

Список литературы

1. Кербер М.Л., Виноградов В.М., Головкин Г.С., и др. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология : учеб. Пособие – 3-е испр. Изд. / под ред. А.А. Берлина – СПб.: ЦОП «Профессия», 2011. – 560 с., ил.
2. Андреева И.Н. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности/И.Н. Андреева, Е.В. Веселовская, Е.И. Наливайко. Л., Химия, 1982. – 76 с.
3. Vitske, R.E., Kondratyuk, A.A., Nesterenko, V.P. Influence of filling agent quantity on characteristics of polymeric composites: Key Engineering Materials 685, с. 548 – 552, 2016.
4. Вицке Р. Э. , Кондратюк А. А. Отработка технологии изготовления армированных композитов // Современное материаловедение: материалы и технологии новых поколений: сборник трудов всероссийской школы- семинара с международным участием, Томск, 9-11 Июня 2014. - Томск: ТПУ, 2014 - С. 240-244.
5. Кондратюк А.А, Матренин С.В., Недосекова О.Ю. //Изв. Вузов. Физика. – 2014. – Т. 57, №9/3 – с. 98 – 102.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ КЕРАМИКИ (Zr, Hf, Nb)C

ВАН ДАКУНЬ¹, А.Г.БУРЛАЧЕНКО², Е.С.ДЕДОВА^{1,2}, С.П.БУЯКОВА^{1,2}

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: lanyuyan1993@gmail.com

Введение

Многокомпонентные энтропийные керамические материалы являются одними из наиболее перспективных новых материалов благодаря своим превосходным физическим, химическим и механическим свойствам [1-3]. Известно, что структура и свойства материалов в значительной мере определяются методом получения. Обычно, для получения монофазных керамических многокомпонентных материалов применяют различные технологические процессы (включая горячее прессование и искровое плазменное спекание) [3]. Однако на сегодняшний день недостаточно информации о влиянии методов получения на структуру и фазовые превращения многокомпонентных керамик. Целью данной работы является исследование фазового состава, микроструктуры и свойств многокомпонентной керамики, полученной горячим прессованием и искровым плазменным спеканием.

Материалы и методики

В качестве исходных компонент для получения керамических материалов (Zr, Hf, Nb)C использовали порошки карбидов циркония, гафния и ниобия в эквимолярном соотношении компонентов. Фазовый состав исходных карбидов HfC, ZrC, TiC был представлен кубической модификацией. Приготовление порошковых смесей с их одновременной активацией производилось в планетарной мельнице-активаторе типа АГО в среде аргона в течение 3 минут. Образцы керамики были получены электроискровым плазменным спеканием порошковой смеси при температуре 1900 °С в атмосфере аргона и горячим прессованием порошковой смеси при температуре 2000 °С в атмосфере аргона соответственно. Исследования фазового состава и параметров кристаллической структуры производились методом дифракции рентгеновских лучей на дифрактометре типа ДРОН с фильтрованным Cu-K α излучением. Съемка производилась по точкам с шагом 0,05° и экспозицией 5 сек в угловом диапазоне $2\theta = 20 \square 100$ градусов. Индексирование

рентгенограмм и фазового состава осуществлялось с помощью программного обеспечения «Repex» и «Match!». Микроскопические исследования проводились на сканирующем электронном микроскопе «Vega Tescan». Оценка пористость образцов, средних размеров частиц порошков и пор осуществлялась методом случайных секущих по микрофотографиям.

Исследование микроструктуры многокомпонентной керамики

На рисунке 1 приведены рентгенограммы керамики $(Zr, Hf, Nb)C$, полученной различными методами. Видно, что на рентгенограммах регистрируется основной набор рефлексов кубической гранецентрированной решетки, характеризующий твердый раствор $(Zr, Hf, Nb)C$. Кроме этого на дифрактограмме присутствуют слабые рефлексы оксида циркония, находящиеся в моноклинной и кубической модификациях. При этом в зависимости от метода получения содержание оксидной фазы изменялось. Так, содержание ZrO_2 составило 2 % и 4 % в керамиках, полученных горячим прессованием и искровым плазменным спеканием соответственно.

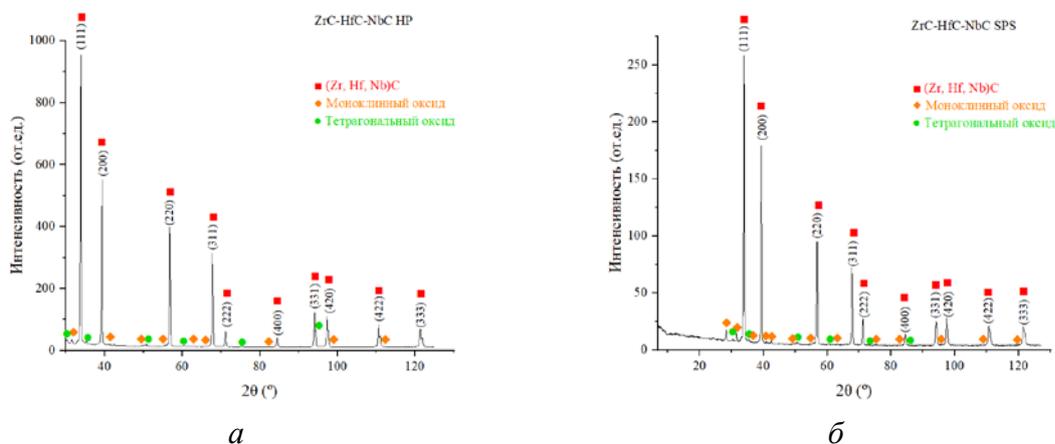


Рисунок 1 – Рентгенограммы керамики $(Zr, Hf, Nb)C$, полученной а) горячим прессованием, б) искровым плазменным спеканием

В таблице 1 представлены результаты рентгеноструктурного анализа исходных карбидов и керамики $(Zr, Hf, Nb)C$. Видно, что карбиды переходных металлов и полученные керамические материалы имели одинаковую кристаллическую решетку – ГЦК структуру по типу каменной соли. Кроме того, видно, что параметры решеток твердых растворов, полученных различными методами, были сопоставимы. Таким образом, метод получения не оказал значительного влияния на фазовый состав полученных материалов.

Таблица 1 – Результаты рентгеноструктурного анализа керамики

Материал	Фаза	D , нм	ε	a , нм
HfC	ГЦК	90	0,25	0,458
NbC	ГЦК	90	0,20	0,446
ZrC	ГЦК	55	0,62	0,469
$(Zr, Hf, Nb)C$	HP	85	0,21	0,4599
$(Zr, Hf, Nb)C$	SPS	80	0,46	0,4595

На рисунке 2 приведены полученные изображения микроструктуры керамики $(Zr, Hf, Nb)C$, полученной различными методами. Видно, что на поверхности излома трехкомпонентной энтропийной керамики $(Zr, Hf, Nb)C$, полученной горячим прессованием, наблюдаются достаточно крупные зерна, $\langle d \rangle = 8,8 \pm 0,3$ мкм, и поры, расположенные преимущественно по границам зерен, рисунок 2, а. Распределение зерен по размерам исследуемых порошков носило унимодальный характер. На поверхности керамики $(Zr, Hf, Nb)C$, полученной методом искрового плазменного спекания, различимы зерна

разных размеров. Средний размер мелких зерен составил $0,7 \pm 0,02$ мкм, и крупных – $4,2 \pm 0,1$ мкм, рисунок 2, б. Пористость, определенная методом случайных секущих, керамики, полученной горячим прессованием, составила $\theta = 15 \%$, средний размер пор $\langle d \rangle = 1,4 \pm 0,06$ мкм. Для керамики (Zr, Hf, Nb)C, полученной методом искрового плазменного спекания, пористость составила 39 % со средним размером пор $\langle d \rangle = 1,1 \pm 0,02$ мкм.

Таким образом, керамика, полученная искровым плазменным спеканием, обладала меньшей пористостью и меньшим значением размеров зерен по сравнению с керамикой, полученной горячим прессованием.

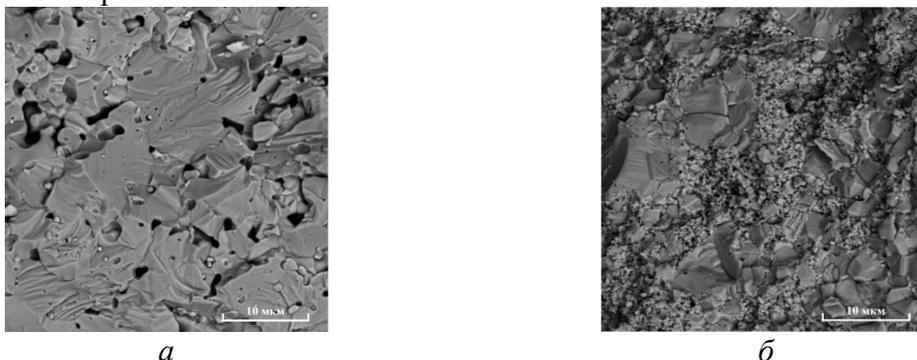


Рисунок 2 – РЭМ-изображения микроструктуры керамики (Zr, Hf, Nb)C, полученной а) горячим прессованием, б) искровым плазменным спеканием

Твердость и модуль упругости многокомпонентной керамики (Zr, Hf, Nb)C, полученной методом искрового плазменного спекания, составили $35 \pm 2,1$ ГПа и 700 ± 33 ГПа соответственно. Трещиностойкость керамики, определенная по суммарной длине трещин от отпечатка индентора по формуле Нихаро-Морена, составила $5,8 \pm 1,2$ МПа·м^{1/2}. Для керамики (Zr, Hf, Nb)C, полученной горячим прессованием, твердость была равна $26 \pm 1,5$ ГПа, а модуль Юнга составил 555 ± 27 ГПа, трещиностойкость составила $4 \pm 0,9$ МПа·м^{1/2}.

Заключение

В ходе выполнения работы получены керамические твердые растворы (Zr, Hf, Nb)C горячим прессованием при температуре 2000 °С и искровым плазменным спеканием при температуре 1900 °С. Исследованы структурно-фазовое состояние и механические свойства синтезированных материалов. Установлено, что фазовый состав керамики (Zr, Hf, Nb)C был представлен кубической фазой и не зависел от метода получения. Однако содержание оксидных примесей изменялось при различных методах. Так, содержание оксидной фазы в керамики, полученной горячим прессованием, составило 2%, а в керамики, синтезированной искровым плазменным спеканием, было равно 4%.

Керамика, полученная методом искрового плазменного спекания, характеризовалась более мелкозернистой структурой и, как следствие, наибольшими механическими свойствами по сравнению с аналогичными характеристиками керамики, полученной горячим прессованием.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, номер проекта FWRW-2021-0009

Список литературы

1. Jiangsu Province Ceramics Research Institute. The new favorite of ceramics: high-entropy ceramics. DZll. 03.07.2020.
2. Yeh J. W., Chen S. K. et al. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes // *Advanced Engineering Materials*. – 2004. – Т. 6. – №. 5. – P. 299-303.
3. Zhang R. Z., Reece M. J. Review of high entropy ceramics: design, synthesis, structure and properties // *Journal of Materials Chemistry A*. – 2019. – Т. 7. – №. 39. – P. 22148-22162.