

**ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ КЕРАМИКИ ИЗ КАРБИДА БОРА, ПОЛУЧЕННОЙ ИЗ
ПОРОШКОВ КАРБИДА БОРА С НАНОДОБАВКАМИ**

А.С. Брагухина, М.С. Петюкевич, А.А. Качаев

Научный руководитель: профессор, д.т.н. О.Л. Хасанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: petukevich@tpu.ru

**RESEARCH THE MICROSTRUCTURE OF CERAMICS FROM BORON CARBIDE, OBTAINED
FROM POWDERS WITH NANOPARTICLES**

A.S. Bratukhina, M.S. Petyukevich, A.A. Kachaev

Supervisor: Prof. Dr. OL Hasanov

National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Avenue 30, 634050

E-mail: petukevich@tpu.ru

For improving basic strength properties of ceramics from the carbide is necessary to create a dense ceramic with a minimum grain size. This technical result can be achieved by dispersing the powder; introduction of nano-additives and using the methods of force consolidation.

Одним из предпочтительных материалов для изготовления изделий, обладающих высокой износостойкостью и химической инертностью, устойчивых к различным видам механического износа, является керамика из карбида бора (B_4C), но, к сожалению, обладающая низкой трещиностойкостью и высокой хрупкостью, что ограничивает ее применение [1]. Дисперсность компонентов шихты является важнейшим фактором регулирования структуры материала, а присутствие наночастиц - важным условием получения плотной керамики [2,3]. В последнее время интенсивно применяется метод изготовления изделий из керамических порошков спеканием в плазме искрового разряда Spark Plasma Sintering (SPS - метод) [4].

Цель работы – исследование физико-механических свойств керамических образцов призматической формы, полученных SPS - методом.

В качестве шихты для изготовления керамики были выбраны смеси из субмикронных фракций

порошка карбида бора с добавками этого же нанопорошка. Порошок карбида бора марки М-60 был измельчен в пневмоциркуляционном аппарате до субмикронного размера (0,8 мкм) и был взят в качестве порошка-основы. Такой метод измельчения дает возможность предельно тонкого диспергирования и выделения узких однородных фракций частиц и сохранения чистоты получаемого сырья [5]. Используемый в качестве

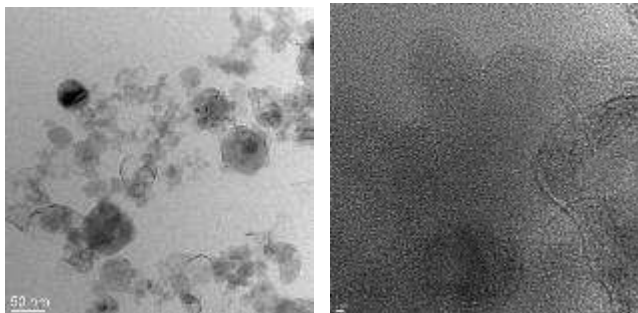


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение частиц нанопорошка

добавки нанопорошок карбида бора (Plasma Chem GmbH, Германия) исследовался на просвечивающем электронном микроскопе, были определены форма частиц нанопорошка и его средние размеры, рис.1, а, б имеет средний размер частиц порядка 20 нм.

Керамические образцы заданной формы (35x4,5x4,5)см получали методом спекания на установке SPS (модель Labox-1575). Поверхность образцов шлифовалась и полировалась алмазными пастами до

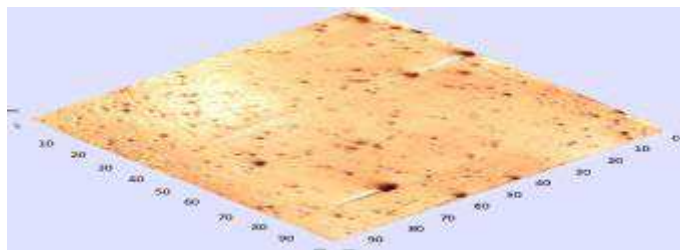


Рис. 2. Изображение поверхности керамики после шлифовки и полировки, полученное на установке «Интегра-Аура»

шероховатости ~ 0,025 мкм. Поверхность образцов была свободна от трещин, что указывает на достаточную однородность спеченных образцов. На рис.2 представлено изображение поверхности керамики после шлифовки и полировки, полученное с помощью сканирующей зондовой микроскопии «Интегра-Аура».

Модуль продольной упругости (модуль Юнга) определяли методом Оливера и Фарра на установке «Nano Hardness Tester» фирмы CSEM при нагрузках 300 мН, коэффициент Пуассона был взят равным 0,3. Результаты физико-механических свойств полученных образцов приведены в табл. 1. Плотность керамики определяли методом гидростатического взвешивания. Измеренные плотности керамик показывают не значительное влияние добавок на их величину (сравнивая величины плотности 1; 5; 10 мас.%), что связано с равномерным распределением нанопорошка по объему смеси. Оценивая изменения физико-механических свойств от количества добавок, можно отметить, что добавка 5% приводит к незначительному увеличению плотности, но к значительному увеличению трещиностойкости, микротвердости и модуля Юнга, что, по всей вероятности, связано с упрочнением межзеренных границ и уменьшением остаточной пористости.

Таблица 1. Физико-механические свойства образцов цилиндрической формы из карбида бора

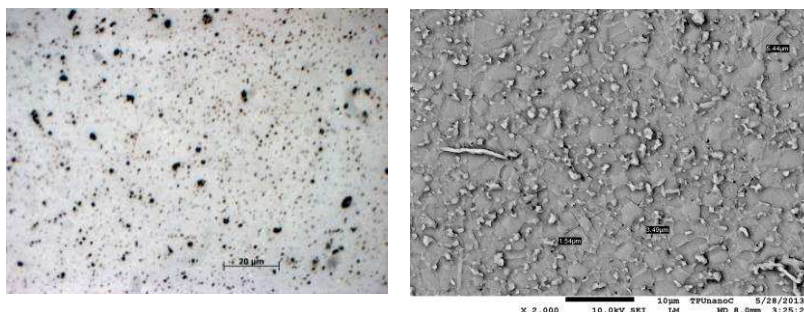
Содержание нанодобавки, %	Hv, ГПа	K _{1с} , МПа · м ^{1/2}	ρ _{отн.} , %	E, ГПа
1	37,27	5,22	0,980	390
5	38,23	6,01	0,995	500
10	37,11	5,66	0,970	383

Таблица 2. Результаты травления керамики из карбида бора

№	Состав травителя	Условия травления	Результаты травления	Лит-ра
1	1% раствор КОН	электролитическое травление 3 сек, J*=3А /см ² . Предварительное травление в дымящейся соли K ₂ Cr ₂ O ₇ (1000 К).	Глубокое растравливание поверхности образца	[1]
2	7% раствор КОН	Электролитическое травление. Время травления 5 сек.	Глубокое растравливание	[2]
3	Расплав КОН	Время травления от 3 до 10 минут	Глубокое растравливание	[1]
4	Водные растворы NaOH с 1%, 7%, 10%, 30%	Максимальное время травления - 64 часа	растравливаются поры (Рис. 4а)	[6]
5	Травитель Мураками	K ₃ [F(CN) ₆]-10г, КОН-10 г, Вода-100мл, 10минут	Выявляется зеренная структура (Рис. 4б)	[6]

*J-плотность тока

Проведенные исследования показывают, что наилучшие результаты по величине микротвердости и трещиностойкости имеют образцы с 5 мас. % нанодобавкой. Методом химического травления была выявлена микроструктура этих образцов керамики, было опробовано несколько составов химических травителей [5]. Результаты по использованию этих травителей приведены в таблице 2.



а *б*
Рис. 3. Поверхность керамики после травления:
а – глубоко растравленная поверхность керамики 30%-ным раствором NaOH, *б* – зеренная микроструктура, выявленная травителем Мураками

Выводы: 1. Наилучшее сочетание механических свойств «микротвердость-трещиностойкость» реализовано для керамики из смеси субмикронных порошков и 5% мас. нанодобавки. Особенностью такой керамики является наличие однородной равноплотной мелкозернистой структуры.
2. Экспериментально определен травитель для выявления зеренной структуры в керамике, и исследована микроструктура.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кислый П.С., Кузнецова М.А. Карбид бора. – Киев: «Наук.думка», 1988. – 216 с.
2. Кременчугский М.В. // Российские нанотехнологии. – 2008. – Т. 3. – № 3. – С. 141-146.
3. Лякишев Н.П., Калинин Б.А. // «Бюллетень МОМ». – 2000. – №1. – С. 42-47.
4. Орданьян С.С., Арцутанов Н.Ю. // Огнеупоры и техническая керамика. – 2000. – №11. – С. 8-1.
5. Белов Н.Н., Бирюков Ю. А., Росляк А.Т. Механизмы измельчения частиц при получении субмикронных порошков тугоплавких соединений в пневмоциркулярном аппарате // Доклады Академии наук. – 2004. – Т. 397. – С. 337-341.
6. Коваленко В.С. Металлографические реактивы. Справочник. – 1981. – 102 с.