

ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ПОРОШКОВ НИТРИДОВ НА СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ИХ ОСНОВЕ

Морозова Р.А., Морозов И.А., Панащенко В.М., *Рогозинская А.А.,
Дубовик Т.В., Иценко А.И.

Институт проблем материаловедения им.И.Н.Францевича НАН Украины,
ул. Кржижановского 3, Киев, 03142 Украина

* Факс: 38 (044) 424 2131, e-mail: panavic@ukr.net

Введение

В ИПМ НАН Украины разработан метод водородотермической обработки (ВТО) порошков неметаллических нитридов (BN, AlN, Si₃N₄). ВТО очищает порошки от примесей, активизирует процесс усадки прессовок при спекании, позволяет снизить температуру и время спекания, получить спеченные изделия из этих порошков с более высокими значениями плотности, прочности и удельного электросопротивления [1, 2].

Результаты и обсуждение

Целью работы является исследование влияния ВТО порошков неметаллических тугоплавких соединений на свойства композиционных материалов на основе этих порошков.

Термическая обработка порошков, которую проводят при температуре 1000-1200 °С в присутствии водорода и катализаторов, способствует очистке от кислорода, изменению гранулометрического состава за счет разрушения пленочных соединений между частицами в агрегатах и разрушения этих агрегатов.

Спеченные образцы из порошков после ВТО имеют меньший средний размер зерна, большее содержание анизометрических зерен и содержат высокоплотные образования из дисперсных зерен.

Для исследования влияния ВТО на свойства композиционных материалов в системах α -Si₃N₄-AlN, AlN-BN и BN-B₄C были подготовлены смеси из исходных порошков и этих же порошков после ВТО. Обработку водородом указанных смесей проводили при температуре 1100 °С и выдержке 30 мин. Водород получали разложением TiH₂. Полученные смеси порошков прессовали и затем спекали в азоте при температурах 1550-1800 °С.

Прессовки из материала системы α -Si₃N₄-AlN спекали при 1550 °С. При использовании Al-пудры в качестве добавки к α -Si₃N₄ предполагали, что она в процессе спекания в среде азота проазотируется и перейдет в фазу AlN. Данные по фазовому составу образцов и прочностным свойствам приведены в табл. 1.

Рентгеновский анализ показал, что в образцах из порошков после ВТО примесь Si₂ON исчезает, а линии основных компонентов Si₃N₄ и AlN становятся более четкими, что свидетельствует об упорядочении кристаллических структур. Прочностные свойства образцов при этом повышаются. Электросопротивление всех рассмотренных образцов превышает 10¹⁰ Ом·см (20 °С).

Прессовки из материала на основе нитридов алюминия и бора спекали при 1700 °С. Свойства образцов AlN-BN приведены в табл. 2. Из приведенных данных следует, что в результате ВТО исходных порошков, в образцах после спекания повышаются их плотность, предел прочности при сжатии, термостойкость и электросопротивление при нагреве. Фазовый состав при этом не изменяется. В исходных образцах, кроме двух основных фаз, на малых углах наблюдается небольшая примесь α -Al₂O₃, которая не исчезает и после ВТО, в то время как линии основных фаз становятся более четкими.

Образцы системы BN-B₄C спекали при температуре 1800 °С. Данные по свойствам спеченных образцов приведены в табл. 3. Из приведенных данных следует, что в результате ВТО исходных порошков повышаются электросопротивление при нагреве и прочность при сжатии спеченных образцов. В исходных образцах присутствуют фазы BN, B₄C и B₂O₃, а в образцах после обработки остаются две фазы, так как B₂O₃ отсутствует.

Таблица 1 – Свойства материалов системы Si_3N_4 - AlN

Обработка	Добавка к α - Si_3N_4 , мас. %	Свойство			
		Плотность, г/см ³	Прочность при сжатии $\sigma_{\text{сж.}}$, МПа	Количество теплосмен (1200-20 °С, воздух)	Фазовый состав
Без обработки	20 AlN	2,58	158	39	α - Si_3N_4 , AlN, β - Si_3N_4
	20 Al (пудра)	2,62	167	45	α - Si_3N_4 , AlN, β - Si_3N_4 , Si_2ON
После ВТО	20 AlN	2,76	169	43	α - Si_3N_4 , AlN, β - Si_3N_4
	20 Al (пудра)	2,80	171	49	α - Si_3N_4 , AlN, β - Si_3N_4

Таблица 2 – Свойства материалов системы AlN-BN (состав шихты 1:1 по массе)

Обработка	Свойство				
	Плотность, г/см ³	Прочность при сжатии $\sigma_{\text{сж.}}$, МПа	Количество теплосмен (1800-20 °С, воздух)	Уд. электросопр., Ом·см (t, °С)	Фазовый состав
Без обработки	2,17	90,1	44	10^{12} (20); $2 \cdot 10^9$ (500); $5 \cdot 10^6$ (1000)	AlN, BN, α - Al_2O_3 (следы)
После ВТО	2,35	102,3	49	10^{12} (20); $1,8 \cdot 10^9$ (500); $6,2 \cdot 10^7$ (1000)	AlN, BN, α - Al_2O_3 (следы)

Таблица 3 – Свойства материалов системы BN- B_4C (состав шихты 1:1 по массе)

Обработка	Свойство				
	Плотность, г/см ³	Прочность при сжатии $\sigma_{\text{сж.}}$, МПа	Количество теплосмен (1800-20 °С, воздух)	Уд. электросопр., Ом·см (t, °С)	Фазовый состав
Без обработки	1,9	45,9	58	10^{13} (20); $1,5 \cdot 10^7$ (1000); $2 \cdot 10^4$ (1500)	BN, B_4C , B_2O_3
После ВТО	2,1	59,8	67	10^{13} (20); $1,6 \cdot 10^9$ (1000); $1 \cdot 10^6$ (1500)	BN, B_4C

Выводы

Получены предварительные данные по исследованию влияния ВТО смесей исходных порошков на свойства композиционных материалов систем α - Si_3N_4 -AlN, AlN-BN и BN- B_4C . Установлено, что ВТО исходных порошков повышает плотность спеченных образцов, их прочность, электросопротивление при нагреве, термостойкость, упорядочивает кристаллическую структуру, снижает количество кислородсодержащих примесей.

Разработанные материалы могут быть использованы в технике высоких температур в качестве электроизоляторов и термостойких огнеупоров.

Литература

1. Morozova R.A., Morozov I.A., Dubovik T.V. et al. The influence of hydrogen-thermal treatment on the densification and structure of nitrides at sintering, *Hydrogen Materials Science and Chemistry of Metal Hydrides* (ICHMS'2001), 243-258, NATO Science Series, II. Maths., Phys. Chem., Vol. 82, Kluwer, Dordrecht 2002.
2. Role of hydrogen in production of materials for space-system engineering by powder metallurgy methods. Trefilov V.I., Skorokhod V.V., Morozov I.A., Morozov R.O., et al. // *Космічна наука і технологія* - 2003. - Т. 9, № 2. - С. 355-361.