

4. Новик Ф. С. Математические методы планирования эксперимента в металлведении. — М.: МИСИС, 1972. — 106 с.

5. Комаров О. С., Сусина О. А., Садовский В. М. Особенности механизма изнашивания высокохромистого чугуна // Вести Национальной академии наук Беларуси. — 2000. — Вып. 1.

УДК 621.762

В. Н. КОВАЛЕВСКИЙ, докт. техн. наук,
А. В. КОВАЛЕВСКАЯ, канд. техн. наук,
И. А. ПАРФЕНЕНКО (БГПА)

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИМПУЛЬСНЫХ МЕТОДОВ НАГРУЖЕНИЯ

Уникальные физические и механические характеристики нанометрических керамических порошков сочетаются с относительно низкими технологическими свойствами. Поэтому традиционные технологии получения высокоплотной конструкционной керамики на основе карбида и нитрида кремния используют процесс горячего прессования или прессование при высоких давлениях. Температура спекания керамических материалов составляет около 2000 °С. Процесс формования предусматривает наличие в шихте технологических добавок, которые удаляются при нагреве керамических образцов перед спеканием. Температура спекания снижается введением добавок, которые активируют процесс спекания [1—5].

Взрывной импульсный способ прессования керамических материалов имеет ряд преимуществ перед традиционными способами уплотнения. Например, при контактной схеме нагружения, изменяя тип взрывчатого вещества, величину заряда, рабочую среду, получают давление от единиц до сотен килобар.

Взрывная обработка керамических порошков сопровождается эффектами активации поверхности. Следовательно, предложенный метод может быть использован как технологическая операция подготовки порошков к процессам формования и спекания. При правильно подобранных режимах метод позволит не только снизить температуру спекания, но и отказаться от применения активирующих добавок.

Разработанные технологии и оборудование для горячего импульсного вакуумного прессования, процессов сварки, упрочняющей термической и механической обработки позволили получить

керамические материалы на основе карбидов, в том числе с использованием нанометрических порошков в условиях высоких давлений и температур.

Процесс нагрева порошков проводился на установке в вакууме или защитной атмосфере со скоростью, обеспечивающей процесс жидкофазного спекания под давлением. Нагрев ($1600 - 1800$ °C) осуществлялся при помощи нагревателя и силового трехфазного трансформатора мощностью 160 кВт, максимальная сила тока 8000 А.

Импульсное нагружение в процессе высокотемпературного нагрева и вакуумирования позволило осуществить жидкофазное динамическое спекание керамических материалов. Давление в установке создавалось энергией взрыва, при этом вакуумная камера заменялась разовым контейнером. Активация и импульсное прессование порошков производились по контактной схеме с предварительным прессованием материала при низких давлениях ($200 - 250$ МПа).

Схема взрывной обработки порошков представлена на рис. 1. Процесс взрывной обработки предварительно нагретых и вакуумированных порошков *3* заключался в ударном нагружении и деформировании ампулы *1* (контейнера) зарядом бризантного взрывчатого вещества *2*. Нагрев производился при пропускании электрического тока через графитовый нагреватель *4* непосредственно перед инициированием заряда. В процессе обжима ампулы формируется высокоплотная заготовка *5*.

При ударной разгрузке керамических материалов характерно появление микротрещин. Правильный выбор параметров обработки дает возможность получить компактный материал с высокой прочностью сцепления. Малая длительность процесса (мкс) позволяет создать структуру материала с размерами зерен менее 1 мкм. Для керамических порошков целесообразно использовать взрыв-

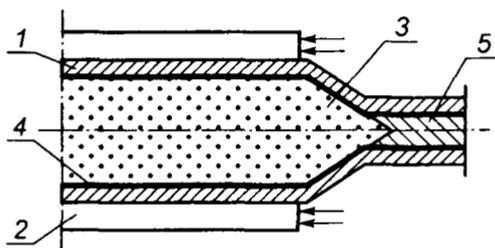


Рис. 1. Ампульная схема обработки порошковым взрывом



Рис. 2. Структура частиц порошка SiC марки 63С в исходном состоянии



Рис. 3. Структура частиц порошка 63С после взрывной обработки

ную обработку как процесс активации порошков с последующими традиционными технологическими операциями горячего прессования или прессования и спекания.

Микроструктура порошков изучалась на электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 100 кВ. Структуры частиц порошка SiC марки 63С Запорожского абразивного комбината (Украина) в исходном состоянии представлены на рис. 2. Форма частиц осколочная. Отмечается наличие крупных частиц большой толщины, а также частиц в виде тонких пластинок. На них видны дефекты упаковки и плоскости сдвига. Фазовый состав 99 % α -SiC.

Структура частиц порошка 63С после взрывной обработки по контактной схеме с использованием заряда взрывчатого вещества (аммонит 6ЖВ, скорость детонации 3500 м/с, толщина заряда 40 мм) представлена на рис. 3. Наблюдается повышение дефектности структуры. Возрастает активность поверхности. Фазовый состав практически не изменился. Наблюдается измельчение зерна до фракций 1,5–0,025 мкм с увеличением доли малых фракций свыше 60 %.

Структура исходных частиц порошка SiC марки FCP фирмы «STARK» (Германия) приведена на рис. 4. Форма частиц — типа осколков с повышенной активностью поверхности.

Размер частиц и свойства порошков приведены в таблице 1.



Рис. 4. Структура исходных частиц порошка SiC марки FCP



Рис. 5. Структура частиц порошка FCP после взрывной обработки

Структура частиц порошка FCP после взрывной обработки показана на рис. 5. На поверхности активированных взрывом частиц видны границы деформаций, по которым может происходить дальнейшее разрушение материала. Размер частиц 0,7—0,01 мкм с

Таблица 1

Размер частиц и свойства порошков

Марка	Вид обработки	Средний размер частиц, мкм	Удельная поверхность, м ² /г	Примеси, %
FCP	Исходный	0,56—0,64	>12	Fe<0,05; C _F <0,3; Si _F <0,1
63С	То же	2,10—3,10	~3,2	Fe>0,5; C _F >0,3; Si _F >0,3
SiC*	—«—	0,3	>48,4	Fe-0,02; Al-0,04; Si _F +C _F <0,08; Ti-0,01
FCP	Взрывом	0,01—0,52	>14	Те же
63С	То же	0,025—1,50	~5,3	—«—

* Нанометрический порошок

большой долей малых фракций. Фазовый состав практически не изменился.

Указанные порошки являлись исходным материалом для приготовления шихты при прессовании в аппаратах высокого давления. В качестве активирующей процесс спекания добавки использовали нанометрические порошки карбида кремния до 5 % (по массе).

Для получения керамики SiC был использован метод термобарической обработки карбида бора, позволяющий получить высокоплотную керамику с повышенным уровнем физических и механических характеристик без использования активаторов спекания либо при их небольшом количестве с существенным уменьшением времени спекания по сравнению с традиционными методами. Исследования процесса спекания проводили при давлении 7 ГПа в течение 20 с в интервале температур 1500—2200 °С. В качестве среды, передающей давление, использовали доломитовый контейнер ($\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3$), в котором находились трубчатые графитовые нагреватели с внутренним отверстием диаметром 6 мм и высотой 8 мм. Внутри нагревателя размещали образцы из спрессованного порошка карбида кремния, по торцам которых устанавливали графитовые цилиндрические пластины. Составы и свойства исходных порошков SiC представлены в таблице 1.

Первая партия образцов приготавливалась из шихты порошка 63С и FCP без добавок. Плотность образцов в зависимости от режима спекания под давлением изменялась незначительно: 3,18—3,2 г/см³. Коэффициент вязкости разрушения K_{IC} составил 3,0—4,3 МПа/м^{3/2}.

Вторая партия образцов приготавливалась из порошка 63С и FCP с последующей добавкой 5 % (по массе) нанометрического порошка SiC. Плотность образцов в зависимости от режима термобарического спекания изменялась незначительно: 3,16—3,2 г/см³. Коэффициент вязкости разрушения K_{IC} составил для композиций на основе порошка 63С 2,5—3,0 МПа/м^{3/2}, на основе порошка FCP — 3,1—3,4 МПа/м^{3/2}.

Свойства керамических материалов, полученных спеканием под давлением, представлены в таблице 2.

Анализ структуры поверхности образцов из порошков 63С и FCP с последующей добавкой 5 % (по массе) нанометрического порошка SiC, обработанных взрывом, показал наличие микротрещин, вызванных возникающими внутренними напряжениями. Для снятия внутренних напряжений часть образцов подвергалась отжигу в вакууме при температуре 800 °С в течение 2 ч. Микротвердость

Свойства керамических материалов

Состав	Температура спекания, °С	Вид обработки	Микротвердость, ГПа	Вязкость разрушения K_{Ic} , МПа/м ^{3/2}
FCP	1900—2200	Исходный	20,96—21,28	4,3
		Отжиг 800 °С	20,91—32,60	4,35
FCP + 2,5%SiC*	1650—1800	Исходный	22,50—23,30	2,7
		Отжиг 800 °С	25,10—25,90	3,0
FCP + 5%SiC*	1650—1800	Исходный	19,01—21,94	4,2
		Отжиг 800 °С	27,92—30,98	4,6
63C + 2,5%SiC*	1650—1800	Исходный	15,10—16,40	1,4
		Отжиг 800 °С	17,00—17,20	1,9
63C + 5%SiC*	1650—1800	Исходный	18,39—20,65	3,4
		Отжиг 800 °С	19,62—26,99	3,9

* Нанометрический порошок

образцов на основе порошков FCP составила 21,0—28,2 ГПа, коэффициент вязкости разрушения — 3,5—3,6 МПа/м^{3/2}, а на основе порошков 63C микротвердость — 19,6—26,0 ГПа, коэффициент вязкости разрушения — 2,8—3,0 МПа/м^{3/2}. Микротвердость образцов на основе порошков FCP в исходном состоянии после отжига составила 20,9—29,6 ГПа, коэффициент вязкости разрушения — 3,2—3,4 МПа/м^{3/2}.

Анализ результатов полученных исследований показал, что взрывная активация порошков SiC и введение в качестве активизирующих спекание нанометрических порошков обеспечивают снижение рабочих температур обработки до 1600—1700 °С. Это позволило получить плотность образцов, близкую к теоретической, с высокой микротвердостью и вязкостью разрушения.

Таким образом, выполнены исследования микроструктуры керамических порошков SiC марки 63C и FCP в исходном состоянии и после активации взрывом.

Разработаны методика, оснастка и оборудование для прессования керамических порошков взрывом с предварительным нагревом и вакуумированием контейнеров.

Отработаны режимы и схема взрывной обработки для активации керамических порошков без нагрева.

Выполнены экспериментальные исследования по активации порошков различных фирм-производителей («STARK», ФРГ, «ЗАК», Украина).

Отработана методика спекания керамических порошков в аппаратах высокого давления без активирующих процесс спекания добавок, порошков SiC с добавками нанометрических порошков, а также порошков, активированных взрывом.

Результаты предварительных экспериментов показали перспективность использования взрывной активации для снижения температур спекания керамики до 1650 °С, а также возможность использования нанометрических порошков в качестве добавок, активирующих процесс спекания.

ЛИТЕРАТУРА

1. Агеев В. А., Григорьев С. В., Ковалевский В. Н. Получение высокодисперсных порошков с помощью лазерной плазмы // Прогрессивные технологии обработки материалов. — Мн., 1998. — № 3. — С. 165—167.

2. Агеев В. А., Фигурин Б. Л., Фигурин К. Б. Плазмоактивный синтез однофазных аморфных керамических пленок в условиях реактивного магнетронного разряда // Прогрессивные технологии обработки материалов. — Мн., 1998. — № 3. — С. 167—169.

3. А. с. СССР № 1591254. Способ измельчения керамического порошка/ В. Н. Ковалевский и др.

4. Деформационные изменения в структуре Si_3N_4 —SiC / В. Н. Ковалевский, А. В. Ковалевская, Л. Ф. Керженцева, И. В. Фомихина, А. Е. Жук // Новые материалы и технологии в металлургии и машиностроении. — Запорожье, 1998. — № 2. — С. 79—86.

5. Технология получения и свойства керамических композиционных материалов Si_3N_4 —SiC / А. В. Ковалевская, Л. Ф. Керженцева, В. Н. Ковалевский // Материалы, технология, инструмент. — Мн., 1996. — № 2. — С. 38.