

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

Київський авіаційний інститут, м. Київ, Україна

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

Вплив складу композитів системи SiC–Al₂O₃ на твердість та тріщиностійкість

Досліджено вплив складу композита системи SiC–Al₂O₃, на твердість та тріщиностійкість, що розраховували непрямим методом за сумарною довжиною тріщин в кутках відбитків ромбічної форми на твердомірі Віккерса. Встановлено залежності твердості та тріщиностійкості цих композитів від вмісту компонентів композита.

Ключові слова: кераміка, композит, намел, твердість, тріщиностійкість.

ВСТУП

Сучасні методи порошкової металургії дозволяють отримувати композиційні матеріали із заданим широким спектром фізико-механічних властивостей за допомогою варіювання складу та технологічних особливостей отримання матеріалу. Перспективною цариною синтезу керамічних матеріалів є гетерофазні (багатокомпонентні) композити з активаторами ущільнення та утворення міжфазних зв'язків, що одночасно дозволяють уникати надлишкової пористості та сповільнюють небажаний процес зростання фазових зерен, а водночас, і внутрішньозеренних дефектів, що суттєво послаблюють фізико-механічні властивості композита. Компоненти композита на основі системи карбід кремнію–оксид алюмінію хімічно абсолютно не взаємодіють за високих температур синтезу, а тому отримана структура є гетерофазною та дрібнозернистою, а оскільки зелений політип карбіду кремнію завдяки особливостям технології отримання завжди вкрито плівкою кварцу – оксидом кремнію, а з оксидом алюмінію кварц утворює дуже міцні зв'язки, то і зв'язок між фазами має високу міцність. Для поліпшення технологічного процесу отримання, зокрема часу синтезу, температури та вартості витратних матеріалів можна вводити у нього різні активаційні домішки та супутні технологічні домішки, вплив яких досліджували раніше [1, 2]. Такі морфологічні особливості композита зумовлюють високу міцність та зносостійкість для матеріалів триботехнічного призначення. Також вплив структури композита на його твердість та тріщиностійкість цікавить багатьох науковців.

Зокрема, в [3] було досліджено квазістатичну тріщиностійкість K_{Ic} реакційнозв'язаної та спеченої без тиску кераміки методом чотириточкового згинання зразка зі шевронною засічкою. Геометрія зразка була за конфігурацією А випробувального стандарту ASTM C1421. Випробування проводили на електромеханічній універсальній випробувальній машині. Методику цифрової кореляції зображень використовували для перевірки ядра та зростання тріщини через зміщення відкриття устя тріщини. Реакційнозв'язаний композит мав вище значення K_{Ic} , ніж кераміка, спечена без

тиску, можливо, через наявність кремнієвої фази, котра виявляє квазіподатливу поведінку тріщини.

Так, у [4] йшлося про випробування згинанням у чотирьох точках карбідокремнієвих та карбідоборових керамік та керамічних композитів, що було виготовлено спіканням без тиску, та за методикою реакційного зв'язування, процедуру провадили за нанесеної шевронної засічки для визначення значень їхньої статичної та динамічної тріщиностійкості. Випробування на динамічну тріщиностійкість провадили на модифікованій натискній стійці Гопкінса для дослідження впливу високошвидкісного навантаження на значення тріщиностійкості та характеристики тріщиноутворення. Поверхню тріщини було досліджено оптичною профілометрією та сканувальною електронною мікроскопією для перевірки шорсткості поверхні та морфології тріщини. Реакційнозв'язані керамічні композити виявилися такими, що мають підвищені значення тріщиностійкості порівняно з керамікою, спеченою без тиску. Це збільшення пов'язане зі зміною режиму розтріскування реакційнозв'язаних матеріалів та спричиненими обробкою залишковими стискуваними напруженнями у середині кремнієвої фази.

У дослідженні [5] зазначено, що у разі використання карбіду кремнію у великорозмірних керамічних композитах складної форми було обрано графенові пластинки (ГрП) для зміцнення карбідокремнієвої кераміки, отриманої реакційним спіканням за 1700 °С. Було вивчено вплив вмісту ГрП на мікроструктуру, фазовий склад та механічну поведінку реакційнозв'язаної карбідокремнієвої кераміки. Густина композита зменшувалась зі збільшенням вмісту ГрП через агломерацію ГрП. Під час реакційного спікання графен реагував з розплавленим кремнієм з утворенням міцного шару, що внесло певні механізми збільшення жорсткості включно з перекриттям тріщин, зміцнення за допомогою витягання та розшарування. За вмісту 1 % (за масою) ГрП міцність на згин та тріщиностійкість композита досягали максимальних значень 436 МПа та $5,7 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ відповідно. Отже, ця розробка забезпечує можливість отримання високих характеристик карбідокремнієвої кераміки за допомогою реакційного спікання та використання графенових пластин.

У [6] зазначено, що тріщиностійкість чотирьох різних карбідокремнієвих матеріалів вимірювали методами однобічної балки з попередньою тріщиною (ОБПТ) та індентуванням твердості. Було розроблено дві різні марки матеріалу з подібною мікроструктурою і хімічним складом та виявлено різні режими тріщиноутворення. Марка матеріалу, що виявила переважне міжзеренне розтріскування мала тріщиностійкість ОБПТ, що дорівнювала $6,4 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ і була на 88 % більша ніж та, що мала переважно наскрізозеренне розтріскування ($3,4 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$). Вищу тріщиностійкість пов'язували з помірним збільшенням середньої міцності (25 %), проте там було значне збільшення модулю Вейбулла (11–32). Тріщиностійкість за короткої довжини тріщини оцінювали методом індентування, що використовує міцність тріщиноутворення, довжину тріщини під час розтріскування та новий метод оцінки константи δ , який характеризує залишкову рушійну силу пластичної зони, що ґрунтується на стійкому зростанні тріщини індентування з початкової довжини (c^0) до довжини нестабільності (c^*). Результати показали, що різке зростання опору росту тріщини мала марка матеріалу, в якому відбувалося міжзеренне розтріскування, у той час як марка, що демонструвала наскрізозеренне розтріскування, мала пологий опір росту тріщини. Випробування на двох комерційних марках карбіду кремнію показали подібну поведінку, пов'язану з відповідними режимами розтріскування.

У [7] дослідники отримали керамічні матеріали, що показали дуже низьку тріщиностійкість, котра обмежувала їхнє застосування. Для поліпшення стійкості керамічних матеріалів нещодавно було розроблено металокерамічні композити. У представленій роботі тріщиностійкість керметів, що ґрунтуються на сплаві SiC–Cu, отриманому реакційним інфільтруванням, вимірювали за кімнатної температури за допомогою методу однобічно засіченої балки. Було отримано значення до $11 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, ці значення було порівняно з тріщиностійкістю комерційних матеріалів. Результати тріщиностійкості прямо пов'язані з кількістю інфільтрованої металічної фази. Було розраховано енергію розтріскування за значеннями K_{Ic} та модуля Юнга, отриманого за допомогою згинальних випробувань у чотирьох точках. Різниця у значеннях тріщиностійкості пов'язана з пористістю та типом розтріскування різних систем. Мікроструктурний аналіз поверхні тріщини автори провадили за допомогою сканувального електронного мікроскопа. Було розглянуто роль різних експлуатаційних механізмів зміцнення, як то огинання тріщиною, зв'язування містками, розгалуження та розсіювання енергії через мікродозтріскування та/або мікропластичність.

У [8] досліджували тріщиностійкість керамічних матеріалів, подібних карбїду кремнію (SiC) наноіндентуванням пірамідальними інденторами. Наразі більшість використовуваних моделей тріщиностійкості було розроблено для інденторів Віккерса та обмежені специфічною геометрією тріщини. Було перевірено чинність методу тріщиноіндентування для вимірювання тріщиностійкості монокристалічного SiC за пружно-пластичної анізотропії та залежності орієнтації навколо осі C у разі індентування у напрямку $\langle 0001 \rangle$ за допомогою наноіндентування різними пірамідальними інденторами. Було проаналізовано залишкові відбитки за допомогою скануючої електронної мікроскопії для вимірювання довжини тріщини та чинності існуючих методів та рівнянь вимірювання тріщиностійкості. Використовували комбінацію наноіндентування з різними пірамідальними інденторами, що використовували в широкому діапазоні ефективних напружень та в моделюванні кінцевими елементами для дослідження властивостей течії монокристалічного SiC у напрямку $\langle 0001 \rangle$. Спостерігали, що він є поперечно ізотропним незалежно від орієнтації відносно осі C за індентування політипу SiC-6H у напрямку $\langle 0001 \rangle$ індентором Берковича. Також виявлено для індентора Берковича, що моделі Джанга і Фарра, котрі ґрунтуються на моделі Лона для кінчних/напівколо-подібних тріщин, дають приблизно постійні значення за малих навантажень ($< 1 \text{ Н}$), у той час як за вищих навантажень ($> 1 \text{ Н}$) модель Ложіє дає постійні значення тріщиностійкості. Було використано аналіз кінцевих елементів з еквівалентними конусами разом з вимірюванням твердості для визначення межі текучості, визначено показники холодного нагартування та криву напруження–деформація для монокристалічного політипу SiC-6H у напрямку $\langle 0001 \rangle$.

У [9] оцінювали тріщиностійкість спеченого карбїду кремнію (α -SiC) та карбїду кремнію, зміцненого частинками дибориду титану (TiB_2/SiC), з використанням під час згинання зразків, що мали шевронні засічки та наскрізні товщинні попередні тріщини за підвищеної навколишньої температури на повітрі та у вакуумі. Значення тріщиностійкості вимірювали для випробувальних зразків з наскрізними товщинними попередніми тріщинами є меншими за всіх випробувальних температур. Ущільнення частинками показало значне зміцнення матриці лише за кімнатної температури. За температури випробування 1200°C різниця тріщиностійкості між двома матеріалами змен-

шується, а з підвищенням температури до 1600 °C зменшується далі, поки два матеріали не набували значення тріщиностійкості, що не відрізнялися. Це є прямим доказом того, що домінуючим механізмом зміцнення у композиті є ефект термічних залишкових напружень, котрі зникають за підвищених температур. Фрактографічні спостереження дали можливість припустити, що зв'язування між частинками SiC та TiB₂ є порівняно слабким через брак міжфазової когезії частинок, що спостерігали за всіх температур випробування. Проте, вимірювання шорсткості поверхні показало, що внесок у тріщиностійкість збільшує огинання тріщини у композиційному матеріалі за кімнатної температури.

У [10] вивчено механічні і фізико-хімічні характеристики волокон SiC_f, що отримано силіціюванням вуглецевої тканини випарами SiO. Встановлено, що отримані волокна SiC_f мають міцність на розтягнення – 1500±120 МПа, модуль пружності – 110±10 ГПа, мікротвердість – 10,7±0,4 ГПа, вміст кисню – не більш 2 % (за масою). Показано, що характеристики міцності волокон SiC_f, отриманих силіціюванням вуглецевої тканини випарами SiO, у 1,5–2 рази нижче характеристик міцності волокон Nicalon через принципово різні способи отримання волокон і, можливо, різні властивості (мікроструктуру, наявність мікротріщин) вуглецевого волокна вихідної тканини, виготовленої фірмою Toho Tenax HTS40-E13-3K (Японія). Проте, використання отриманих волокон SiC_f дозволяє суттєво підвищити механічні характеристики армованих композитів SiC/SiC_f.

Результати вимірювань критичного коефіцієнта інтенсивності напружень карбіду кремнію фірми Saint Gobain, отриманого методом самопоширюваного високотемпературного синтезу (СВС), зі вмістом домішки Y₂O₃–Al₂O₃ (3:5) (10 % (за масою)) для спікання без волокон і з 5 та 10 % (за масою) волокон SiC_f для армування показали наступне. Зі збільшенням компоненту для армування (до 10 % (за масою)) значення критичного коефіцієнта інтенсивності напружень зростає не менш, ніж на 25–30 %. Значення критичного коефіцієнта інтенсивності напружень у зразків із карбіду кремнію фірми “Saint Gobain” без волокон складає 4,5±0,2 МПа·м^{1/2}, а зі вмісту волокон у складі 10 % (за масою) критичний коефіцієнт інтенсивності напружень зростає до 5,9±0,2 МПа·м^{1/2}. Для зразків із карбіду кремнію, отриманих методом СВС, значення критичного коефіцієнта інтенсивності напружень без волокон складає 4,8±0,3 МПа·м^{1/2}, а зі вмісту волокон 10 % (за масою) критичний коефіцієнт інтенсивності напружень зростає до 6,2±0,3 МПа·м^{1/2}.

У дослідженні [11] методом планування експерименту (рівнянням регресії) встановлено залежності міцності та тріщиностійкості самозв'язаного SiC поліфракційного складу від розміру і співвідношення фракцій. Показано, що найкращі властивості реалізуються у двофракційній області. Проведено модельний експеримент та вивчено заліковування тріщини за підвищеної температури під механічним напруженням. Розроблено і теоретично обґрунтовано методику термомеханічної обробки керамічних карбідокремнієвих матеріалів з метою підвищення міцності та тріщиностійкості.

Сутність процесу полягає в тому, що готується пориста заготовка із частинок первинного карбіду кремнію SiC і частинок вуглецю. Ця заготовка просочується розплавленим кремнієм. У процесі просочування кремнієм триває реакційне спікання, яке в різноманітних технологічних варіантах проводять за температур 1600–2100 °C. Кремній у процесі реакційного спікання реагує з вуглецем, у результаті чого утворюється вторинний карбід кремнію SiC", що оточує первинні зерна SiC у вигляді оболонки або дрібних зерен. У

процесі реакційного спікання відбувається також часткове розчинення SiC в кремнії і його перекристалізація у SiC". У результаті формується карбідний каркас із включеннями надлишкового вільного кремнію. Частинки вуглецю, що не прореагував за оптимальної технології отримання матеріалу, можуть бути практично повністю усунуті, і тоді матеріал можна розглядати як двофазний, що складається із SiC (каркас) і Si (включення). Тріщиностійкість отриманих композитів залежить від їхньої зернистості, зокрема, для грубозернистої системи – $1,79\text{--}2,38 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, середньозернистої системи – $2,6\text{--}3,05 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, дрібнозернистої системи – $3,26\text{--}3,62 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$.

У [12] спікання матеріалу здійснювали впродовж 20 хв під тиском 30 МПа за температури 2150 °С. Структура гарячепресованого карбіду кремнію була однорідною, а щільність і твердість виробів досягають значень $3,19 \text{ г/см}^3$ і 25 ГПа відповідно. Проте відносно низька продуктивність цього технологічного процесу і висока собівартість виробів з такої кераміки не дозволяють використовувати цю технологію для масового виробництва виробів зі самозв'язаного карбіду кремнію. Було отримано наступні значення тріщиностійкості: карбіду кремнію, отриманого методом СВС, – $3,5\text{--}4,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, самозв'язаного карбіду кремнію – $4\text{--}5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$.

У [13] домішками карбіду кремнію поліпшували тріщиностійкість удароміцного скла (кварцу) наступним способом. Для підвищення механічних властивостей до складу розробленого ситалу було введено 10 % (за масою) $\alpha\text{-SiC}$ або 5 % (за масою) ZrO_2 стабілізованого Y_2O_3 (Y-ZrO_2) та отримано високоміцні композиційні матеріали. На підставі проведених досліджень встановлено наступні технологічні принципи, які можна реалізувати у процесі розробки ударостійких композиційних матеріалів, а саме:

- забезпечення щільно упакованої структури матеріалу за наявності фракцій з розміром $63\text{--}125 \text{ мкм}$ – $\sim 70 \%$ (за об'ємом); з розміром $25\text{--}63 \text{ мкм}$ – 15% (за об'ємом); з розміром $< 25 \text{ мкм}$ – 15% (за об'ємом).

- формування тонкодисперсної ситалізованої структури матеріалу з наявністю високоміцних кристалічних фаз β -сподумену в кількості $\sim 85 \%$ (за об'ємом) в умовах низькотемпературної термічної обробки;

- блокування тріщин та підвищення твердості за рахунок структурної перебудови матеріалу у процесі формуванні композита у разі введенні 5 % (за масою) оксиду цирконію стабілізованого ітрієм або 10 % (за масою) карбіду кремнію.

Завдяки вищеназваним параметрам одержано композиційний матеріал з високими експлуатаційними властивостями: $HV = 8,94 \text{ ГПа}$; $K_{Ic} = 8,1 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$.

Зокрема, високу ударостійкість розроблених композиційних матеріалів було підтверджено балістичними випробуваннями за вимогами ДСТУ В 4104–2002. Зразок витримав обстріл гострокінцевою кулею Б-32 $5,45 \text{ мм}$ зі сталевим термозміцненим осердям у сталевій оболонці з автомату АК-74. Після потрапляння кулі було встановлено розтріскування 8 та 12 мм шарів за відсутності наскрізного пробою.

Насамкінець, у дослідженнях [14, 15], методику котрих використано у представленій роботі (індентування полірованої поверхні матеріалу індентором Віккерса за постійного збільшення навантаження та мікроскопічного спостереження за морфологією відбитків та їхнє аналітичне опрацювання), також було отримано високі значення твердості і тріщиностійкості для карбидокремневої кераміки. Зокрема, для композита складу $\text{B}_4\text{C-SiC-Si}$ за навантаження 500 Н твердість дорівнювала 6 ГПа , а для композита складу $\text{SiC-TiB}_2\text{-B}_4\text{C}$ за навантаження на індентор $50\text{--}300 \text{ Н}$ контактна міцність дорівню-

вала 1,5–0,9 ГПа [14]. Для порівняння було досліджено ряд твердих сплавів, наприклад, для твердого сплаву ВК-6 у діапазоні навантажень на індентор 100–500 Н коефіцієнт тріщиностійкості дорівнював $\sim 12 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ [15].

Метою даної роботи є дослідження впливу сталевго намелу на базові механічні властивості гарячепресованих композитів $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}_3$ з різним вмістом оксидаалюмінієвої зв'язки. Щоб інтенсифікувати розмел було використано сталеві барабани для розмелювання та сталеві розмельні тіла, що є важчими за керамічні. Можливий вміст намелу може суттєво знизити температуру гарячого пресування, що поліпшує енергозбереження процесу синтезу [2], проте і впливає на структуру і властивості композита. Це дозволяє спростити технологію масового виробництва деталей для широкого спектру галузей застосування.

МЕТОДИКА І МАТЕРІАЛИ

Для проведення експериментальної частини дослідження використовували порошки карбіду кремнію марки 64С (ГОСТ 26 327–84) із середнім розміром зерна 45–55 мкм та оксиду алюмінію (ТУ 6-09-03-350–73), що мав переважну кількість модифікації корунду $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ середній розмір складав 45–50 мкм. Ці порошки у відповідних концентраціях розмелювали в сталевих барабанах об'ємом 340 см^3 , виготовлених зі Ст3 зі сталевими розмельними тілами, виготовленими зі 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 із 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 $100 \text{ }^\circ\text{C}/\text{хв}$. Під час гарячого пресування безперервно фіксували усадку за допомогою мікрометричного індикатора, механічно з'єднаного з важелем плити пресу. Навантаження прикладали за температури $800 \text{ }^\circ\text{C}$. Для механічних випробувань виготовляли зразки у формі паралелепіпеду розміром $5 \times 5 \times 35 \text{ мм}$.

Температуру під час гарячого пресування контролювали оптичним пірометром “Промінь”. Отримані зразки шліфували на плоскошліфувальному верстаті алмазними кругами для досягнення строгої паралельності опорної та індентованої поверхонь. Індентовану поверхню полірували.

Твердість за Вікерсом, ГПа визначали пірамідальним індентором з кутом при вершині $\beta_V \approx 68^\circ$ за формулою

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2}, \quad (1)$$

де P , кг – навантаження на індентор, що змінювали у межах 5–20 кг, оскільки менші навантаження узагалі не лишають відбитки на кераміці такої твердості, а до більших навантажень не вдавалися, щоб не пошкодити власне індентор;

d , мм – середня діагональ ромбоподібного відбитка індуентування (зокрема для кращої вірогідності використовували не менше десяти відбитків). Тривалість навантаження складала 10 с.

Тріщиностійкість $K_{Ic} = \frac{\beta P}{c^{3/2}}$, МПа·м^{1/2} визначали непрямым методом за

довжиною радіальних тріщин на оптичному мікроскопі МИМ-10 відбитків індентора, згідно з методикою, викладеною у [14, 15]. Зокрема, формула для визначення тріщиностійкості мала вигляд

$$K_{Ic} = \frac{2\alpha}{\pi\sqrt{6\pi}} \left(\frac{\sqrt{1-(a/c)}}{a/c} - \frac{1}{2} \ln \left| \frac{\sqrt{1-(a/c)}-1}{\sqrt{1-(a/c)}+1} \right| \right) \frac{P}{c^{3/2}}, \quad (2)$$

де навантаження на індентор P , що варіювали у межах 5–20 кг, сприяє утворенню навколо відбитка зони дилатації, тобто переходу від пружного опору стиснення сферичної зони під відбитком до початку її розтріскування і утво-

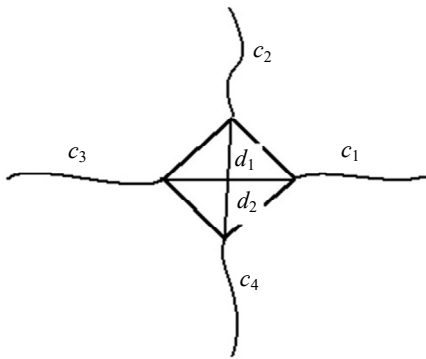


Рис. 1. Схема обробки відбитків індуентування твердоміром Віккерса: d_1, d_2 – діагоналі відбитка; c_1, c_2, c_3, c_4 – довжини радіальних тріщин при вершинах ромбоподібного відбитка.

Для дослідження структури, фазового складу, а також розподілу і складу елементів у кожній з фаз кераміки, використовували мікрорентгеноспектральний аналіз на мікроаналізаторі електронного мікроскопа РЕМ-106И. Потім електронні зображення з мікроскопа опрацьовували для визначення діагоналей відбитка та довжини радіальних тріщин при вершині відбитків за допомогою програмного середовища графічного редактора Autodesk AutoCAD 2013.

АНАЛІЗ РЕЗУЛЬТАТІВ І ОБГОВОРЕННЯ

Технологічні умови отримання матеріалів системи SiC–Al₂O₃ наведено у табл. 1. Було встановлено, що протягом 6 год розмелювання середній розмір частинок шихти складав від 4,4–4,9 мкм. Потім під час гарячого пресування за допомогою повільного підігріву визначали найнижчу температуру, за якої розпочиналося усадження (ущільнення). Вона складала, залежно від вмісту SiC, 1550–2050 °С, що на 150–200 °С нижче ніж такої ж шихти без сталевго намелу [2]. Методами хімічного та спектрального аналізу було визначено масову частку намелу, що змінювалася від 6 до 12 % зі збільшенням вмісту SiC від 20 до 80 %. Також було визначено густину та пористість зразків

(див. табл. 1). Оскільки отримували шихту в сталевих барабанах, то склад шихти змінювався і в залежності від наявності абразивних складових SiC та Al₂O₃, вміст сталевого намелу теж змінювався. Фазовий склад докладно було вивчено у [2].

Після отримання компактних матеріалів було виготовлено паралелепіеди розміром 5×5×35 мм для індентування на твердомірі Віккерса (табл. 2) та люстеркові шліфи для визначення твердості *HV* і тріщиностійкості *K_{IC}*. Після рентгенофазового аналізу на дифрактометрі ДРОН-2,0 було встановлено, що загалом зберігаються фази SiC, Al₂O₃, Fe, а зі збільшенням вмісту карбіду кремнію він інтенсивно взаємодіє із залізом та активно утворює силіциди Fe₂Si, зокрема за вмісту 50 та 80 % SiC¹. З появою нового компоненту, в кераміці змінюється склад вихідних компонентів (див. табл. 2).

Таблиця 1. Технологічні умови отримання матеріалів на основі карбіду кремнію-оксиду алюмінію 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

Таблиця 2. Фазовий склад і властивості керамічних матеріалів на основі карбіду кремнію-оксиду алюмінію зі сталевим намелом

Склад пресованої кераміки, %	Твердість <i>HV</i> , ГПа	Тріщиностійкість, МПа·м ^{1/2}
19SiC–75Al ₂ O ₃ –6Fe	9,5	8,2
46SiC–46Al ₂ O ₃ –8Fe ₂ Si	9,4	8,1
72SiC–16Al ₂ O ₃ –12Fe ₂ Si	8,1	7,5

Для ретельного вивчення поведінки композитів під час індентування різного складу було проведено мікроскопічні дослідження структури отриманих керамічних матеріалів за різного вмісту компонентів: 20, 50 та 80 % SiC. Зокрема, еволюцію дилатаційної зони розтріскування довкола відбитка піраміди Віккерса матеріалу складу SiC–20Al₂O₃ наведено на рис. 2.

На першому зображенні (див. рис. 2, *а*) наведено структуру композита складу 19SiC–75Al₂O₃–6Fe, що має дрібнозернисту рівномірну структуру, де спостерігали темно-сірі зерна SiC у світло-сірій Al₂O₃, де частинки сталевого намелу сплавилися за температури 1550 °С та заповнили можливі пори (< 1 %, див. табл. 1). Під час індентування полірованої поверхні матеріалу такого складу за навантаження 5 кг середня діагональ відбитка складала 97,6 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 22 мкм; за навантаження 10 кг (див. рис. 2, *б*) діагональ відбитка складала 128 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 27 мкм; за навантаження 15 кг (див. рис. 2, *в*) діагональ відбитка складала 194 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 85 мкм; за навантаження 20 кг (див. рис. 2, *г*) діа-

¹ Тут і далі склад матеріалів приведено у % (за масою).

гональ відбитка складала 205 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 144 мкм. Тріщина, що починається біля вершини відбитка, розповсюджується здебільшого по залишковим порам оксидаалюмінієвої фази та зупиняється на включеннях карбіду кремнію, що міцно тримаються за оксидаалюмінієву фазу за допомогою плівки муліту [2]. Самі грані відбитка піраміди Віккерса характеризуються крихким сколюванням і за навантаження 15 та 20 кг збереглися лише частково (див. рис. 2, в, з).

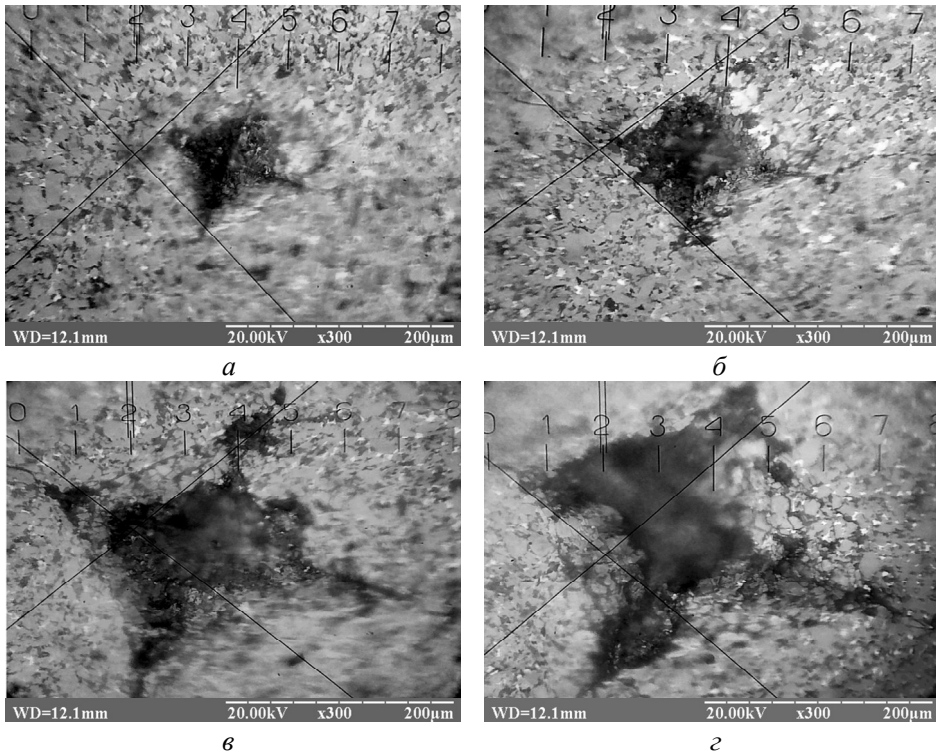


Рис. 2. Електронні зображення відбитків індуентування зразків складу $\text{SiC}-80\text{Al}_2\text{O}_3$ зі сталевим намелом за навантаження 5 (а), 10 (б), 15 (в), 20 (з) кг; $\times 300$.

Вплив підвищення концентрації SiC до 50 % у шихті (46 % у композиті) на процес індуентування показано на рис. 3, де видно, що збільшення температури гарячого пресування до 1700 °С призвело до помітного рекристалізаційного росту зерен SiC. Сталевий намел (8 %) прориває плівку кварцу, контактує із зернами SiC, активно з ними взаємодіє та утворює силіцид Fe_2Si , що розташовується поряд із зернами SiC.

Під час індуентування полірованої поверхні матеріалу такого складу за навантаження 5 кг середня діагональ відбитка складала 112 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 29 мкм; за навантаження 10 кг (рис. 3, б) діагональ відбитка складала 135 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 42 мкм; за навантаження 15 кг (рис. 3, в) діагональ відбитка складала 172 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 97 мкм; за навантаження 20 кг (рис. 3, з) діагональ відбитка складала 212 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 125 мкм. Стосовно особливостей розповсюдження тріщини для композита цього складу біля вершини відбитка, то можна констатувати, що між зернами карбіду кремнію спостерігали утворення більше тріщин, ніж у оксиді алюмінію та між фазами карбід кремнію–

оксид алюмінію. Фази силіциду заліза, що є домішкою, якої не можна уникнути внаслідок розмелу в сталевих барабанах та сталевими розмельними тілами, легко руйнуються ніби “пропускаючи” тріщину власне і по фазі, і на міжфазовій межі. Можливо саме вони роблять внесок у зменшення твердості та тріщиностійкості композита цього складу, проте їхній вміст складає ~ 8 %, тому цей внесок розглядали як несуттєвий. Як видно на рис. 3, *a–г*, за всіх навантажень добре видно відбитки граней піраміди Віккерса, але оскільки потік електронів відбивається під кутом до приймача, то зображення не чітке. Можливо цей потік електронів дещо спотворив фазовий контраст сусідніх ділянок зображення поверхні, що були строго перпендикулярні до приймача.

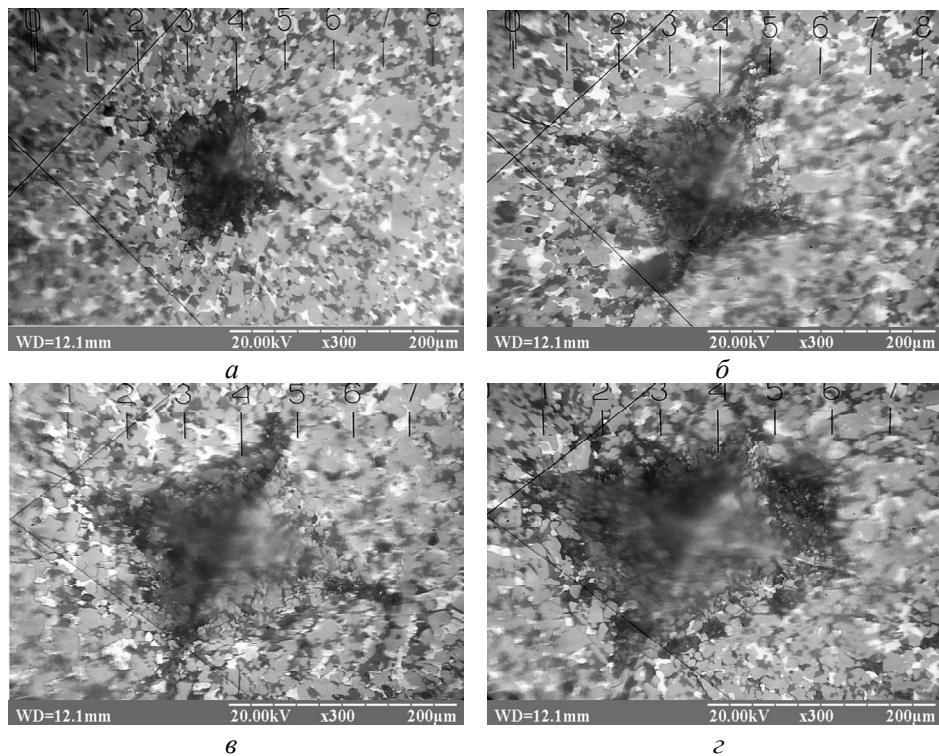


Рис. 3. Електронні зображення відбитків індування зразків складу $\text{SiC}-50\text{Al}_2\text{O}_3$ зі сталевим намелом за навантаження 5 (*a*), 10 (*б*), 15 (*в*), 20 (*г*) кг; $\times 300$.

Вплив підвищення концентрації SiC до 80 % у шихті (72 % у композиті після гарячого пресування з технологічними домішками) видно на рис. 4. Нагадаємо, що у цьому разі вміст сталевого намелу в композиті збільшується удвічі (з 6 до 12 %) унаслідок більшої абразивної дії карбіду кремнію на барабани під час розмелу (див. табл. 1). Майже увесь сталевий намел через активну взаємодію з карбідом кремнію перетворюється на силіцид заліза і тому композит має склад $72\text{SiC}-16\text{Al}_2\text{O}_3-12\text{Fe}_2\text{Si}$ з несуттєвими домішками вільного вуглецю. Результати індування такого матеріалу показано на рис. 4.

Так, за навантаження 5 кг середня діагональ відбитка складала 130 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 44 мкм; за навантаження 10 кг (рис. 4, *б*) діагональ відбитка складала 155 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 38 мкм; за навантаження 15 кг (рис. 4, *в*) діагональ відбитка складала 185 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 104 мкм; за навантаження 20 кг (рис. 4, *г*) діагональ відбитка складала

188 мкм, середня довжина тріщини від вершини відбитка – 115 мкм. Довжина тріщини, що розповсюджується від вершини відбитка у зразках композита з таким складом, менше порівняно з двома попередніми зразками, проте це не поліпшує тріщиностійкість K_{Ic} , оскільки такий зразок має більше значення середньої діагоналі відбитка, що теж за прийнятої методики обрахунку є умовним продовженням тріщини до центру відбитка і входить у загальну довжину тріщини [14, 15]. І дійсно, тріщина здебільшого розповсюджується через деформовано стиснуті зерна карбіду кремнію, що з'єднані плівкою кварцу SiO_2 , і розділяється на гілки на границях фаз. А у разі появи на її шляху іншої фази, наприклад, оксиду алюмінію або силіциду заліза, тріщина взагалі зникає. Композит цього складу має менші значення твердості та тріщиностійкості, ймовірно, через його пористість (див. табл. 1) та більшу концентрацію домішкових фаз силіциду заліза (див. табл. 2).

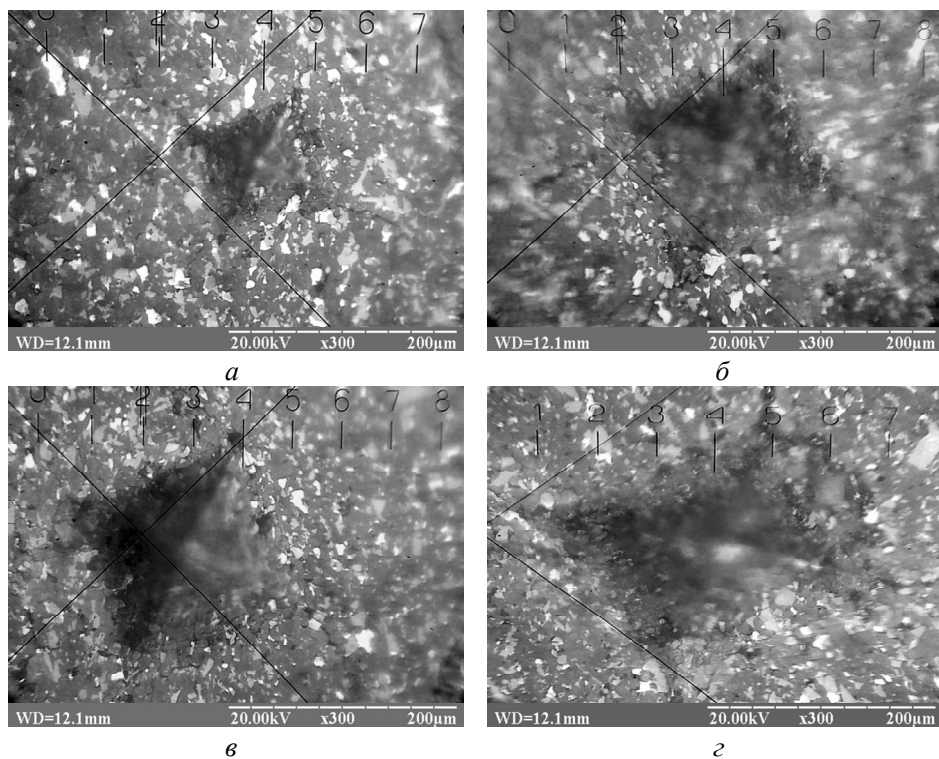


Рис. 4. Електронні зображення відбитків індування зразків складу $\text{SiC-80Al}_2\text{O}_3$ зі сталевим намелом за навантаження 5 (а), 10 (б), 15 (в), 20 (г) кг; $\times 300$.

Про еволюцію напружено-деформованого стану композиційної кераміки зі збільшенням навантаження на індентор дає уявлення характер зміни залежності механічних характеристик кераміки $\text{SiC-Al}_2\text{O}_3$ зі сталевим намелом від вмісту карбіду кремнію у вихідній шихті від навантаження на індентор (рис. 5.)

Так, у кераміці складу $\text{SiC-80Al}_2\text{O}_3$ (див. рис. 5, а, б, крива 1) у разі зростання навантаження на індентор з 5 до 10 кг відбувається пружна деформація кераміки з незначним розкриттям тріщин при вершині відбитка і це впливає на збільшення значення твердості (від 9,97 до 11,61 ГПа) і тріщиностійкості (7,14 до 9,41 $\text{МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$). За подальшого збільшення навантаження на індентор від 15 до 20 кг відбувається інтенсивне руйнування дилатаційної зони під

ядром відбитка [14, 15] та викришування граней піраміди відбитка (див. рис. 2, в, г) і значення твердості та тріщиностійкості знижуються, а потім знов зростають від 7,47 до 8,96 ГПа та 7,61 до 8,68 МПа·м^{1/2} відповідно.

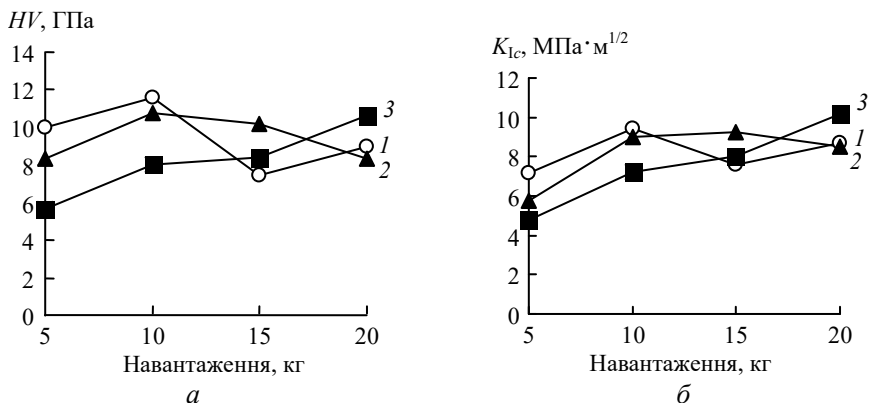


Рис. 5. Залежність твердості HV (а) і тріщиностійкості K_{Ic} (б) композиційних матеріалів системи $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}_3$ з металевим намелом залежно від їхнього складу та навантаження на індентор: 1 – $\text{SiC}-80\text{Al}_2\text{O}_3$; 2 – $\text{SiC}-50\text{Al}_2\text{O}_3$; 3 – $\text{SiC}-20\text{Al}_2\text{O}_3$.

Для композита складу $\text{SiC}-50\text{Al}_2\text{O}_3$ (рис. 5, а, б, крива 2) у разі зростання навантаження на індентор від 5 до 10 кг значення твердості та тріщиностійкості спочатку монотонно збільшуються до ймовірного максимуму з 8,36 до 11,77 ГПа та 5,73 до 9,03 МПа·м^{1/2} відповідно, що, очевидно, знаходиться для твердості біля значення навантаження 10 кг, а для тріщиностійкості біля значення 15 кг тобто теж відбувається пружна деформація дилатаційної зони під ядром відбитка та початкове розкриття тріщин. Під час зростання навантаження від 15 до 20 кг теж відбувається розтріскування дилатаційної зони, напружений стан якої врівноважує навантаження на індентор [14, 15], що спостерігали за монотонним спаданням твердості від 10,21 до 8,36 ГПа та за деяким зміщенням максимуму тріщиностійкості від 9,26 до 8,54 МПа·м^{1/2} за навантаження 15 кг.

Матеріал складу $\text{SiC}-20\text{Al}_2\text{O}_3$ (рис. 5, а, б крива 3) у процесі зростання навантаження на індентор від 5 до 20 кг мав наступні властивості. Протягом збільшення навантаження твердість і тріщиностійкість монотонно зростали від 5,68 до 10,63 ГПа та від 4,75 до 10,14 МПа·м^{1/2} відповідно. Проте спостерігали деяке сповільнення зростання за значень навантаження на індентор 10 та 15 кг. Тобто відбувалося нібито допресування кераміки з пористістю 4 % та руйнування порівняно слабких фаз силіциду заліза, вміст яких складає 12 %.

За остаточні значення твердості та тріщиностійкості композитів за методикою, викладеної у [14, 15], приймали середньозважені за всім діапазоном зміни навантажень. Загальний вплив концентрації карбіду кремнію в композиті системи $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}_3$ зі сталевим намелом показано на рис. 6.

Отримані значення (див. рис. 6) дуже добре корелюють з випробуваннями зразків на кулепробійність. Так, зразки дискової форми діаметром 100 мм та завтовшки 10 мм з композита складу $\text{SiC}-80\text{Al}_2\text{O}_3$ і $\text{SiC}-50\text{Al}_2\text{O}_3$ витримували по два влучання з відстані 5 м (майже впритул) в одну точку (у центрі) з автомату АК-47 гострокінцевою кулею без жодного руйнування внутрішньої поверхні. Композит складу $\text{SiC}-20\text{Al}_2\text{O}_3$ витримував лише одне влучання з розтріскуванням внутрішньої поверхні але без наскрізного проникнення другої кулі.

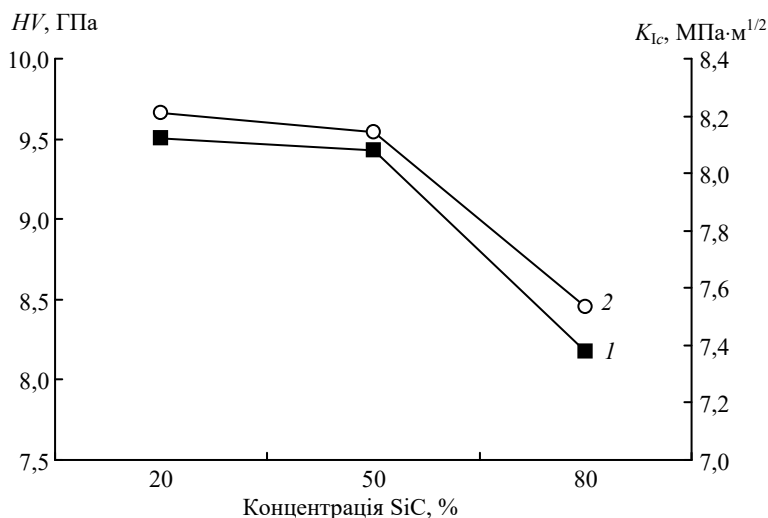


Рис. 6. Залежність середньозважених механічних характеристик кераміки SiC–Al₂O₃ зі сталевим намелом від вмісту SiC у вихідній шихті: 1 – твердість за Віккерсом; 2 – тріщиностійкість K_{Ic} .

ВИСНОВКИ

Концентраційна діаграма механічних властивостей композита системи SiC–Al₂O₃ зі сталевим намелом свідчить про наступне:

- композити складу SiC–80Al₂O₃ та SiC–50Al₂O₃ мають близькі значення твердості (9,5 і 9,4 ГПа) та тріщиностійкості (8,2 і 8,1 МПа·м^{1/2});
- кераміка складу SiC–20Al₂O₃ має менші значення твердості (8,1 ГПа) та тріщиностійкості (7,5 МПа·м^{1/2}) порівняно з композитами SiC–80Al₂O₃ та SiC–50Al₂O₃.

Для подальших досліджень було обрано композит складу SiC–50Al₂O₃, оскільки такі матеріали мають вищі значення зносостійкості та міцності на згинання.

Технологія отримання композита в сталевих барабанах зі сталевими розмільними тілами (тобто зі сталевим намелом) [16], хоча і погіршує фізико-механічні властивості композита порівняно з керамікою, отриманою без намелу, проте дозволяє у чотири рази збільшити швидкість виготовлення деталей та у півтора рази зменшити енергоємність процесу отримання.

ФІНАНСУВАННЯ

Дану роботу не фінансували із зовнішніх джерел.

КОНФЛІКТ ІНТЕРЕСІВ

Автори заявляють, що вони не мають конфлікту інтересів.

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

Kyiv Aviation Institute, Kyiv, Ukraine

Effect of composite materials content of SiC–Al₂O₃

components system on hardness and fracture toughness

Effect of composition materials content of the SiC –Al₂O₃ components on the hardness and fracture toughness has been researched. Fracture toughness has been calculated using indirect technique according to total length of cracks in corners of diamond shape imprints

of Vickers' hardness meter tester. Dependences of hardness and fracture toughness of these composite materials on their components content have been established.

Keywords: ceramics, composite material, millings, hardness, fracture toughness.

1. 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.
2. Dovhal A.H., Pryimak L.B., Varijukhno V.V., Biliakovych O.M. Effect of steel millings on the structure and mechanical properties of SiC–Al₂O₃ composites. *J. Superhard Mater.* 2024. Vol. 46, no. 4. P. 293–302.
3. Pittari J. III, Subhash Gh. Fracture toughness testing of advanced silicon carbide ceramics using digital image correlation. Department of Mechanical and Aerospace Engineering University of Florida. Gainesville. FL. 32611. USA. July 2015. P. 1–6.
4. Pittari J. III, Subhash Gh., Zheng J., Halls V. The rate-dependent fracture toughness of silicon carbide- and boron carbide-based ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2015. Vol. 35, is. 16. P. 1–35.
5. Li Sh., Luo X., Wei Ch., Gao P., Wang P., Zhou L. Enhanced strength and toughness of silicon carbide ceramics by graphene platelet-derived laminated reinforcement. *J. Alloys Compd.* 2020. Vol. 834, art. 155252.
6. Kaur S., Cutler R.A., Shetty D.K. Short-crack fracture toughness of silicon carbide. *J. Am. Ceram. Soc.* 2009. Vol. 92, no. 1. P. 179–185.
7. Ordoñez S., Martínez V., Agurto C., Carvajal L., Marín J., Olivares L. Fracture toughness of SiC–Cu based alloys cermets. *Mater. Sci. Forum*, 2005. Vol. 92, no. 1. P. 350–356.
8. Datye A., Schwarz U.D., Lin H.-T. Fracture toughness evaluation and plastic behavior law of a single crystal silicon carbide by nanoindentation. *Ceramics*. 2018. Vol. 1, no. 1. P. 198–210.
9. Brett R.L., Bowen P. Fracture toughness assessment of silicon carbide-based ceramics and particulate-reinforced composites. *Composites*. 1993. Vol. 24, is. 2. P. 177–183.
10. Фролова М.Г. Композиційна кераміка на основі карбіда кремнія, армірована волокнами карбіда кремнія. Авторефер. дис. ... канд. техн. наук, Москва, 2021. 23 с.
11. Гончарук В.А. Вплив структурних факторів на механічні властивості високоміцних композиційних матеріалів на основі тугоплавких сполук, Авторефер. дис. ... канд. фіз.-мат. наук. Київ, 2021.
12. Скоморохов І.О. Удосконалення структури та властивостей самозв'язаного карбіду кремнію, Кваліфікаційна робота другого магістерського рівня вищої освіти освітньої програми “Металургія кольорових металів”, Запоріжжя, 2021. 62 с.
13. Рябінін С.О., Саввова О.В., Брагіна Л.Л. Ударостійкі літіяломосилікатні склокристалічні матеріали для індивідуального захисту, *Тези наук. доп. міжнар. наук.-техн. конф. “Фізико-хімічні проблеми технології тугоплавких неметалевих та силікатних матеріалів”*, Україна, Дніпро, 2018. С. 45–46.
14. Галанов Б.А., Григорьев О.Н. Аналитическая модель индентирования хрупких материалов. Контактная прочность и трещиностойкость твердых сплавов. *Электронная микроскопия и прочность материалов*. Киев: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины, 2006. Вып. 13. С. 4–42.
15. Григорьев О.Н., Галанов Б.А., Котенко В.А., Иванов С.М. Контактная прочность и трещиностойкость твердых сплавов. *Электронная микроскопия и прочность материалов*. Киев: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. 2006. Вып. 14. С. 43–54.
16. Пат. №139976 України МПК C22C 29/02 (2006.01). Металокерамічний матеріал на основі карбіду кремнію та оксиду алюмінію / О.А. Тамаргазін, А.Г. Довгаль, В.В. Варюхно, О.В. Данилейко, Л.В. Курбет, О.Ю. Сидоренко. Заявл. 27.02.2019. Опубл. 10.02.2020. Бюл. № 3.

Надійшла до редакції 28.01.25

Після доопрацювання 20.02.25

Прийнята до опублікування 22.02.25