

Исследование фазового состава, структуры, морфологии частиц и шихты из порошков бора, алмаза и графита для создания композита при высоких давлениях

Нисс В.С.¹, Григорьев С.В.¹, Урбанович В.С.²

¹Белорусский национальный технический университет

²ГО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»

Одним из способов повышения производительность труда при выпуске продукции различного назначения является использование новых керамических материалов с улучшенным комплексом физико-механических и эксплуатационных характеристик, в частности композитов на основе карбидов, нитридов, боридов и их совокупности.

Свойства керамических многокомпонентных материалов определяются наличием определённых химических элементов в материале, их распределением и главное – фазовым составом, который формируется из исходных порошков в приготовленной шихте при контролируемом воздействии на материал. Поэтому первым этапом в технологическом процессе перед формированием из исходных порошков материала с определённым набором компонентов и соответствующих фаз должен быть контроль химического состава исходных порошков.

Для устранения ошибок при проведении высокоскоростного спекания при высоком давлении многокомпонентной порошковой шихты необходимо обеспечивать контроль множество параметров технологического процесса, в частности необходимо исследовать качество смешивания порошковой шихты, которое также оценивается с использованием данных исследования химического состава порошковой шихты в разных объёмах.

Полнота прохождения синтеза новых фаз в композите из порошковой шихты оценивается как с использованием микроанализатора сканирующего электронного микроскопа, так и посредством дифрактометрического анализа. При проведении дифрактометрического анализа полученного спектра выполняется расчёт набора межплоскостных расстояний, по которому с использованием базы данных неорганических фаз определяются присутствующие в полученном образце фазы и рассчитывается их количество. Однако ввиду того, что многие дифракционные пики накладываются друг на друга при анализе спектров возможно определение не существующих в образце фаз или наоборот пропуск реально находящихся в исследуемом образце фаз.

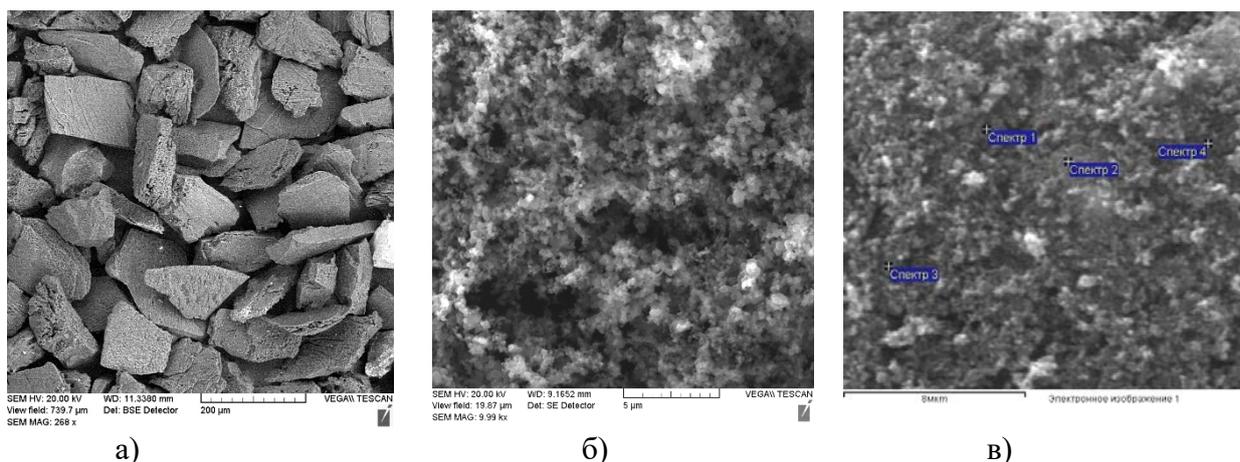
Для подтверждения, дополнения и корректировки данных дифракционного анализа рационально использовать микроанализатор сканирующего электронного микроскопа, который при использовании BSE – детектора позволяет качественно по «уровню серого цвета» визуально распределить имеющиеся в образце фазы, а количественное соотношение химических элементов в этих областях или точках, полученное при проведении микроанализа, даст возможность предположить наличие определённых фаз в образце.

Параметры тонкой структуры (например, уширение дифракционных линий, плотность дислокаций, параметры кристаллической решётки) также определяются по дифракционным спектрам, однако для более точного их определения необходимо регистрировать определённые части спектра, связанные с определёнными дифракционными линиями по специальным алгоритмам.

При выполнении данной работы были исследованы форма, размеры исходных частиц для изготовления шихты из смеси порошков импактного алмаза, бора, графита и их распределение в шихте.

На рисунке 1а видно, что размер частиц импактного алмаза находится в пределах 60-100 мкм, форма частиц осколочная, поверхность скола алмаза гладкая, в то время как поперёк частиц наблюдается губчатая структура.

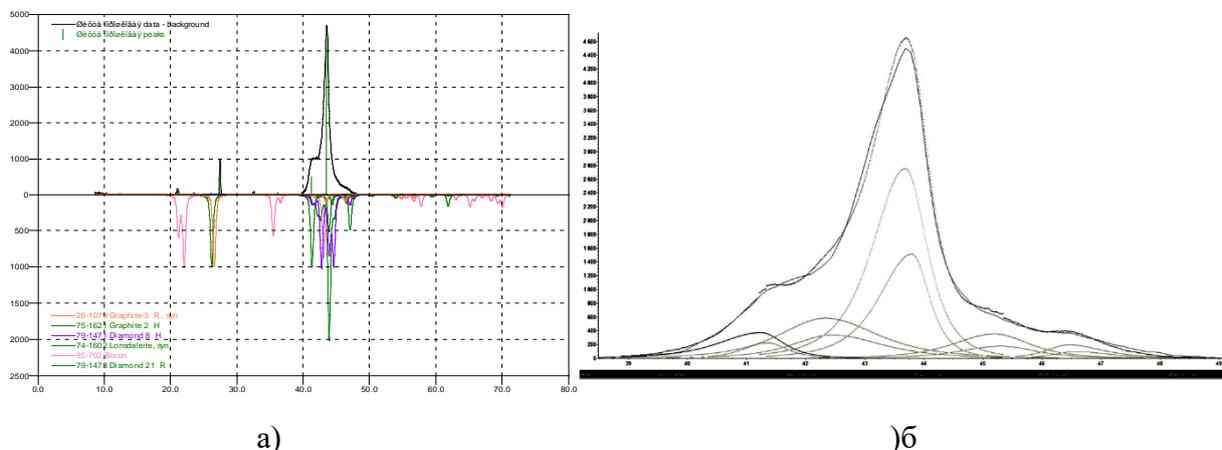
На рисунке 1б показано, что размер частиц порошка бора находится в пределах 0,5 – 1 мкм, форма частиц бора – осколочная с частично сглаженными краями.



а – форма и размер порошков импактного алмаза; б – форма и размер порошка бора; в – форма и размер порошка графита

Рисунок 1 - Микрофотографии исходных порошков алмаза, бора, графита, которые использовались для получения порошковой шихты

На рисунке 2 показан дифракционный спектр порошковой шихты, полученной в результате смешивания в этиловом спирте совместно с мелющими керамическими шарами и результаты анализа её фазового состава, а также математическим разложением основной информационной части спектра на составляющие единый спектр линии. Установлено, что для получения однородной шихты смешивание в спирте нужно проводить не менее 2 часов.



а – графическое изображение дифракционного спектра шихты из порошков бора, алмаза и графита; б – математическое разложение на составляющие основного участка дифракционного спектра шихты бор – алмаз – графит с целью определения точного положения дифракционных пиков, входящих в шихту фаз на основном информационном участке спектра

Рисунок 2 - Дифракционный спектр порошковой шихты с результатами анализа её фазового состава и математическим разложением основной информационной части спектра на составляющие единый спектр линии

Анализ данных рентгенограммы рисунка 2 позволил выяснить, что порошковая шихта состоит из следующих основных фаз: алмаз, бор, лонсдейлит, графит. Бор представлен, в основном, аморфной составляющей.

Полученные данные могут быть использованы в дальнейшем при изготовлении из исследованной шихты композитов с использованием метода высокоскоростного спекания под высоким давлением.