

УДК 549.613.4+661.862+546.271]:621.039.542.33

СПЕКАНИЕ СМЕСИ ПОРОШКОВ В СИСТЕМЕ Al_2O_3 – SiO_2 – β - SiAlON – TiC – Dy_2O_3 ПЛАЗМЕННО-ИСКРОВЫМ МЕТОДОМ ПРИ ВЫСОКОЙ НАГРУЗКЕ ПРЕССОВАНИЯ

Показано влияние добавки 2 и 5 мол. % Dy_2O_3 в ходе плазменно-искрового спекания при нагрузке прессования 60 МПа в интервале 1200–1600 °С на фазовый состав, микроструктуру, относительную плотность, открытую пористость, линейную усадку, физико-механические свойства и линейную корреляцию модуля упругости и ударной вязкости муллит–сиалон– TiC -образцов. Синтезированные порошки сиалона и TiC характеризуются соответственно интенсивной кристаллизацией. Увеличение содержания Dy_2O_3 от 2 до 5 мол. % в спекаемом составе с соотношением β - SiAlON / TiC = 70 / 30 мол. % способствует интенсивной муллитизации, активному приросту сиалона и менее интенсивному приросту TiC в интервале 1200–1600 °С, а также приводит к формированию менее плотно спекшейся кристаллической микроструктуры образца, содержащей частицы кристаллического TiO_2 круглой формы, поры и стеклообразную фазу на границах областей муллита–сиалона–твердого раствора TiC при 1500 °С. Образец с 5 мол. % Dy_2O_3 имеет меньшие значения относительной плотности, линейной усадки, физико-механических свойств в диапазоне 1200–1600 °С, меньшую стойкость к трещинообразованию с формированием микротрещин при 1500 °С и немного большую линейную корреляцию модуля упругости и ударной вязкости в интервале 1200–1600 °С.

Ключевые слова: муллит–сиалон– TiC , добавка Dy_2O_3 , плазменно-искровое спекание.

ВВЕДЕНИЕ

Плазменно-искровое спекание смесей оксидного и безоксидного порошков, например муллит– TiC , Al_2O_3 – SiO_2 – TiC – ZrC , Al_2O_3 – SiO_2 – TiC – TiN при небольшой нагрузке прессования (20–30 МПа) и Al_2O_3 – BN , муллит– BN при значительной нагрузке прессования (100 МПа), в диапазоне 1200–1700 °С базируется в основном на твердофазном спекании [1–5]. При этом процесс спекания определяется интенсивностью диффузии вещества между спекаемыми частицами в зависимости от их размеров и площади контакта и связан с образованием продуктов реакции на поверхности спекаемых частиц, что замедляет превращение исходных компонентов в конечные продукты и приводит к неравномерной микроструктуре образцов [2, 5].

В связи с этим смеси оксидного и безоксидного порошков спекают плазменно-искровым методом при значительной нагрузке прессования (75 МПа) в интервале 1200–1600 °С [6]. Та-

кие условия спекания способствуют активному переходу оксидного и безоксидного порошков (в зависимости от его содержания в спекаемой смеси) в вязкотекучее (пластическое) состояние [6]. Однако формирующиеся расплавы компонентов не образуют общую эвтектику и продуктов реакции (кристаллических фаз), а только взаимно насыщаются, причем степень взаимного насыщения расплавов и диффузия вещества через соответствующие расплавы компонентов значительно зависят от вязкости компонентов [6]. В результате формируется различно спекшаяся микроструктура, по-разному влияющая на трещиностойкость и физико-механические свойства материала [6]. В то же время значения свойств такого материала выше по сравнению с показателями свойств материалов, полученных в ходе твердофазного спекания смесей оксидного и безоксидного порошков при различной нагрузке прессования [2–4].

В силу вышеуказанных причин в плазменно-искровом спекании, аналогично традиционному спеканию смеси оксидных порошков [7], используют добавки оксидных порошков (Y_2O_3 , Yb_2O_3 , Gd_2O_3 , Dy_2O_3), формирующие с оксидным и безоксидным порошками легкоплавкие эвтектики и твердые растворы в виде стабильных в твердой



А. В. Хмелёв
E-mail: aleksejs.hmelov44@gmail.com,
aleksejs.rtu1@inbox.lv

фазе или нестабильных в жидкой фазе соединений [8–12]. Использование данного вида спекания и оксидных добавок с малыми катионными радиусами металлов наиболее стимулирует диффузию (внедрение) соответствующих катионов металлов в структуру исходных компонентов с активным образованием твердого раствора в твердой фазе [8, 9], который формируется также через образование и распад соединений разной стехиометрии в твердой фазе [8, 9]. Более интенсивно легкоплавкая эвтектика и твердый раствор формируются через образование и распад соединений промежуточного состава в жидкой фазе [10–12]. Легкоплавкая эвтектика стимулирует диффузию вещества через эвтектический расплав, способствуя развитию кристаллических фаз (например, муллита, кубического ZrO_2 , ZrB_2), увеличивает площадь контакта спекаемых частиц, способствуя наиболее равномерному и полному спеканию смеси порошков. Образующийся через легкоплавкую эвтектику твердый раствор уплотняет и укрепляет структуру на границах областей оксидных и безоксидных кристаллических фаз в ходе плазменно-искрового спекания, в результате чего увеличиваются упругие свойства и твердость материалов [10–12].

Цель работы — изучение влияния добавки 2 и 5 мол. % Dy_2O_3 в ходе плазменно-искрового спекания при нагрузке прессования 60 МПа в интервале 1200–1600 °C на фазовый состав, микроструктуру, относительную плотность, открытую пористость, линейную усадку, физико-механические свойства и линейную корреляцию модуля упругости и ударной вязкости образцов муллит–сиалон–TiC.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Методика получения смеси Al_2O_3 и SiO_2 , порошков сиалона и TiC, приготовления смесей оксидного и безоксидных порошков с добавкой Dy_2O_3

Для приготовления смеси использовали порошки Al_2O_3 (Aldrich, Belgium, чистота 97,5 %) и SiO_2 (Merck, Germany, чистота 97,5 %) в массовой пропорции (см. таблицу), отвечающей стехиометрии муллита, равной 3:2, перемешивали в планетарной мельнице (RETSCH PM 400) в течение около 10 мин с получением однородной смеси.

Порошки сиалона и TiC синтезировали в плазмохимической установке в вакууме при 1600 °C в течение 1 ч с использованием соответственно порошков $\beta-Si_3N_4$ (Aldrich, Belgium,

чистота 98,0 %), AlN (Merck, Germany, чистота 97,5 %) и Al_2O_3 (Aldrich, Belgium, чистота 99,5 %), TiO_2 (Aldrich, Belgium, чистота 98,0 %) и углерода (Merck, Germany, чистота 97,5 %) по реакциям: $Si_3N_4 + AlN + Al_2O_3 \rightarrow Si_3Al_3O_3N_5$ ($x = 3$) и $TiO_2 + 2C \rightarrow TiC + CO_2$.

Порошки сиалона и TiC с добавкой 2 и 5 мол. % Dy_2O_3 (Aldrich, Belgium, чистота 99,5 %) перемешивали в планетарной мельнице (RETSCH PM 400) в течение 10 мин с получением однородных смесей (см. таблицу). Полученную смесь порошков Al_2O_3 и SiO_2 , содержащую Dy_2O_3 , перемешивали с приготовленными смесями порошков сиалона, TiC и Dy_2O_3 в планетарной мельнице (RETSCH PM 400) в течение 10 мин.

Смеси насыпали в графитовую пресс-форму диаметром 30 мм и спекали плазменно-искровым методом (SPS, Summimoto, model SPS 825. CE, Dr. Sinter, Japan) в вакууме (6 Па) при нагрузке прессования 60 МПа с выдержкой 2 мин в диапазоне 1200–1600 °C со скоростью нагрева 100 °C/мин.

Методика определения свойств полученных порошков и спеченных образцов

Фазовый состав синтезированных порошков и спеченных образцов, а также микроструктуру, открытую пористость $P_{отк}$, относительную плотность $\rho_{отн}$, модуль упругости E , твердость по Виккерсу HV , площадь поверхности отпечатка S каждого образца (см. таблицу) рассчитывали методом, описанным в статье [3]. Теоретическая плотность компонентов порошков, г/см³: муллит 3,17, $\beta-Si_3Al_3O_3N_5$ 3,09, TiC 4,93. Ударную вязкость K_{IC} образцов определяли методом, описанным в статье [13].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Фазовый состав порошков сиалона и TiC, синтезированных плазмохимическим способом, показаны на рентгенограммах (рис. 1).

Состав фаз синтезированных порошков представлен в основном интенсивными дифракционными максимумами $\beta-SiAlON$ и TiC с незначительным количеством непрореагировавшего AlN и оксикарида титана. Данная фаза является нестехиометрическим составом карбида титана и содержит определенное количество непрореагировавших порошков TiO_2 и C.

Фазовый состав образцов смесей исходных компонентов, спеченных плазменно-искровым методом в диапазоне 1200–1600 °C, показан на рис. 2.

Массовые пропорции и соотношение компонентов в исходных составах

| Соостав* | Масса компонентов, г, на 100 г смеси | | Соотношение | |
|-----------------|------------------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------------|-------------------------------------|
| | $\beta-Si_3Al_3O_3N_5$ / TiC / Dy_2O_3 | $3Al_2O_3$ / $2SiO_2$ / Dy_2O_3 | $\beta-Si_3Al_3O_3N_5$ / TiC / Dy_2O_3 | $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ / Dy_2O_3 |
| M70SiAl30TiC2Dy | 91,67 / 8,33 / 3,17 | 71,8 / 28,2 / 4,27 | 28,92 / 2,62 / 1 | 23,42 / 1 |
| M70SiAl30TiC5Dy | 91,67 / 8,33 / 7,92 | 71,8 / 28,2 / 10,68 | 11,57 / 1,05 / 1 | 9,36 / 1 |

* Для обоих составов содержание, мол. %: $\beta-Si_3Al_3O_3N_5$ 70, TiC 30.

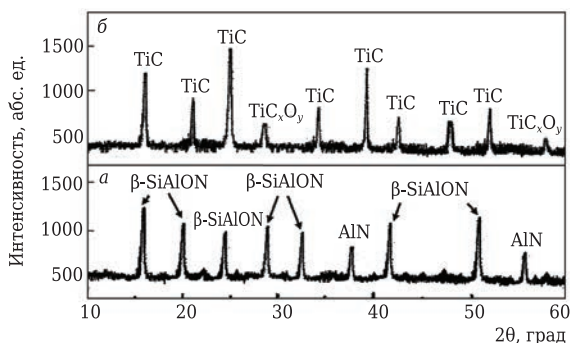


Рис. 1. Фазовый состав порошков сиалона (а) и TiC (б), синтезированных плазмохимическим способом при 1600 °С: TiC_xO_y — оксикарбид титана

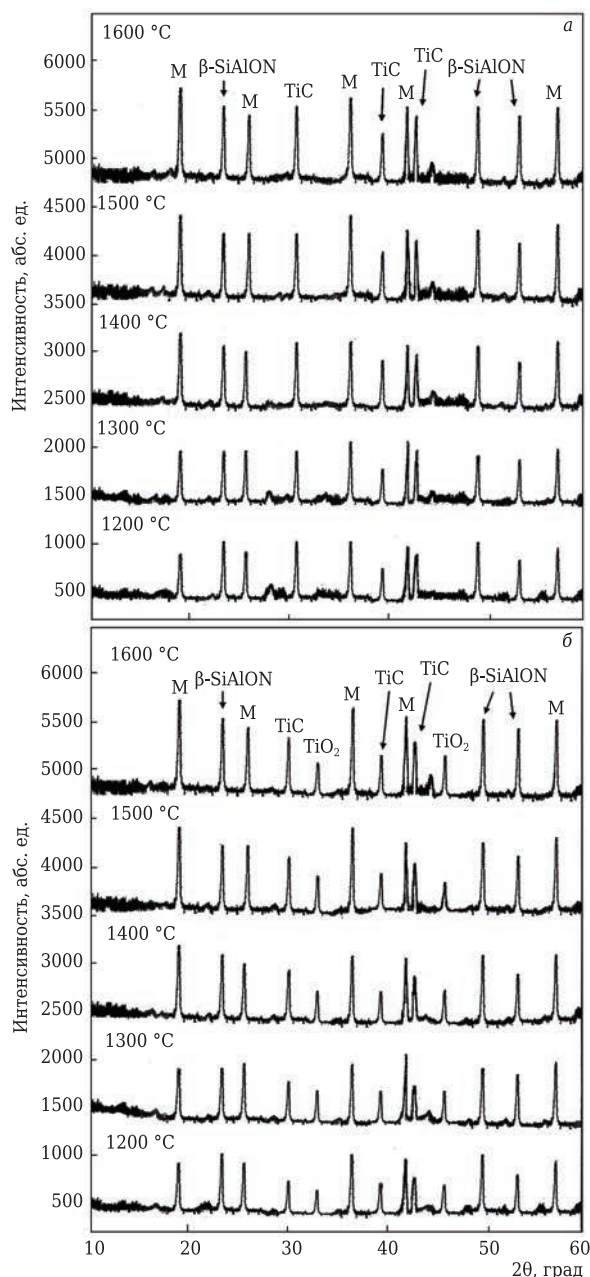


Рис. 2. Фазовый состав спеченных образцов составов $M70SiAl30TiC2Dy$ (а) и $M70SiAl30TiC5Dy$ (б) в диапазоне 1200–1600 °С: М — муллит ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)

В образцах с разным соотношением β -SiAlON и TiC с увеличением количества Dy_2O_3 от 2 до 5 мол. % наблюдаются интенсивная муллитизация и увеличение сиалона в интервале 1200–1600 °С. Активная муллитизация обусловлена формированием легкоплавкой эвтектики состава $Dy_3(Al, Si)_5O_{12}$, образующейся через взаимодействие Al_2O_3 и SiO_2 с добавкой Dy_2O_3 в системе Al_2O_3 – SiO_2 – Dy_2O_3 [12], что способствует интенсивному структурированию и формированию стехиометрического состава муллита. При этом инициация прироста муллита в образце с 5 мол. % Dy_2O_3 наблюдается при 1200 °С в отличие от аналогичного образца с 2 мол. % Dy_2O_3 , где интенсивная муллитизация начинается при 1250 °С. Увеличение сиалона связано с образованием легкоплавкой эвтектики между значительным количеством Si_3N_4 в составе сиалона и добавкой Dy_2O_3 , состоящей из оксинитрида состава Si_2N_2O , в системе Al_2O_3 – SiO_2 – Si_3N_4 – Dy_2O_3 [12]. В образце с 5 мол. % Dy_2O_3 увеличение β -SiAlON наблюдается при 1200 °С, в образце с 2 мол. % Dy_2O_3 — при 1250 °С. Увеличение данных кристаллических фаз дополнительно стимулируется пластической деформацией при нагрузке прессования 60 МПа с ростом температуры.

Увеличение TiC в образце с 5 мол. % Dy_2O_3 наблюдается при 1250 °С, а в образце с 2 мол. % Dy_2O_3 — при 1300 °С (см. рис. 2, а). Это обусловлено образованием твердого раствора TiC через формирующуюся легкоплавкую эвтектику в системе Al_2O_3 – SiO_2 – TiO_2 – Dy_2O_3 , стимулирующую диффузию (внедрение) Dy^{3+} в структуру TiC с замещением Ti^{4+} на Dy^{3+} до 1400 °С, образование и распад промежуточных соединений Dy_2TiO_5 и $Dy_2Ti_2O_7$ при растворении TiC в Dy_2O_3 в диапазоне 1400–1600 °С [8].

Увеличение Dy_2O_3 до 5 мол. % вызывает побочный процесс, связанный с окислением TiC с образованием кристаллического TiO_2^* при 1200 °С и наиболее интенсивным развитием данной фазы в диапазоне 1400–1600 °С (см. рис. 2, б), в образце с 2 мол. % Dy_2O_3 в интервале 1200–1600 °С фаза TiO_2 отсутствует (см. рис. 2, а). В интервале 1400–1600 °С интенсивность образования TiC снижается (см. рис. 2, б). Одновременно кристаллический TiO_2 образуется через структурирование в твердой фазе до 1400 °С и вязкое течение расплава TiO_2 в диапазоне 1400–1600 °С. Это коррелирует с интенсивностью дифракционных максимумов TiO_2 в каждом из температурных интервалов данного образца (см. рис. 2, б). При этом на рентгенограмме (см. рис. 2, б) заметно небольшое количество дифракционных максимумов TiO_2 . В результате менее активно развивается твердый раствор TiC, его окисле-

* Кристаллический TiO_2 образуется как отдельная фаза независимо от формирования легкоплавкой эвтектики в системе Al_2O_3 – SiO_2 – TiO_2 – Dy_2O_3 в интервале 1200–1600 °С.

ние не оказывает существенного влияния на структурирование и развитие TiC. Это объясняется активным формированием легкоплавкой эвтектики в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2\text{--Si}_3\text{N}_4\text{--Dy}_2\text{O}_3$ и снижением интенсивности окисления TiC при добавлении Dy_2O_3 в спекаемый состав с 5 мол. % Dy_2O_3 в интервале 1400–1600 °С.

Микроструктуры спеченных плазменно-искровым способом при 1500 °С образцов показаны на рис. 3.

Микроструктура образца с 2 мол. % Dy_2O_3 плотно спекшаяся, кристаллическая, состоящая из отдельных сильноспеченных участков в виде агломерированных областей с незначительным количеством мелких пор (см. рис. 3, а). В микроструктуре образца с 5 мол. % Dy_2O_3 заметны частицы кристаллического TiO_2 круглой формы, являющиеся продуктом окисления TiC при увеличении Dy_2O_3 , и большее количество пор (см. рис. 3, б). В первом случае данный результат обусловлен формированием легкоплавких эвтектик в системах $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2\text{--Si}_3\text{N}_4\text{--Dy}_2\text{O}_3$ и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2\text{--TiO}_2\text{--Dy}_2\text{O}_3$ (см. рис. 2, а), стимулирующих активную диффузию вещества и заполнение пор с увеличением температуры. Во втором случае окисление TiC с ростом температуры, вызванное большей концентрацией Dy_2O_3 , снижает интенсивность формирования легкоплавкой эвтектики между TiC и Dy_2O_3 и в меньшей степени — между муллитом, сиалоном и Dy_2O_3 (см. рис. 2, б). Это приводит к снижению спекания состава с ростом температуры (рис. 4) и формированию пор (см. рис. 3, б). На спекание также влияет механизм структурирования TiO_2 , обуславливающий рост кристаллического TiO_2 в микроструктуре образца (см. рис. 2, б и 3, б), в интервале 1400–1600 °С.

В диапазоне 1200–1600 °С наблюдаются увеличение $\rho_{\text{отн}}$, Δl и уменьшение $P_{\text{отк}}$ образцов. В образце состава M70SiAl30TiC2Dy уменьшается $P_{\text{отк}}$, максимальная степень спекания 92,3 % достигается при 1600 °С. Это обусловлено наиболее равномерным и полным заполнением пор диспрозийсодержащей жидкой фазой до 1350 °С в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2\text{--Si}_3\text{N}_4\text{--Dy}_2\text{O}_3$, образующейся при 1200 °С (см. рис. 2, а). Выше 1200 °С поры заполняются жидкой фазой в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2\text{--TiO}_2\text{--Dy}_2\text{O}_3$, формирующейся при 1300 °С (см. рис. 2, а). В интервале 1500–1600 °С спекание замедляется, значение $P_{\text{отк}}$ образца — 8,3 % при 1600 °С. Это объясняется спеканием образовавшихся через легкоплавкие эвтектики отдельных различно агломерированных участков (см. рис. 3, а).

Рост $\rho_{\text{отн}}$, Δl и снижение $P_{\text{отк}}$ образца состава M70SiAl30TiC5Dy в интервале 1200–1600 °С неоднородный: интенсивно повышается до 1400 °С и плавно снижается в интервале 1400–1600 °С. Относительно интенсивное увеличение спекания данного состава до 1400 °С обусловлено заполнением пор диспрозийсодержащей жидкой фазой в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2\text{--Si}_3\text{N}_4\text{--Dy}_2\text{O}_3$ и

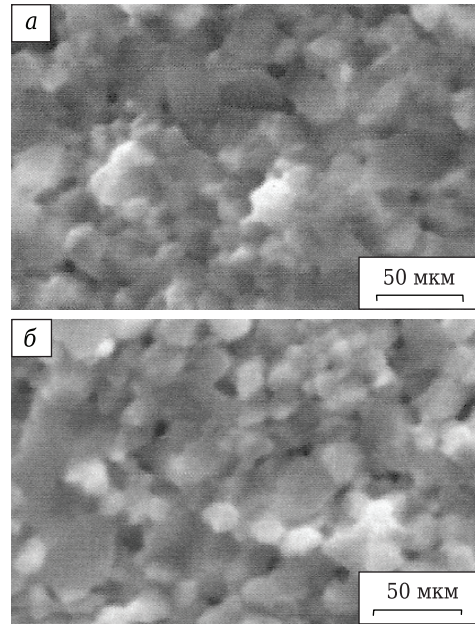


Рис. 3. Микроструктура спеченных при 1500 °С образцов составов M70SiAl30TiC2Dy (а), M70SiAl30TiC5Dy (б)

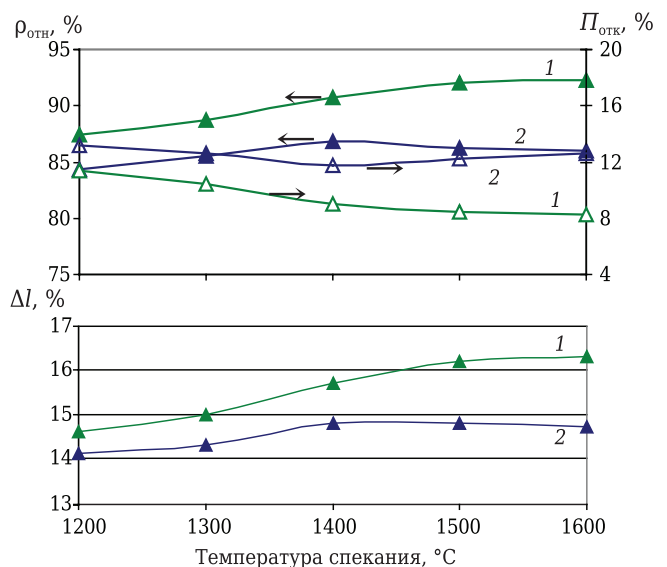


Рис. 4. Показатели $\rho_{\text{отн}}$, $P_{\text{отк}}$ и Δl образцов в диапазоне 1200–1600 °С с разным содержанием добавки Dy_2O_3 : 1 — M70SiAl30TiC2Dy ; 2 — M70SiAl30TiC5Dy

структурированием TiO_2 в твердой фазе (см. рис. 2, б). Плавное снижение спекания в интервале 1400–1600 °С объясняется менее активным заполнением пор жидкой фазой в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2\text{--TiO}_2\text{--Dy}_2\text{O}_3$ и вязким течением расплава TiO_2 с рекристаллизацией кристаллического TiO_2 (см. рис. 2, б).

Активный рост E , K_{Ic} и HV образца состава M70SiAl30TiC2Dy с ростом температуры объясняется интенсивным увеличением содержания твердого раствора TiC до 1500 °С (см. рис. 2, а), уплотняющего и укрепляющего структуру, плотной компоновкой зерен муллита-сиалона-

твердого раствора TiC (см. рис. 5, а) с незначительной границей областей кристаллических фаз, отсутствием пограничного слоя диспрозийсодержащей стеклообразной фазы (см. рис. 5, а₁) и формированием равномерной плотно спекшейся микроструктуры с малым количеством отдельных мелких пор (см. рис. 3, а). В интервале 1500–1600 °С увеличение значений данных свойств незначительно (см. рис. 6). Это связано с практически полным структурированием твердого раствора TiC (см. рис. 2, а). В ре-

зультате в образце повышается сопротивление действию внешней приложенной нагрузки и трещиностойкость с отсутствием микротрещин вокруг отпечатка вдавливания (см. рис. 7, а).

Аналогичное развитие физико-механических свойств с меньшими значениями наблюдается в образце состава M70SiAl30TiC5Dy в диапазоне 1200–1400 °С. Это связано со схожим механизмом образования твердого раствора TiC до 1400 °С (см. рис. 2, б), уплотняющего и укрепляющего структуру на границах областей муллита–сиа-

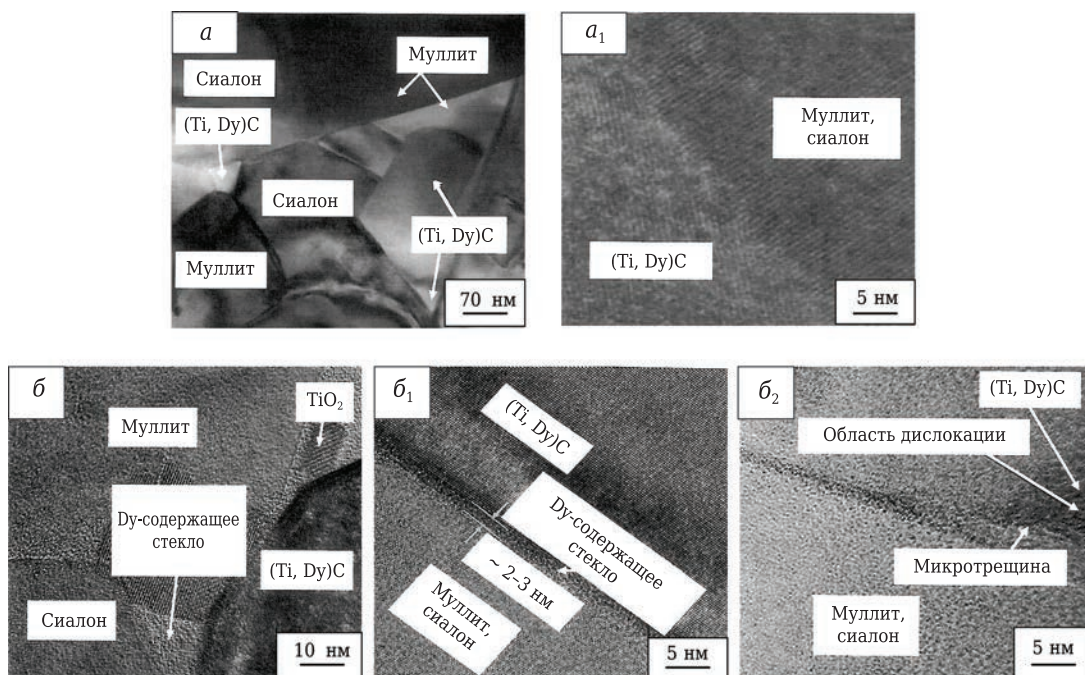


Рис. 5. Микроструктуры границ областей муллита, сиалона и твердого раствора TiC–(Ti, Dy)C спеченных образцов составов M70SiAl30TiC2Dy (а, а₁) и M70SiAl30TiC5Dy (б–б₂)

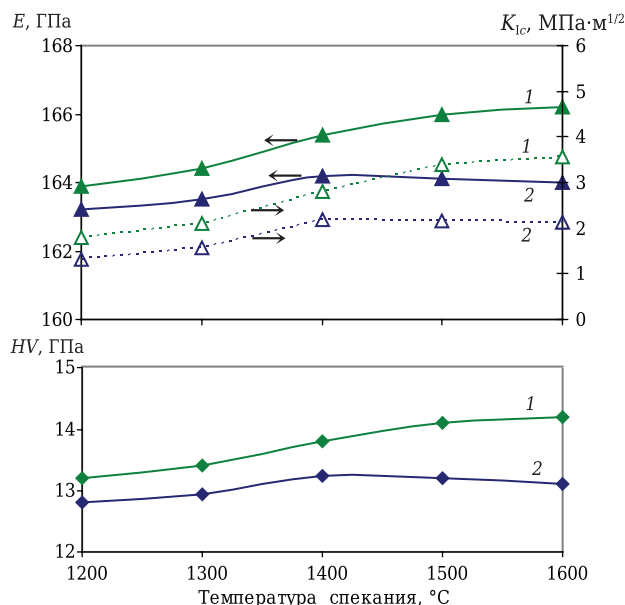


Рис. 6. Показатели E , K_{Ic} и HV образцов в диапазоне 1200–1600 °С с разным содержанием добавки Dy₂O₃: 1 — M70SiAl30TiC2Dy; 2 — M70SiAl30TiC5Dy

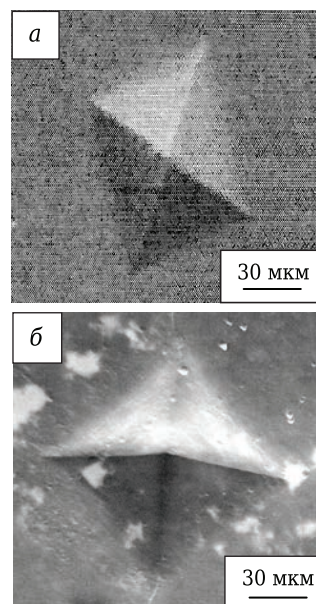


Рис. 7. Отпечатки вдавливания при измерении HV спеченных при 1500 °С образцов составов M70SiAl30TiC2Dy (а) M70SiAl30TiC5Dy (б)

лона- $\text{TiO}_2(\text{кристал.})$ -твердого раствора TiC . Однако в интервале 1400–1600 °C наблюдается плавное снижение показателей свойств образца. Это вызвано менее активным образованием твердого раствора TiC в ходе возрастающего окисления TiC добавкой 5 мол. % Dy_2O_3 с активным формированием кристаллического TiO_2 (см. рис. 2, б), влиянием пограничного слоя диспрозийсодержащей стеклообразной фазы толщиной примерно 2–3 нм между областями муллита-сиалона-твердого раствора TiC (см. рис. 5, б, б₁) и локальной дислокацией зерен твердого раствора TiC (см. рис. 5, б₂). Как результат, развивается хрупкость в области дислокации зерен твердого раствора TiC с распространяющейся микротрещиной внутри и за пределами данной дефектной области по извилистой траектории (см. рис. 5, б₂). Это приводит к формированию менее плотно спекшейся микроструктуры образца с большим количеством пор (см. рис. 3, б). Активность двух последних процессов связана с формированием недостаточно плотной структуры твердого раствора TiC . Заметна незначительная область дефектности (напряжения) в кристаллической фазе твердого раствора TiC вблизи пограничного слоя диспрозийсодержащей стеклообразной фазы, не вызывающая образования микротрещины (см. рис. 5, б₂). Это обусловлено упругой дислокацией в данной кристаллической области твердого раствора TiC благодаря в основном развитым упругим свойствам пограничного слоя диспрозийсодержащей стеклообразной фазы, нейтрализующей возникающие напряжения и развивающей упругие свойства в кристаллической области твердого раствора TiC образца. Несмотря на ряд дефектных областей, в целом структура образца сохраняет целостность. Как результат, постепенно снижается сопротивление образца действию внешней приложенной нагрузки с сохранением высокой трещиностойкости с распространением микротрещин по относительно извилистой траектории (см. рис. 7, б).

Результаты линейной корреляции E и K_{Ic} спеченных образцов показаны на рис. 8. Показатель величины R^2 для образца с 5 мол. % Dy_2O_3 немного выше, чем у образца с 2 мол. % Dy_2O_3 (см. рис. 8). При этом корреляция линейных прямых относительно точек (значений) E и K_{Ic} , а также их расположение относительно друг друга практически идентичны. Немного большее значение R^2 образца с 5 мол. % Dy_2O_3 обусловлено увеличением TiC с небольшим количеством кристаллического TiO_2 с ростом температуры (см. рис. 2, б) и уплотняющим влиянием диспрозийсодержащей стеклообразной фазы на структуру образца (см. рис. 5, б). Стеклообразная фаза на границах областей муллита-сиалона-твердого раствора TiC толщиной примерно 2–3 нм (см. рис. 5, б₁, б₂) увеличивает упругие свойства, которые компенсируют в определенной степени локальную хрупкость в области дислокации зерен твердого

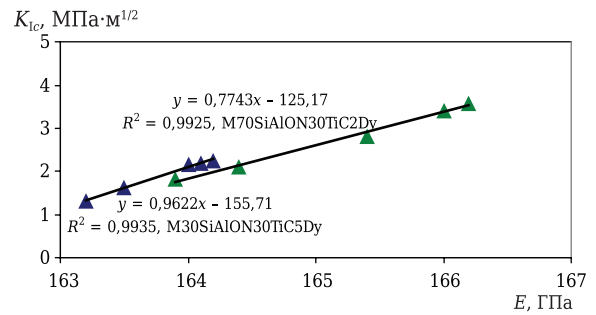


Рис. 8. Линейная корреляция E и K_{Ic} образцов в интервале 1200–1600 °C

раствора TiC вблизи пограничного слоя диспрозийсодержащей стеклообразной фазы образца (см. рис. 5, б₂). Активно формирующаяся легкоплавкая эвтектика в системе Al_2O_3 - SiO_2 - Si_3N_4 - Dy_2O_3 с увеличением температуры расходится в основном на спекание и наименее — в системе Al_2O_3 - SiO_2 - TiO_2 - Dy_2O_3 (см. рис. 2, б), способствуя образованию меньшего количества диспрозийсодержащей стеклообразной фазы. Снижение локальной хрупкости в области дислокации зерен твердого раствора TiC обусловлено упругими свойствами кристаллической области твердого раствора TiC вблизи пограничного слоя диспрозийсодержащей стеклообразной фазы (см. рис. 5, б₂). Это связано с плотной компоновкой зерен муллита-сиалона- $\text{TiO}_2(\text{кристал.})$ -твердого раствора TiC (см. рис. 5, б) и уплотняющим и укрепляющим влиянием $(\text{Ti}, \text{Dy})\text{C}$ в структуре кристаллической области твердого раствора TiC (см. рис. 5, б₂). Это также влияет на корреляцию линейной прямой относительно точек E и K_{Ic} , значение R^2 образца с 5 мол. % Dy_2O_3 .

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано влияние добавки 2 и 5 мол. % Dy_2O_3 в ходе плазменно-искрового спекания составов при нагрузке прессования 60 МПа в интервале 1200–1600 °C на фазовый состав, микроструктуру, относительную плотность, открытую пористость, линейную усадку, физико-механические свойства и линейную корреляцию модуля упругости и ударной вязкости образцов муллит-сиалон- TiC . Синтезированные порошки сиалона и TiC характеризуются интенсивной кристаллизацией.

Увеличение содержания Dy_2O_3 от 2 до 5 мол. % в спекаемом составе с соотношением $\beta\text{-SiAlON}/\text{TiC} = 70/30$ мол. % способствует интенсивной муллитизации, активному росту сиалона и менее интенсивному росту TiC в диапазоне 1200–1600 °C. При 1500 °C образец имеет менее плотно спекшуюся кристаллическую микроструктуру, содержащую частицы кристаллического TiO_2 круглой формы, поры и стеклообразную фазу на границах областей муллита-сиалона-твердого раствора TiC . Образец с 5 мол. % Dy_2O_3 показывает неодно-

родный рост и меньшие значения $\rho_{\text{отн}}$, Δl , физико-механических свойств в диапазоне 1200–1600 °C, меньшую трещиностойкость с формированием микротрещин при 1500 °C и немного большую линейную корреляцию E и K_{Ic} в интервале 1200–1600 °C.

Библиографический список

1. **Ghahremani, D.** Densification, microstructure and mechanical properties of mullite-TiC composites prepared by spark plasma sintering / *D. Ghahremani, T. E. Ebadzadeh* // *Ceram. Inter.* — 2015. — Vol. 41, № 2. — P. 1957–1962.
2. **Hmelov, A. V.** Preparation of mullite-TiC-ZrC ceramic materials by a plasma-ARC method and their properties / *A. V. Hmelov* // *Refract. Indust. Ceram.* — 2017. — Vol. 57, № 6. — P. 645–650.
3. **Хмелёв, А. В.** Получение муллит-TiC-ZrC керамических материалов плазменно-искровым способом и их свойства / *А. В. Хмелёв* // *Новые огнеупоры.* — 2016. — № 12. — С. 36–41.
3. **Hmelov, A. V.** Preparation of mullite-TiC-TiN materials by a spark plasma method and their properties / *A. V. Hmelov* // *Refract. Indust. Ceram.* — 2017. — Vol. 58, № 4. — P. 418–425.
4. **Хмелёв, А. В.** Получение муллит-TiC-TiN материалов плазменно-искровым способом и их свойства / *А. В. Хмелёв* // *Новые огнеупоры.* — 2017. — № 8. — С. 22–30.
4. **Hotta, M.** Densification and microstructure of Al_2O_3 -cBN composites prepared by spark plasma sintering / *M. Hotta, T. Goto* // *J. Ceram. Soc. Jap.* — 2008. — Vol. 116, № 6. — P. 744–748.
5. **Hotta, M.** Densification, phase transformation and hardness of mullite-cubic BN composites prepared by spark plasma sintering / *M. Hotta, T. Goto* // *J. Ceram. Soc. Jap.* — 2010. — Vol. 118, № 2. — P. 157–160.
6. **Hmelov, A. V.** Preparation of mullite-TiC-TiN materials by a spark plasma method with high compaction loading and their properties / *A. V. Hmelov* // *Refract. Indust. Ceram.* — 2018. — Vol. 59, № 3. — P. 262–268.

Хмелёв, А. В. Получение муллит-TiC-TiN материалов плазменно-искровым способом с высокой нагрузкой прессования и их свойства / *А. В. Хмелёв* // *Новые огнеупоры.* — 2018. — № 5. — С. 39–45.

7. **Hmelov, A.** Properties of mullite-zirconium ceramic obtained by spark plasma sintering / *A. Hmelov, I. Shteins* // *Glass and Ceramics.* — 2012. — Vol. 68, № 11/12. — P. 399–404.
8. **Lakiza, S.** Phase diagram of the ZrO_2 - Gd_2O_3 - Al_2O_3 system / *S. Lakiza, O. Fabrichnaya, Ch. Wang, M. Zinkewich* // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2006. — Vol. 26, № 3. — P. 233–246.
9. **Ryu, H. J.** Sintering behaviour and microstructures of carbides and nitrides for the inert matrix fuel by spark plasma sintering / *H. J. Ryu, W. L. Young, I. C. Seung, H. H. Soon* // *J. Nucl. Mat.* — 2006. — Vol. 352, № 1–3. — P. 341–348.
10. **Ceja-Cardenas, L.** Spark plasma sintering of α - Si_3N_4 ceramics with Al_2O_3 and Y_2O_3 as additives and its morphology transformation / *L. Ceja-Cardenas, J. Lemus-Ruiz, D. Jaramillo-Vigueras* // *J. All. Comp.* — 2010. — Vol. 501, № 2. — P. 345–351.
11. **Guo, S.** High-strength zirconium diboride-based ceramic composites consolidated by low temperature hot pressing / *S. Guo, Y. Kagawa* // *Sci. Techn. Adv. Mat.* — 2012. — Vol. 13, № 4. — P. 1–6.
12. **Hmelov, A. V.** Production of a mullite-zirconia ceramic by the plasma-spark method / *A. V. Hmelov* // *Refract. Indust. Ceram.* — 2014. — Vol. 55, № 2. — P. 137–142.
13. **Хмелёв, А. В.** Получение муллит-TiC-с-BN-с- ZrO_2 -материалов методом плазменно-искрового спекания и их свойства / *А. В. Хмелёв* // *Новые огнеупоры.* — 2019. — № 2. — С. 23–39. ■

Получено 17.04.19
© А. В. Хмелёв, 2019 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ

62nd International Colloquium on Refractories 2019 62-й Международный коллоквиум по огнеупорам 2019

25–26 сентября 2019 г.

г. Аахен, Германия



ecref.eu

Темы

- Сырьевые материалы
- Технологические процессы
- Логистика сервисного обслуживания футеровки
- Защита окружающей среды
- Ответственность за качество продукции
- Отраслевая программа и деятельность в области научных исследований и разработок
- Законодательство

