

05.1;05.2;07;12

Некоторые физические свойства композита $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiC--TiC}$

© Б.И. Смирнов, В.И. Николаев, Ю.А. Буренков,
Ю.Л. Ройтборт, К.Ч. Горетта

Физико-технический институт им.А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург
Аргонская национальная лаборатория, Аргон,
Иллинойс 60439–4838, США

Поступило в Редакцию 13 августа 1997 г.

Экспериментально исследовались керамические образцы, полученные горячим прессованием из смеси на основе Al_2O_3 с добавлением 23 vol.% порошка TiC и 30.9 vol.% нитевидных кристаллов SiC. Определено удельное сопротивление полученного материала в диапазоне температур 4.2–300 К, получены спектры ИК-отражения в области 400–4200 cm^{-1} и исследована температурная зависимость модуля упругости вплоть до 1300 К. В результате показано, что высокопрочный композит имеет полуметаллический характер проводимости и оптического отражения, что обусловлено содержащимися в нем частицами карбида титана.

Исследование физико-механических свойств композитов на керамической основе представляет большой научный и практический интерес. Связано это прежде всего с тем, что они обладают высокими значениями прочности и вязкости наряду с большим сопротивлением высокотемпературной ползучести [1–5]. С другой стороны, наличие указанных свойств приводит к значительным технологическим трудностям при изготовлении и механической обработке конкретных изделий. Получение подобных материалов с достаточной электрической проводимостью позволяет устранить эти трудности за счет использования способа электроискровой резки, а также заточки при изготовлении режущего инструмента. В частности, оказывается, что таким сочетанием физико-механических свойств обладает композит на основе Al_2O_3 с добавлением TiC и нитевидных кристаллов $\beta\text{-SiC}$ (AlSiTi) [6]. В то же время сведения о физических свойствах (и природе проводимости) композита AlSiTi в литературе практически отсутствуют.

Целью настоящей работы являлось изучение некоторых физических свойств $AlSiTi$ и сопоставление их с данными по микроструктуре.

Исследуемый материал (CRYSTALOY 2311EDX) был изготовлен компанией Industrial Ceramic Technology, Inc. на основе порошка Al_2O_3 с добавлением 23.0 vol.% порошка TiC и 30.9 vol.% нитевидных кристаллов $\beta-SiC$ длиной $50 \mu m$. После горячего прессования плотность композита $d = 3.915 g/cm^3$, что составляет около 99% теоретической плотности.

Для измерения электросопротивления постоянному току использовался четырехзондовый метод. Потенциальные контакты наносились на грань образца ($2.5 \times 2.5 \times 15 mm$) путем втирания индия. Токовые контакты были прижимными. Измерения проводились в температурном интервале 4.2–293 К в гелиевом криостате, где температура регулировалась с помощью контроллера ITC4 "OXFORD".

Спектры инфракрасного (ИК) отражения в диапазоне волновых чисел $K = 4200-400 cm^{-1}$ исследовались с помощью спектрофотометра ИКС-29, работающего по двухлучевой схеме.

Модуль Юнга E определялся резонансным методом при электрическом возбуждении продольных колебаний в образце [7]. Величина E вычислялась на основании данных о резонансной частоте f как $E = 4dl^2f^2n^{-2}$, где l — длина образца, n — номер возбуждаемой гармоники (в нашем случае $n = 1$). Для акустических измерений вырезались образцы с размерами $2.4 \times 2.4 \times 24.5 mm$. Величина плотности d определялась гидростатическим взвешиванием при комнатной температуре. Эксперименты проводились в интервале температур 290–1300 К в камере, заполненной гелием. Детальное описание установки и процедуры измерений f приведены в [8].

Структурные исследования образцов проводились с помощью электронного сканирующего микроскопа и рентгеновского дифрактометра.

Результаты электрических измерений представлены на рис. 1. На вставке показана вольт-амперная характеристика $AlSiTi$ при 4.2 К, из которой следует омический характер сопротивления образца и контактов. Температурная зависимость удельного сопротивления ρ , представленная на этом же рисунке, имеет металлоподобный характер, однако величина сопротивления $AlSiTi$ ($\sim 6 \cdot 10^{-3} ohm \cdot cm$) на несколько порядков выше, чем у металлов. Отметим, что ρ с понижением температуры от 300 до 120 К уменьшается практически линейно, а далее падение резко замедляется. Общее изменение ρ от 300 до 4.2 К составляет около 12%. Аналогичное изменение ρ в интервале 77–300 К наблюдалось и

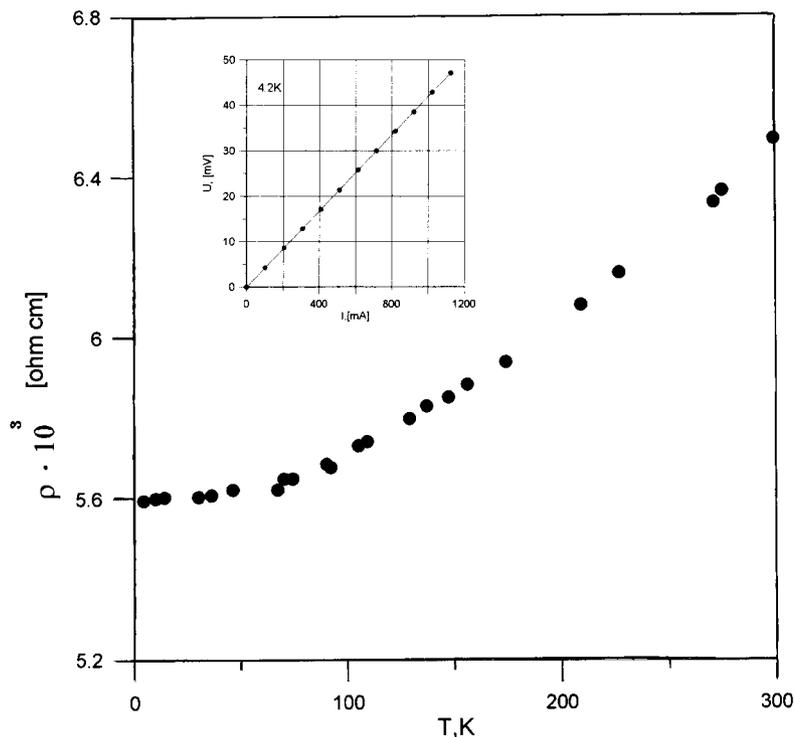


Рис. 1. Зависимость удельного сопротивления композита AlSiTi от температуры. На вставке показана вольт-амперная характеристика образца при 4.2 К.

у TiC образцов, правда абсолютное значение ρ при 300 К в этом случае равнялось $6 \cdot 10^{-5} \text{ohm} \cdot \text{cm}$ [9].

На рис. 2 показаны спектры ИК отражения при комнатной температуре для керамических образцов AlSiTi, Al_2O_3 , TiC, а также монокристаллов β -SiC. Сравнение полученных спектров показывает, что отражение от керамики AlSiTi в области больших волновых чисел определяется его карбидтитановой компонентой, поскольку лишь TiC может обеспечить керамике высокий уровень отражения вне области длин волн решеточного отражения. Вместе с тем характерный ИК

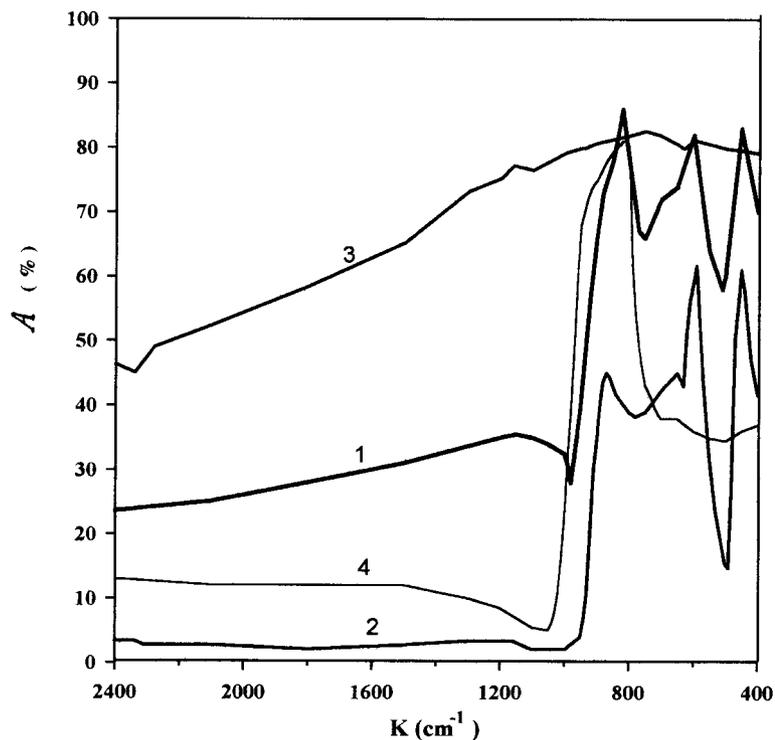


Рис. 2. Спектры отражения ИК-области для керамических образцов AlSiTi (1), Al_2O_3 (2), TiC (3) и монокристалла β -SiC (4).

спектр от керамики в области малых волновых чисел свидетельствует о большом содержании в ней кристаллического Al_2O_3 . Данные ИК о составе керамики находятся в хорошем согласии с результатами растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа, которые показали большое процентное содержание чистых компонент TiC и Al_2O_3 , входящих в состав композита. В тоже время наличие некоторых слабых рефлексов, которые нельзя приписать какой-либо из компонент, свидетельствует о возможных химических реакциях между ними при спекании.

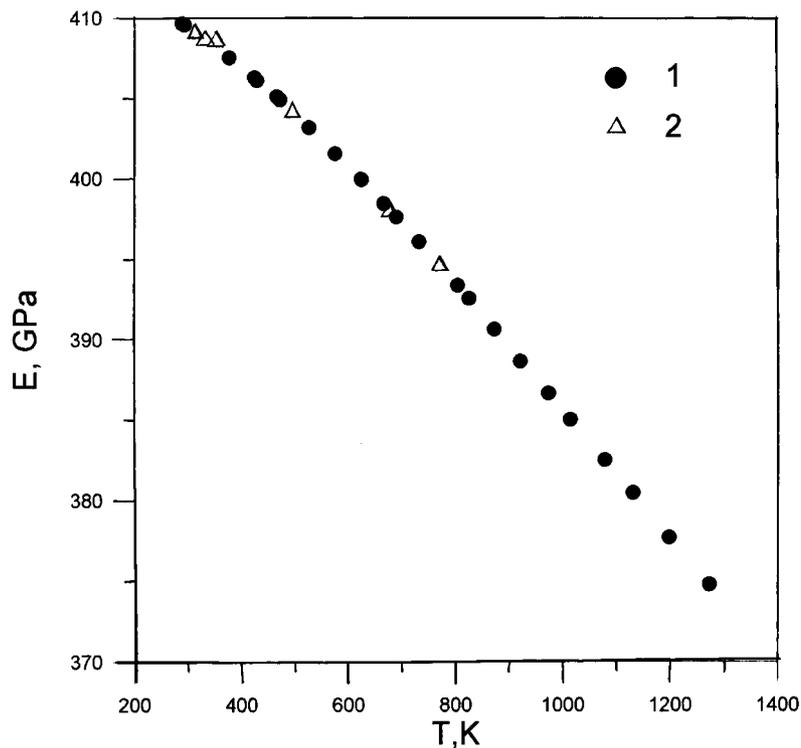


Рис. 3. Температурная зависимость модуля Юнга AlSiTi при нагреве (1) и охлаждении (2) образца.

На рис. 3 представлены данные о температурной зависимости модуля Юнга для AlSiTi. Видно, что в области 290–800 К эта зависимость является нелинейной, в то время как при $T > 800$ К величина E линейно уменьшается с температурой. При комнатной температуре для AlSiTi $E = 409.6$ GPa, что несколько меньше, чем значение E для основных элементов матрицы композита: Al_2O_3 ($E_{[0001]} = 470$ GPa) и TiC ($E = 460$ GPa) [10,11].

Таким образом, полученные экспериментальные результаты свидетельствуют о том, что проводимость композита AlSiTi имеет полуме-

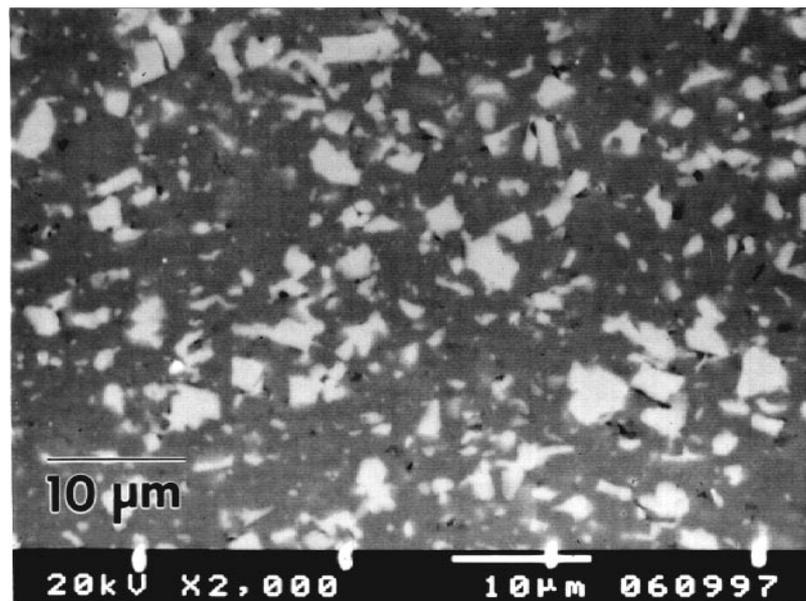


Рис. 4. Микроструктура композита AlSiTi в сканирующем электронном микроскопе. Светлые области соответствуют частицам TiC.

таллический характер и связана с наличием в нем карбида титана. По данным сканирующей электронной микроскопии частицы порошка TiC сохраняют свою целостность в процессе горячего прессования, причем их средний размер $\approx 5 \mu m$ (рис. 4). При этом средняя величина проводимости композита скорее всего определяется перколяционными эффектами.

Авторы выражают благодарность А.С. Зубрилову за проведенные оптические измерения и И.Н. Зимкину за рентгеноструктурный анализ образцов, а также признательны профессору В.С. Вильямсу (W.C. Williams) за предоставленный образец TiC.

Данная работа выполнена при поддержке НАТО (Grant HIGH TECHNOLOGY GRG/N960793) и департамента энергии США (Contract W-31-109-Eng-38).

Список литературы

- [1] *Evans A.G., Marshall D.B.* // *Acta Metall.* 1989. V. 37. N 10. P. 2567–2683.
- [2] *Lin H.T., Becher P.F.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 1990. V. 73. N 5. P. 1378–1381.
- [3] *Singh J.P., Goretta K.C., Routbort J.L., Kuppermann D.S., Rhodes J.F.* // *Adv. Ceram. matter.* 1988. V. 3. N 4. P. 357–360.
- [4] *Routbort J.L., Goretta K.C., Dominguez-Rodriguez A. de Arellano-Lopez A.R.* // *J. Hard Mater.* 1990. V. 1. N 4. P. 221–232.
- [5] *De Arellano-Lopez A.R., Dominguez-Rodriguez A., Goretta K.C., Routbort J.L.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 1993. V. 76. N 6. P. 1425–1432.
- [6] *Scudies J.J.* // *Composites in Manufacturing.* 1992. V. 8. N 4. P. 1–4.
- [7] *McSkimin H.J.* // *Physical Acoustics.* V. 1. Part A / Ed. W.P. Mason. NY: Academic Press, 1964. P. 271.
- [8] *Буренков Ю.А., Никаноров С.П., Степанов А.В.* // *Изв. АН СССР. Сер. физ.* 1971. Т. 35. N 3. С. 525–528.
- [9] *Williams W.S.* // *Science.* 1966. V. 152. N 3718. P. 34–42.
- [10] *Wang L., Wixom M.R., Thompson L.T.* // *J. Mater. Sci.* 1994. V. 29. N 2. P. 534–543.
- [11] *Акустические кристаллы* / Под ред. М.П. Шаскольской. М., 1982. С. 294.