла до редакції 12.10.23

Після доопрацювання 02.11.23

Прийнята до опублікування 03.11.23