

Г.Д. Кардашова, доцент, к.ф.-м.н.
(ФГБОУ ВО Дагестанский государственный университет,
г.Махачкала, Россия)

С.У.Ризаханова, аспирантка
(ФГБОУ ВО Дагестанский государственный
технический университет, г.Махачкала, Россия)

ВЫСОКОПЛОТНАЯ КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ, ПОЛУЧЕННАЯ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ.

Карбидкремниевая керамика - это высокотвёрдый, радиационно- и коррозионностойкий материал, обладающий высокой жаростойкостью, жаропрочностью, отличной теплопроводностью, низким коэффициентом трения. Именно керамические материалы на основе карбида кремния среди безкислородных материалов обладают уникальными функциональными и конструкционными свойствами, благодаря чему находят применение в разнообразных областях (коррозионно-стойкие изделия, абразивы, нагреватели, огнеупоры, монокристаллы и подложки в полупроводниковой технике, покрытия для удержания осколков деления в реакторной технике, элементов горячей зоны двигателей и установок новых поколений для авиационной и ракетно-космической техники и др.).

На основе опыта многих десятилетий и успешного применения классической технологии горячего прессования, установлено, что оптимальная температура спекания керамики на основе SiC-AlN в зависимости содержания AlN составляет 2050-2300 К в течении 1 часа, в среде N₂ или Ar и давлении 10-50 МПа. [1,2]. Однако, получение керамики по методу горячего прессования продолжительно и энергозатратно, к тому же происходит быстрый износ пресс-форм. Большие перспективы для развития технологии синтеза консолидированного карбида кремния открывает метод искрового плазменного спекания - СПС метод (от англ. Spark Plasma Sintering – SPS), получивший в последние десятилетия интенсивное исследование и развитие [3-5]. Искровое плазменное спекание (SPS) это метод, с помощью которого можно в кратчайшее время спекать до высокой плотности практически все керамические порошки, благодаря чему возможно производство материалов со значительно улучшенными свойствами, вплоть до материалов совершенно нового типа.

В настоящей работе проведена оценка влияния режимов искрового плазменного спекания на плотность керамики на основе

SiC-AlN с добавкой Y_2O_3 . Порошок засыпали в пресс-формы из изостатического графита И-3 с внутренним диаметром 24 мм, с использованием дополнительного слоя графитовой бумаги между матрицей и порошковой засыпкой и между графитовыми пуансонами и порошком для предотвращения реакции между порошком и материалом оснастки. Масса засыпки составляла в среднем 10 г. Давление прессования - 50МПа (2.4Тс по прессу 2.3 + 0.1 на пружины). Скорость выхода на режим 100град/мин. Атмосфера – вакуум (остаточное давление 0.5Па – 0.1Па). Скорость нагрева до максимальной температуры 100 °С/мин. Полученные образцы извлекали из пресс-формы, отчищались и готовились к изучению на плотность. Плотности спечённых изделий определяли методом гидростатического взвешивания в дистиллированной воде. Представленные в таблице 1 значения дают представление об изменении плотности формируемых образцов в зависимости от состава композита, температуры и времени выдержки на режиме спекания.

Таблица 1.

| Температура спекания, °С | Плотность, г/см ³ | | | | | |
|--------------------------|------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|--------------------------|
| | SiC (75%)-AlN(25%) | | SiC (75%)-AlN(22%)- Y_2O_3 (3%) | | SiC (75%)-AlN(18%)- Y_2O_3 (7%) | |
| | t _{реж} , 3 мин | t _{реж} , 6 мин | t _{реж} , 3 мин | t _{реж} , 6 мин | t _{реж} , 3 мин | t _{реж} , 6 мин |
| 1400 | 2.13 | 2.13 | 2.14 | 2.16 | 2.15 | 2.17 |
| 1500 | 2.24 | 2.28 | 2.37 | 2.45 | 2.41 | 2.48 |
| 1600 | 2.39 | 2.41 | 2.65 | 2.76 | 2.65 | 2.70 |
| 1700 | 2.50 | 2.53 | 2.91 | 2.97 | 2.92 | 2.99 |
| 1800 | 2.69 | 2.71 | 3.18 | 3.22 | 3.25 | 3.17 |

Как следует из таблицы, введение Y_2O_3 в смесь порошков SiC-AlN оказывает заметное влияния на плотность керамики в диапазоне температур (1400-1800) °С, увеличивая плотность до 3,25 г/см³, что составляет (98,5 % ТП), что значительно превышает значения плотности для керамики, полученной горячим прессованием. В то же время установлено, что для керамики SiC-AlN оптимальной является добавка Y_2O_3 - 7 мас.%. Увеличение концентрации активирующей добавки Y_2O_3 в процессе спекания при температурах выше 1700 °С приводит к росту испарения оксидов и возрастанию их взаимодействия с карбидом кремния, что уменьшает плотность SiC-материала. При высоком содержании оксидов (≥ 7 % масс.) они

заполняют пространство пор, а излишек жидкого расплава выдавливается из спекаемого образца, разъедает защитную графитовую фольгу и взаимодействует с матрицей пуансона. Оксидный расплав прилипает к графитовой форме и разрушает образец.

Поэтому, в дальнейшем при проведении исследований по влиянию времени выдержки на режиме спекания при максимальной температуре спекания 1800 °С на плотность получаемых образцов керамики, решено исключить состав с 7%-м содержанием оксида иттрия. Результаты исследований представлены на рисунке 1.

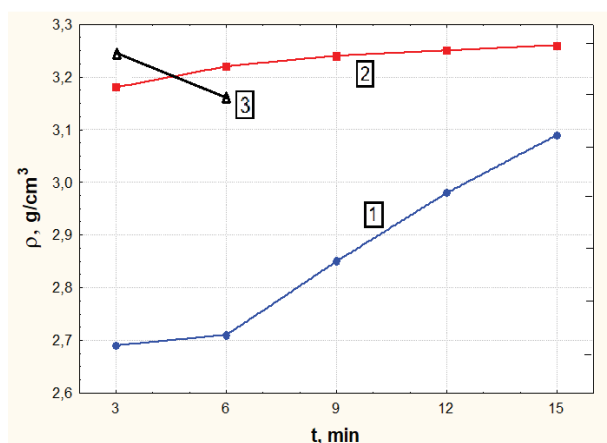


Рисунок 1. Зависимость плотности образцов керамики от времени спекания на режиме при $T=1800$ °С: 1) SiC (75%)-AlN(25%); 2) SiC (75%)-AlN(22%)- Y_2O_3 (3%); 3) SiC (75%)-AlN(18%)- Y_2O_3 (7%)

Изучение кинетики спекания (рис.1) показало, что процесс уплотнения керамики SiC-AlN значительно зависит от времени выдержки на режиме, в то время, как для состава SiC(75%)-AlN(22%)- Y_2O_3 (3%) плотность образцов меняется незначительно. Установлено, что наибольшее значение плотности для SiC(75%)-AlN(25%) составляет ~95.9% от теоретической. А при добавлении 3% оксида иттрия при тех же технологических параметрах достигается 100% плотность от теоретической.

Можно заключить, что в настоящей работе при определённых режимах SPS-спекания достигнута относительная плотность образцов близкая к максимальной.

Представленные результаты показывают, что спарк-плазменным методом из порошка микронной фракции могут быть получены высокоплотные образцы керамики на основе карбида кремния с высокой (до 100%) плотностью, что открывает перспективы широкого применения метода SPS для экономичного производства

высококачественных керамических изделий из карбида кремния заданного состава с прогнозируемыми свойствами.

Исследования этих перспективных результатов продолжаются, и ведутся эксперименты с более мелкодисперсным сырьем.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ, проект №11.1957.2017/4.6.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кардашова Г.Д. Процессы спекания и электрофизические свойства керамики на основе карбида кремния с активирующими добавками: диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук: 01.04.07 / Кардашова Гюльнара Дарвиновна. - Махачкала, 2004. - 159 с.
2. G D Kardashova and Sh Sh Shabanov. Technological features of receiving and research of high density ceramic materials on the basis of silicon carbide. 2019 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 525 012020.
3. Райченко А.И. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока - М.: Metallurgy, 1987. - 128 с.
4. Болдин М.С. Физические основы технологии электроимпульсного плазменного спекания: Учебно-методич. пособие. Нижний Новгород: Нижегород. гос. ун-т. 2012. 59 с.
5. Tokita M. Spark plasma sintering (SPS) method, systems and applications. In: Handbook of Advanced Ceramics. Chapter 11.2.3. 2013. P. 1149–1177.