

[新设备·新材料·新方法]

DOI:10.3969/j.issn.1005-2895.2015.04.018

熔渗反应法制备金刚石/SiC 复合材料

杨国良, 林文松, 段丽慧

(上海工程技术大学 材料工程学院, 上海 201620)

摘要:为制备金刚石/SiC 复合材料,采用熔渗反应法,在真空环境和烧结温度为 1 500 ~ 1 600 °C 的条件下进行制备。分析了复合材料的致密度、硬度和在不同温度下的干摩擦磨损性能。结果表明,熔渗反应工艺制备的复合材料致密度高,烧结温度为 1 550 °C 时得到的复合材料的硬度最高。反应烧结金刚石/SiC 复合材料常温下的耐磨损性较好,但 600 °C 下的磨损性能显著恶化。

关键词:复合材料;金刚石/SiC;熔渗反应;烧结

中图分类号:TQ174.75 文献标志码:A 文章编号:1005-2895(2015)04-0073-03

Preparation of Diamond/SiC Composites by Melt Infiltration Method

YANG Guoliang, LIN Wensong, DUAN Lihui

(School of Materials Engineering, Shanghai University of Engineering Science, Shanghai 201620, China)

Abstract: The diamond / SiC composites were prepared by infiltration reaction method and sintered in a vacuum environment temperature at 1 500 ~ 1 600 °C. Density, hardness and wear properties at different temperatures of composite were analyzed and measured. The results show that the high density composite materials were made by the process of infiltrated reaction. Maximum hardness of the composite material was obtained when the sintering temperature is 1 550 °C. Wear resistance of the composites is good at room temperature, but it becomes worse at 600 °C.

Key words: composites; diamond/SiC; infiltration reaction; sintering

金刚石刀具具有硬度高、抗压强度高、导热性及耐磨性好等特性,可在高速切削中获得很高的加工精度和加工效率^[1-5]。由于人造金刚石的颗粒细小,通常不能直接作为刀具使用,采用适当的粘结剂将人造金刚石聚合形成大块聚晶金刚石,不仅具有单晶金刚石所固有的卓越性能,而且由于晶粒呈无序排列,具有各向同性特点,可以作为刀具坯料,满足大型加工刀具(如铣刀)的需要。

聚晶金刚石的粘结剂一般都由金属基体组成。将人造金刚石粉末和合金粉末混合均匀后,在模具中,通过高温和高压烧结得到致密的聚晶金刚石块体。由于粘结剂的存在,聚晶金刚石在硬度、耐磨性、热稳定性等方面要差于单晶金刚石^[6-7]。另一方面,由于制备过程中需要高温高压,聚晶金刚石块体的尺寸和形状受

到很大限制,并且金刚石晶粒通常还伴随着长大,导致聚晶金刚石性能恶化。许多研究小组通过调整金刚石颗粒级配、改变粘结剂成分和含量,对优化聚晶金刚石的性能进行了研究^[8-11]。

本文采用另外一种思路,将碳粉与金刚石粉末混合压制成型,而后将压坯放置于真空环境中,加热到硅的熔点温度以上,通过液态硅熔渗进入压坯中,与碳发生原位反应,形成碳化硅,并将金刚石颗粒紧密聚合在一起,形成聚晶金刚石/SiC 复合材料,研究其微观组织结构和耐磨性能。

1 试验

试验用人造金刚石粉末的平均粒径为 45 μm,来自河南某公司。将金刚石粉末与炭黑与适量的酒精进行球磨混合,球磨时间为 4 h。球磨后的浆料在烘箱中

收稿日期:2014-11-12;修回日期:2015-02-01

基金项目:上海市教委重点项目(13zz133);华南理工大学开放基金(2012004);上海工程技术大学研究生创新基金(14ky0510)

作者简介:杨国良(1990),男,山东郯城人,硕士研究生,主要研究方向为结构陶瓷。通信作者:林文松(1966),男,博士,教授,主要研究方向为复合材料及其表面改性。E-mail:wsln@sues.edu.cn

烘干,并通过筛孔尺寸为 0.250 mm(60 目)的筛制粒,而后在钢制模具中,在 100 MPa 压力下制成尺寸为 $\varnothing 30\text{ mm}\times 6\text{ mm}$ 的坯体,坯体以硅粉掩埋,于 1 600 $^{\circ}\text{C}$ 下真空渗硅烧结而成聚晶金刚石/SiC 复合材料,烧结保温时间为 30 min,真空度为 $5\times 10^{-3}\text{ Pa}$ 。

反应烧结碳化硅试样的密度和气孔率采用阿基米德排水法测定。试样密度 d 和气孔率 ρ 的计算公式为

$$d=\frac{m_1 2d_w}{m_2-m_3}, \rho=\frac{m_2-m_1}{m_2-m_3}\times 100\%。$$

式中: m_1 、 m_2 、 m_3 分别为试样干燥时、浸泡后和在水中的质量, d_w 为水的密度。

采用销-盘摩擦磨损试验机,试销材质为直径 9 mm 的 SiC 球,在室温 22 $^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 30%~50% 的条件下进行摩擦磨损试验,试验载荷为 20 N,滑动速度 0.45 m/s,滑动距离 800 m。连续测定摩擦力曲线并计算稳态下的摩擦因数,根据试样摩擦磨损试验前后的质量损失计算得出磨损率。

采用扫描电镜观察分析试样的磨损表面形貌,采用 XRD(X-ray diffraction)分析试样的相组成。

2 实验结果与讨论

2.1 试样的致密度和维氏硬度

不同烧结温度下得到的金刚石/SiC 复合材料的致密度和力学性能,结果如表 1 所示。

表 1 反应烧结金刚石/SiC 复合材料的致密度和力学性能
Table 1 Density and mechanical properties of diamond/SiC composites

烧结温度/ $^{\circ}\text{C}$	密度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	气孔率/%	维氏硬度/ H_{HV}
1 500	3.31	0.012	3 937
1 550	3.30	0.019	4 112
1 600	3.31	0.013	3 019

从表 1 的结果可以看出,在不同的烧结温度下,金刚石/SiC 复合材料的气孔率并没有显著区别。烧结温度由 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 提高到 1 550 $^{\circ}\text{C}$,复合材料的硬度有少量提高,但当烧结温度提高到 1 600 $^{\circ}\text{C}$ 时,复合材料的硬度有较大幅度的下降。

2.2 XRD 相组成

通过 XRD 检测分析,金刚石/SiC 复合材料的主要组成部分为金刚石和碳化硅,此外,还有少量的单质硅和碳存在。通过金相分析,复合材料中各相的体积分数如表 2 所示。

X 射线衍射图谱和金相组织如图 1 所示。

表 2 反应烧结金刚石/SiC 复合材料的相组成
Table 2 Phase composition of reaction sintering diamond/SiC composites

烧结温度/ $^{\circ}\text{C}$	体积分数/%			
	金刚石	碳化硅	硅	碳
1 500	52.0	47	1	
1 550	49.5	49	1	0.5
1 600	47.0	49	1	3.0

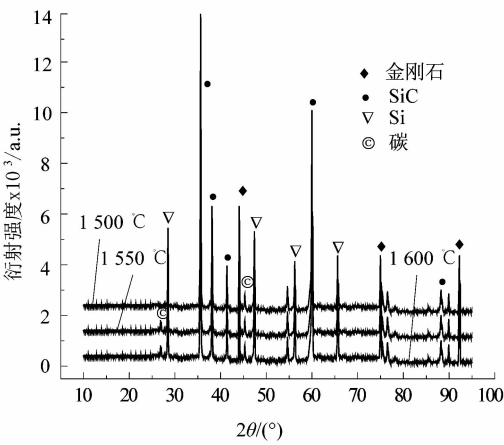


图 1 不同烧结温度下金刚石/碳化硅复合材料 XRD 图谱

Figure 1 X-ray diffraction pattern of composites with different temperature

可以看出,金刚石/SiC 复合材料的相组成基本由金刚石、碳化硅组成。通过金相观察,可以看到每个试样都有少量硅和碳黑存在。随着烧结温度提高,炭黑的含量有上升趋势,这可能是部分金刚石颗粒炭化的结果。由于金刚石的炭化,导致复合材料的硬度有较大幅度的下降。

2.3 摩擦磨损性能

图 2 示出了不同试样的磨损性能。从图中可以看出,随着烧结温度的提高,试样的比磨损率降低,其抗磨损性有所提高。

经 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 烧结的试样在室温和 600 $^{\circ}\text{C}$ 下进行摩擦磨损试验后的试样磨损表面形貌在扫描式电子显微镜(SEM)下的照片见图 3。

可见,烧结温度不同的试样的磨损表面形貌存在较大的差异,烧结温度为 1 600 $^{\circ}\text{C}$ 的试样的磨损表面较平滑,而 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 烧结的试样的磨损表面可见剥落坑。这是因为 1 600 $^{\circ}\text{C}$ 烧结的试样中存在较多的残留碳起到了固体润滑的作用,因此其磨损表面较为光滑。摩擦因数的不同导致了最大接触切应力的深度不同。

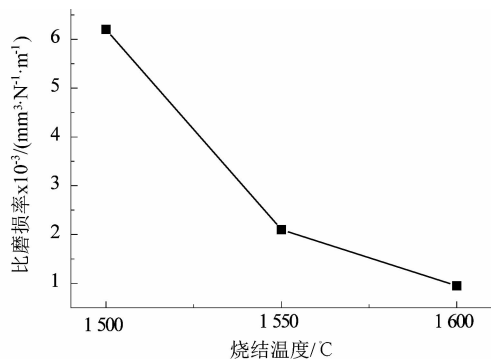


图2 不同烧结温度下试样的比磨损率

Figure 2 Wear rate of samples in different sintering temperature

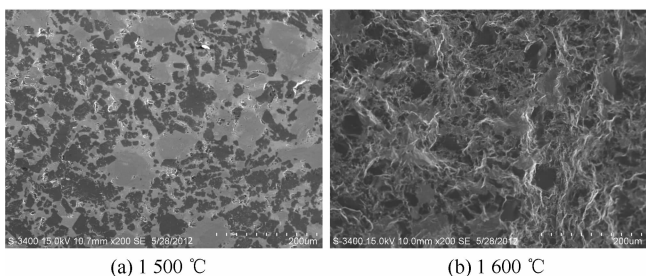


图3 不同烧结温度得到的试样的磨损表面形貌

Figure 3 Wear morphology of different sintering temperature

当摩擦力较大时,最大切应力位置将移至滑动表面。因此,高温烧结试样的主要磨损机理是表面裂纹形成及断裂,而较低温度下烧结样品的主要磨损机理是亚表层裂纹扩展及其导致的表面局部剥落。但这几种工艺得到的试样磨损率差别不大,这是因为低温烧结得到的样品硬度较高,其抗切削磨损性能较好;而高温烧结下存在的碳起到某种固体润滑的作用,导致其磨损率降低。

4 结语

采用反应烧结可以制备金刚石/碳化硅复合材料,

复合材料的摩擦因数较低,耐磨性优良。不同的烧结温度对复合材料的相组成和摩擦磨损性能有较大影响。烧结温度达到 1 600 °C 时,烧结金刚石/SiC 复合材料中有较多的碳残留,其室温下的耐磨损性较好,但其在 600 °C 下的磨损性能显著恶化。

参考文献:

- [1] HILLIG W B. Making ceramics composites by melt infiltration [J]. American Ceramic Society Bulletin, 1994, 73 (4): 56-62.
- [2] YE Feng, HOU Zhaoping, ZHANG Haijiao, et al. Spark plasma sintering of cBN/-SiAlON composites [J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527 (18/19): 4723-4726.
- [3] MUNGWANE K, SIGALAS I, HERRMANN M, et al. The wetting behavior and reaction kinetics in diamond-silicon carbide systems [J]. Original Research Article Ceramics International, 2009, 35 (6): 2435-2441.
- [4] KO Y S, TSURUMI T, FUKUNAGA O, et al. High pressure sintering of diamond-SiC composite [J]. Journal of Materials Science, 2001, 36 (2): 469-475.
- [5] GORDEEV S, ZHUKOV S, DANCHUKOVA L, et al. Method of manufacturing a diamond-silicon carbide-silicon composite and a composite produced by this method; US 10/737590 [P]. 2004-12-09.
- [6] MIUNGWANE K, SIGALAS I, HERRMANN M. The low-pressure infiltration of diamond by silicon to form diamond-silicon carbide composites [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2008, 28 (1): 321-327.
- [7] WOYDT M, HABIG K H. High temperature tribology of ceramics [J]. Tribology International, 1989, 22 (2): 75-88.
- [8] HOGMARK S, OLSSON M. Tribological performance of ceramic materials in face seal applications [C]//HAWTHOME H M, TROCZYNSKI T. Advanced Ceramics for Structural and Tribological Applications. British Columbia: The Metallurgical Society of CIM, 1995: 199-213.
- [9] 赵明, 黄莉萍, 丁传贤. 三种结构陶瓷摩擦副的干摩擦磨损研究 [J]. 摩擦学学报, 1998, 18 (1): 1-6.
- [10] 薛群基, 刘惠文. 陶瓷摩擦学 [J]. 摩擦学学报, 1995, 15 (4): 376-384.
- [11] 桑可正, 黄清伟, 金志浩. 含镍碳化硅复合材料的干摩擦特性 [J]. 摩擦学学报, 2000, 20 (2): 98-101.

[信息·简讯]

· 产品介绍 ·

● 西门子推出新型 Nanobox 及 Nanopanel PC

西门子全新推出 Nanobox PC Simatic IPC227E 和 Nanopanel PC Simatic IPC277E 共 2 款产品,是结构极其紧凑、坚固耐用的新一代工业用设备。Simatic IPC227E 箱式 PC 分为有 PCIe 插槽和无 PCIe 插槽 2 种型号。Simatic IPC277E 是面板式 PC,配备有 7-19 英寸的宽屏触控显示屏。这 2 款 PC 内置的英特尔双核和四核赛扬处理器结构紧凑、性能卓越。2 种型号的 PC 产品体积最小可达 0.001 m³。

这 2 款全新工业 PC 经过专门设计,具有封闭式全金属机身、无风扇运行、非易失性存储器选件特性,可实现免维护的需

求,并在高达 50°C 的极端环境温度下不间断工作。全新的工业 PC 支持 3 种不同的安装形式,使这些原本就超级紧凑的设备可以容身于小巧的控制柜中。所有版本均配备串口 RS 232/RS 422/RS 485、USB、工业以太网和显示端口,因此能够简单、快速地集成到工业解决方案中。Nanobox PC 和 Nanopanel PC 作为西门子推出的入门级工业 PC,不仅适用于完成操控、显示和通信方面的任务,还可以在机械工程、建筑自动化、交通控制和能源输送领域作为数据收集工具。

(朱建芸)