

УДК 666.789.2: 666.762.55

Н. М. Прокопив, канд. техн. наук; **С. И. Дзелялов**, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ГОРЯЧЕМ ПРЕССОВАНИИ СМЕСИ $ZrO_2(m)$ – Al–C С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ УГЛЕРОДА

The results of research of structure and phase formation of materials, received by hot pressing of mixes $ZrO_{2(m)}$ –21Al–(5,5; 2,5; 4; 0,5)–C (% on mass) by methods of metallography and X-ray diffraction, are presented.

Одним из наиболее эффективных направлений получения новых инструментальных керамических материалов являются реакционные технологии синтеза [1].

В работе [2] была показана перспективность использования реакционной смеси $ZrO_{2(m)}$ –Al–C стехиометрического состава, между компонентами которой, согласно термодинамическим расчетам и экспериментальным исследованиям, в процессе горячего прессования (ГП) происходит химическое взаимодействие с образованием ZrC и α -Al₂O₃. В то же время, независимо от условий ГП, плотный материал, полученный из данной смеси, имеет неоднородную структуру с включениями пор и свободного углерода. Целью данной работы является изучение структуры и горячепрессованных материалов, полученных из смеси ZrO_2 –Al–C с недостатком углерода по отношению к его стехиометрическому составу.

Методика исследований

В качестве исходных порошков использовали диоксид циркония моноклинный (ZrO_2 _(m), ТУ-6-09-248–77), алюминиевый порошок марки ПА-4 и ламповую сажу, дисперсность которых составляла соответственно 14/2; 60/5 и 20/2 мкм.

Состав смеси выбирался с недостатком углерода по отношению к стехиометрическому и имел соотношение (в % по массе) $ZrO_{2(m)}$ – 21Al–(5,5; 4; 2,5; 0,5)C.

Размол шихты проводили в течение 72 ч в шаровой мельнице, с объемом барабана 1 л и частотой вращения 50 об/мин, в среде спирта, твердосплавными шарами с массовым соотношением размольных тел к массе шихты 1:8. Средний размер зерен шихты после размола составлял 2–3 мкм. Горячее прессование образцов диаметром 20 мм проводили в цилиндрических графитовых пресс-формах, нагрев которых осуществляли с помощью индуктора ТПЧТ-120 с частотой электротока 2,4 кГц.

Температура нагрева, при которой происходило взаимодействие компонентов исходной шихты с образованием карбидной и оксидной составляющих, была выбрана, исходя из результатов работ [2], в соответствии с которыми образование плотного материала в указанной системе происходит при 1500 °С. Время изотермической выдержки при давлении 24 МПа составляло 10 мин после достижения полной усадки.

Структуру и свойства полученных материалов изучали на полированных шлифах плотных образцов. Металлографические исследования выполняли с помощью микроскопа производства «ЛОМО» марки МЕТАМ Р-1 (г. Санкт-Петербург) со встроенной цифровой камерой.

Для рентгеноструктурных исследований применялся дифрактометр марки ДРОН-2 с $Cu-K_{\alpha}$ излучением.

Обсуждение результатов

Структуры полученных в результате горячего прессования образцов представлены на рис. 1.

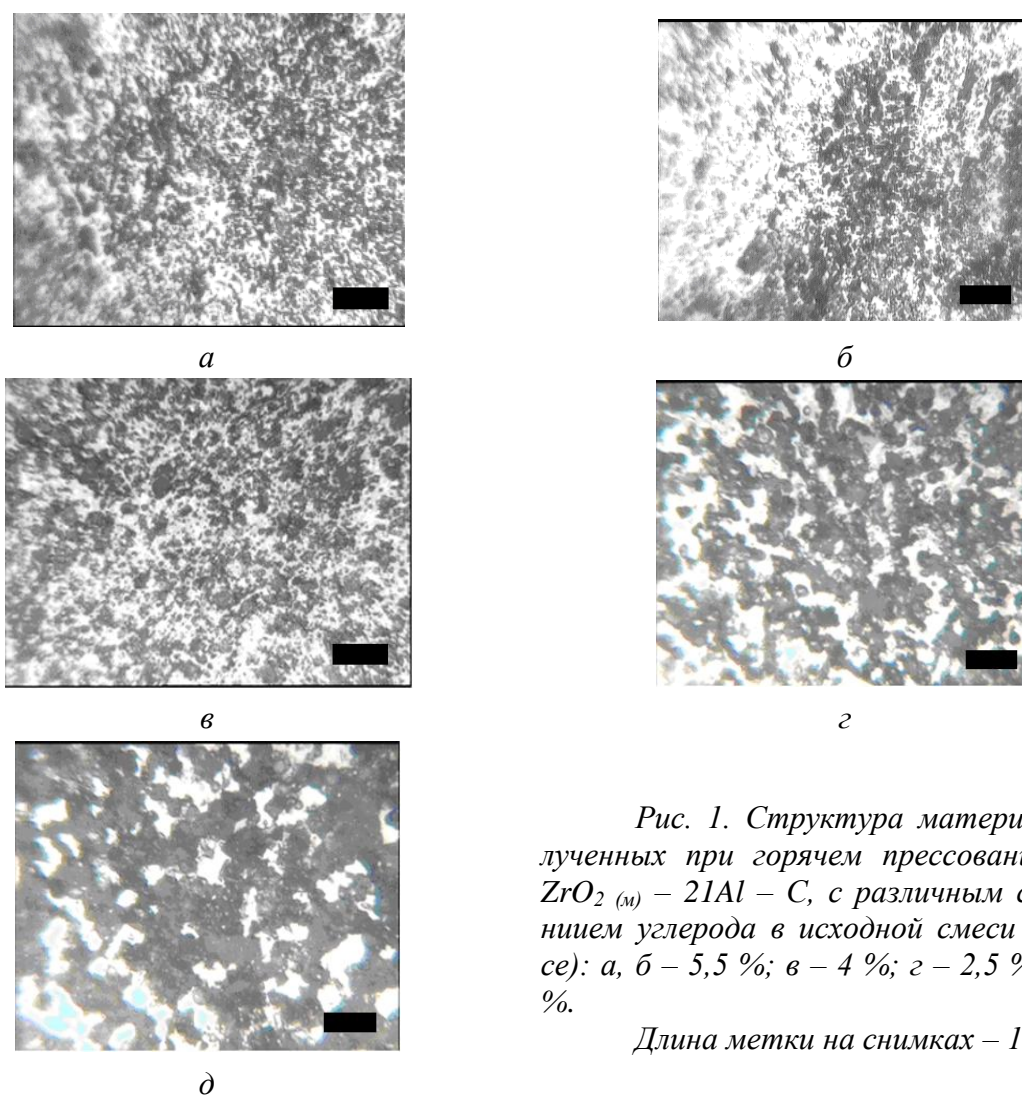


Рис. 1. Структура материалов, полученных при горячем прессовании смеси ZrO_2 (m) - 21Al - C, с различным содержанием углерода в исходной смеси (по массе): а, б - 5,5 %; в - 4 %; г - 2,5 %; д - 0,5 %.

Длина метки на снимках - 10 мкм.

Исследования показали, что материал, полученный из смеси ZrO_2 -21Al-5,5C (% по массе) (в дальнейшем все указанные концентрации будут предполагать содержание по массе), имеет неравномерную структуру, которая от более мелкозернистого края (рис. 1, а) к сердцевине (рис. 1, б) приобретает большую неравномерность и содержит скопления темной и светлой фаз величиной 10–20 мкм.

Согласно проведенному рентгеноструктурному анализу, рентгенограммы вышеуказанных образцов содержат два вида пиков ZrC и $\alpha-Al_2O_3$ (рис. 2, а). Линии интенсивности других соединений на них отсутствуют. Отсутствие пиков ZrO_2 на рентгенограммах указанного типа может свидетельствовать о малом содержании (менее 5 %) или отсутствии остатка оксида в структуре плотного материала. Согласно [2, 3], это может быть вызвано появлением в структуре материала интерметаллидов на основе Zr и Al и (или) оксикарида типа $ZrC_{0,7}O_{0,08}$, образование которого, согласно [4], свойственно для систем, содержащих диоксид циркония и углерод при высоких температурах. Однако наличие указанных соединений не фиксируется на рентгенограмме, что также может быть связано с недостаточным для распознавания дифрактометром их содержанием.

Структура ГП-образцов, полученных из смесей $ZrO_2-21Al-(4; 2,5; 0,5)C$, в отличие от предыдущего типа материала, имеет равномерное строение по всему объему образца.

Величина фаз, составляющих материал, полученный из смеси $ZrO_2-21Al-4C$ (рис. 1, в), несколько крупнее, чем у образцов с содержанием углерода 5,5 %.

Уменьшение содержания углерода (до 4 %) в составе исходной смеси ведет к появлению на рентгенограммах, снятых с данных образцов, линий интенсивности моноклинного ZrO_2 (рис. 2, б) Фазы, составляющие структуру образцов, полученных из шихты $ZrO_2-21Al-2,5C$, по величине значительно превышают размеры фаз предыдущих материалов и имеют взаимопереплетенный вид (рис. 1, з). К тому же, в указанной структуре, кроме темной и светлой, можно также выделить наличие серой фазы.

По результатам проведенного анализа рентгенограмм, снятых с данных образцов, такой материал, кроме ZrC , $\alpha-Al_2O_3$ и остатка ZrO_2 , содержит также интерметаллид, представленный соединением Al_2Zr (рис. 2, в). Появление на рентгенограмме пиков данного соединения свидетельствует об относительно высоком содержании его в составе конечного материала в результате повышения недостатка углерода.

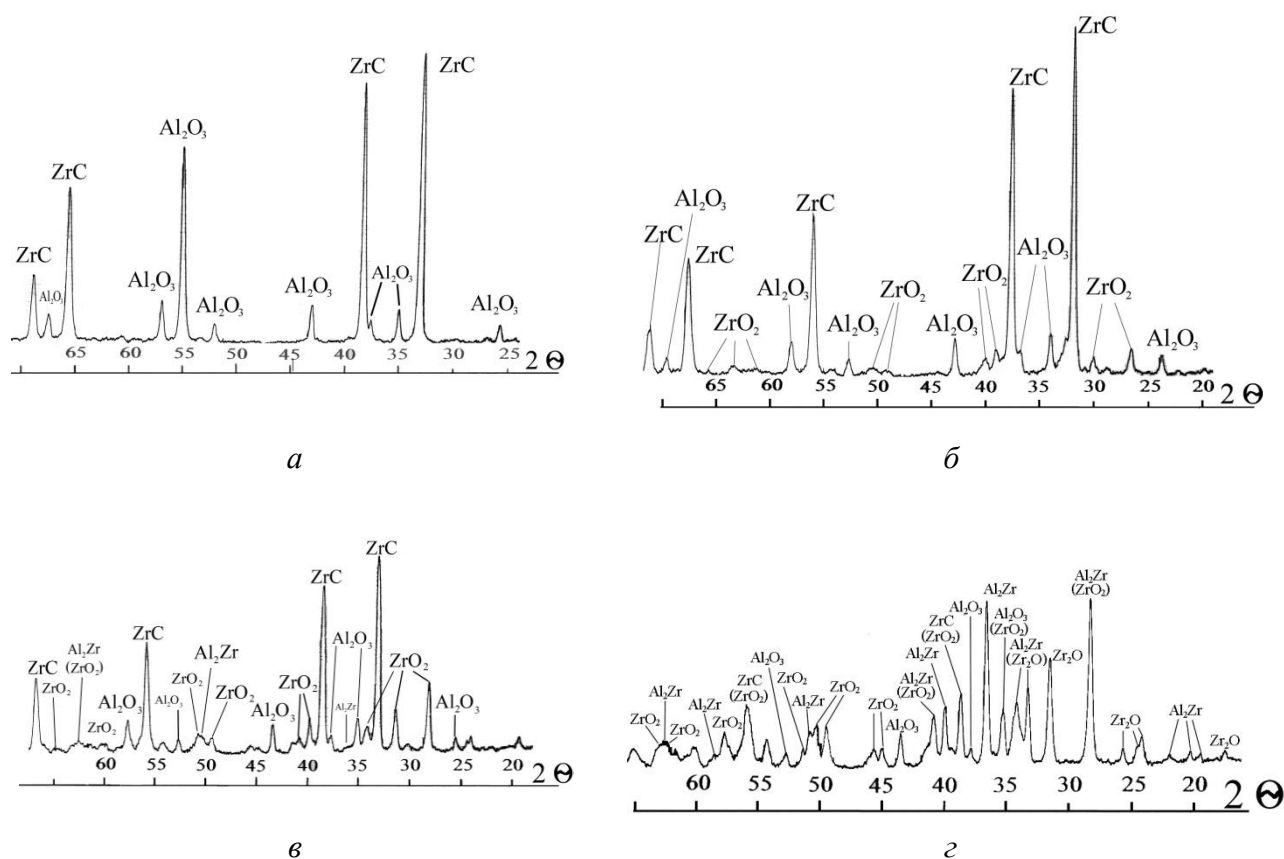


Рис. 2. Рентгенограммы, снятые с образцов, полученных при горячем прессовании смеси $ZrO_2-21Al-C$, с различным содержанием углерода в исходной смеси (по массе): а – 5,5 %; б – 4 %; в – 2,5 %; з – 0,5 %.

Структура материала, содержащего 0,5 % углерода, представлена на рис. 1, ж. Видно, что при данной концентрации компонентов смеси, фазы, образующие материал, имеют еще более крупный размер, по сравнению с рассмотренными ранее. На рентгенограммах, снятых с данных образцов, наиболее четко выделяются три вида линий интенсивности: $\alpha-Al_2O_3$; ZrO_2 ; Al_2Zr . Учитывая то, что некоторые пики ZrC совпадают с пиками диоксида циркония (см. рис. 2, з), однозначно определить присутствие карбида в данном материале не удастся.

Выводы

Проведенные исследования показывают, что при концентрации углерода в смеси 5,5 % структура полученных из нее ГП-материалов имеет неравномерное строение и по результатам рентгеноструктурного анализа их основной фазовый состав сходен со структурой материала, имеющего стехиометрическое содержание углерода, рассмотренного в [2]. Металлографические исследования свидетельствуют о том, что, начиная от концентрации углерода в смеси – 4 %, структуры ГП-материалов становятся более однородными. При этом на рентгенограммах, снятых с образцов, появляются пики $ZrO_{2(m)}$, а в составе материала с содержанием углерода 2,5 % появляется интерметаллид, количество которого растет с дальнейшим уменьшением концентрации С до 0,5 %.

Для более точного определения характера фазо- и структурообразования рассмотренных материалов в процессе ГП и определения их физико-механических характеристик дальнейшее изучение следует проводить с использованием дополнительных методов исследования.

Литература

1. Геворкян Э. С. Разработка композиционного материала на основе оксида хрома для лезвийного инструмента // Дис. канд. техн. наук – К., 1989, 226 с.
2. Прокопів Н. М., Дзелялов С. І., Якубов Ф. Я. Взаємодія в суміші $ZrO_{2(m)}-Al-C$ при гарячому пресуванні // Високі технології в машинобудуванні. – Харків: НТУ «ХПІ». – 2006. – С. 397–404.
3. Прокопів Н. М., Дзелялов С. І., Харченко О. В. Исследование взаимодействия $ZrO_{2(m)}$ и Al в процессе горячего прессования // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 266 –271.
4. Косолапова Т. Я. Карбиды – М.: Металлургия. – 1968. – 300 с.

Поступила 16.07.07.