

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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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  $\text{cm}^{-1}$  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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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.

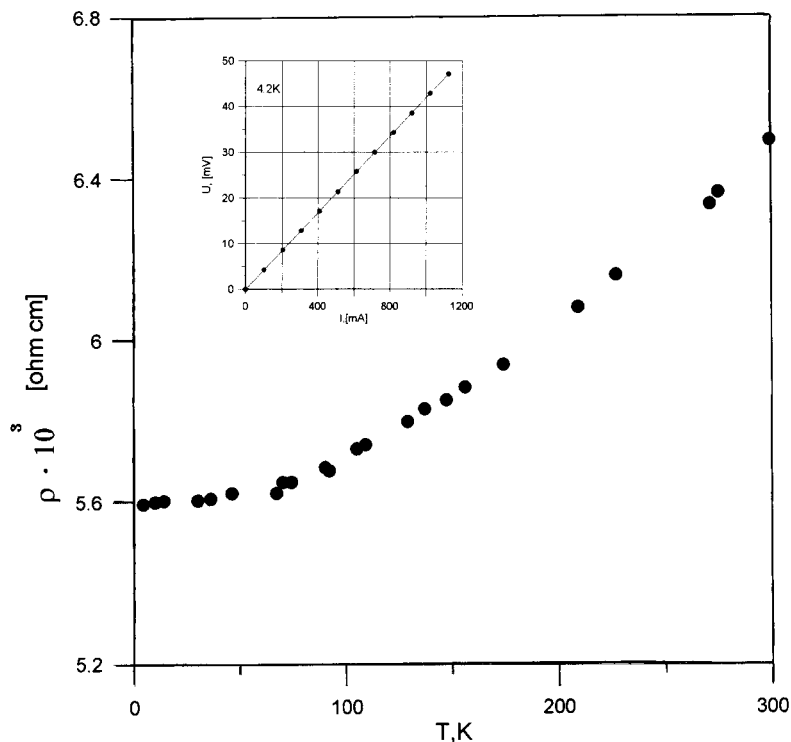
Для измерения электросопротивления постоянному току использовался четырехзондовый метод. Потенциальные контакты наносились на грань образца ( $2.5 \times 2.5 \times 15 mm$ ) путем втирания индия. Токовые контакты были прижимными. Измерения проводились в температурном интервале 4.2–293 К в гелиевом криостате,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

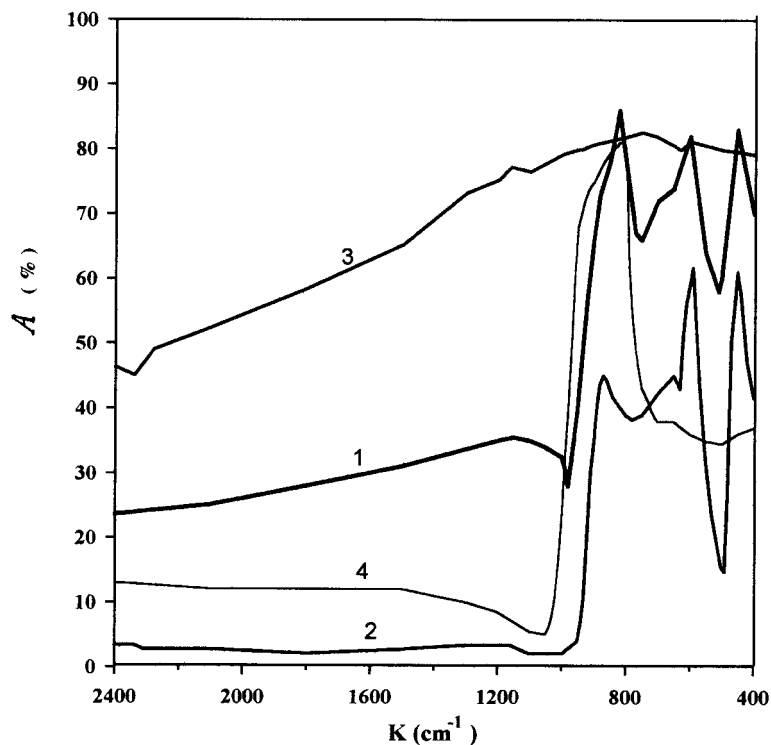
Результаты электрических измерений представлены на рис. 1. На вставке показана вольт-амперная характеристика  $AlSiTi$  при 4.2 К, из которой следует омический характер сопротивления образца и контактов. Температурная зависимость удельного сопротивления  $\rho$ , представленная на этом же рисунке, имеет металлоподобный характер, однако величина сопротивления  $AlSiTi$  ( $\sim 6 \cdot 10^{-3} ohm \cdot cm$ ) на несколько порядков выше, чем у металлов. Отметим, что  $\rho$  с понижением температуры от 300 до 120 К уменьшается практически линейно, а далее падение резко замедляется. Общее изменение  $\rho$  от 300 до 4.2 К составляет около 12%. Аналогичное изменение  $\rho$  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  $\rho$  при 300 К в этом случае равнялось  $6 \cdot 10^{-5}$  ohm · cm [9].

На рис. 2 показаны спектры ИК отражения при комнатной температуре для керамических образцов AlSiTi, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiC, а также монокристаллов  $\beta$ -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  $\beta$ -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.

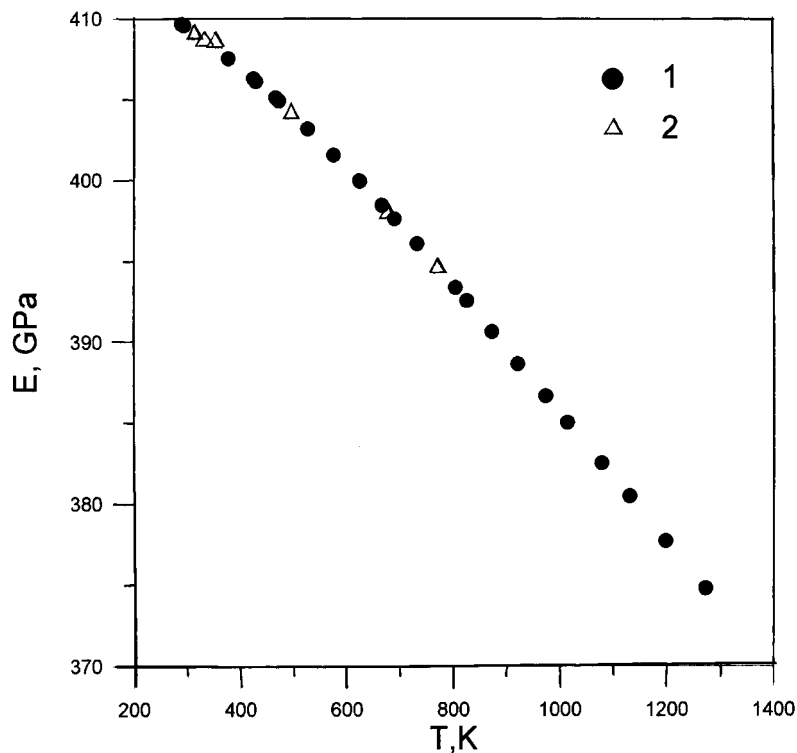
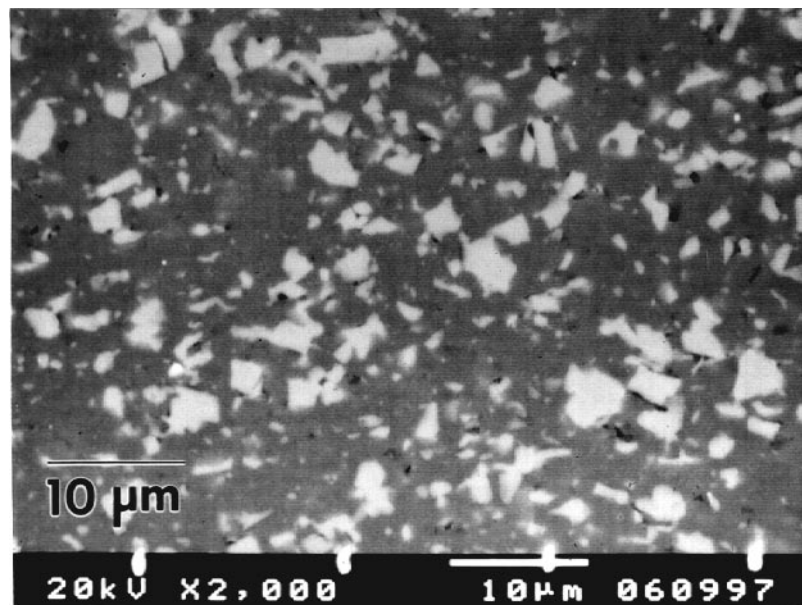


Рис. 3. Температурная зависимость модуля Юнга AlSiTi при нагреве (1) и охлаждении (2) образца.

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:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $E_{[0001]} = 470$  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.