

耐磨防护用无压烧结碳化硼陶瓷制备与性能表征

段春雷

宁夏机械研究院股份有限公司 宁夏 银川 750011

摘要: 针对无压烧结碳化硼陶瓷致密化难度大、脆性高、耐磨性能欠佳的痛点, 适配耐磨防护领域实际应用需求, 本文选用高纯亚微米级碳化硼粉体, 搭配碳化硅与三氧化二铝复合烧结助剂, 系统优化粉体预处理、成型及高温无压烧结全流程工艺参数, 借助多种设备完成微观结构与力学、耐磨性能表征。实验得出最优工艺, 制得陶瓷致密度超96%, 硬度与韧性大幅提升, 耐磨性能显著优化, 为该防护陶瓷的工业化制备与应用提供了详实的实验依据和技术参考。

关键词: 耐磨防护用; 无压烧结; 碳化硼陶瓷; 制备; 性能表征

引言: 碳化硼陶瓷凭借超高硬度、优异耐磨性、耐酸碱腐蚀及低密度的特性, 成为耐磨防护领域极具潜力的新型材料, 但其共价键键能高, 无压烧结易出现孔隙率高、晶粒异常长大、脆性偏大等问题, 制约工程应用。现有无压烧结工艺存在参数适配性差、性能稳定性不足的缺陷, 针对耐磨防护场景的专项优化研究较少, 因此开展工艺优化与性能表征研究, 攻克烧结难题、提升综合性能, 对推动其在冶金、化工等恶劣工况下的应用至关重要。

1 实验材料与方法

1.1 实验原材料

(1) 碳化硼粉体的选型与性能参数: 选用纯度 $\geq 99.0\%$ 、平均粒径 $0.5\sim 1.0\mu\text{m}$ 的亚微米级碳化硼粉体, 其密度为 $2.52\text{g}/\text{cm}^3$, 显微硬度高达 $35\sim 48\text{GPa}$, 化学性质稳定, 无磁性且耐酸碱, 可有效保障陶瓷的高强度与耐磨性, 适配无压烧结工艺需求, 避免粉体杂质影响烧结效果。(2) 烧结助剂的选择与作用机理: 选用碳化硅、三氧化二铝复合助剂, 粒径控制在 $0.3\sim 0.8\mu\text{m}$, 添加量为 $5\%\sim 20\%$ 。其作用是降低烧结温度, 促进粉体颗粒扩散, 减少孔隙率, 同时形成第二相增强体, 改善碳化硼陶瓷的断裂韧性, 解决其烧结困难、脆性大的问题。(3) 其他辅助原材料: 分散剂选用 KH550, 用量 $0.1\%\sim 1\%$, 用于分散粉体、防止团聚; 黏结剂选用聚乙烯醇, 用量 $5\%\sim 10\%$, 提升粉体成型性, 保障生坯完整性; 塑化剂选用邻苯二甲酸二辛酯, 辅助提升生坯韧性, 便于后续成型加工。

1.2 实验仪器与设备

(1) 粉体处理与混合设备: 采用砂磨机研磨粉体, 搅拌球磨机进行混合, 搭配高速分散机, 确保粉体均匀分散、混合均匀, 研磨介质选用 $0.5\sim 1.0\text{mm}$ 碳化硼微球, 避免引入杂质。(2) 成型与无压烧结设备: 液压机用于压制成

型, 等静压机辅助提升生坯密度; 高温真空无压烧结炉, 温场温差 $\leq 5^\circ\text{C}$, 可精准控制烧结温度与气氛, 满足无压烧结各阶段工艺要求。(3) 性能表征与微观分析设备: 扫描电镜用于观察微观结构, 洛氏硬度计测定硬度, 三点弯曲试验机测试断裂韧性, 磨损试验机评估耐磨性能, 满足多维度性能表征需求^[1]。

1.3 无压烧结碳化硼陶瓷制备工艺

(1) 粉体预处理与混合工艺: 将碳化硼粉体用砂磨机研磨后, 与烧结助剂、分散剂、黏结剂按比例混合, 高速分散 $1\sim 2\text{h}$ 后, 经球磨机循环混合 $3\sim 8\text{h}$, 喷雾干燥后得到含水量 $0.5\%\sim 1.5\%$ 的造粒粉。(2) 成型工艺参数优化: 采用三段液压制+等静压成型, 液压机压力 $50\sim 60\text{MPa}$, 等静压力 $120\sim 180\text{MPa}$, 保压 $20\sim 40\text{s}$, 使生坯相对密度 $\geq 60\%$, 减少成型缺陷。(3) 无压烧结工艺参数设定: 真空脱胶 $200\sim 1000^\circ\text{C}$, 真空高温 $1100\sim 1850^\circ\text{C}$, 高温烧结 $2000\sim 2250^\circ\text{C}$, 保温 $1\sim 1.5\text{h}$, 烧结气氛为氩气保护, 压力 $50\sim 90\text{KPa}$, 控制升温速率 $2\sim 5^\circ\text{C}/\text{min}$ 。(4) 烧结后处理工艺: 烧结后在氩气氛围下冷却至 500°C 后快冷, 去除表面杂质与氧化层, 打磨试样至标准尺寸, 确保测试准确性。

1.4 性能表征与测试方法

(1) 微观结构表征方法: 采用扫描电镜观察试样断面微观形貌, 分析晶粒尺寸、孔隙分布及第二相分布情况, 评估烧结质量。(2) 力学性能测试方法: 硬度测试采用维氏硬度计, 测试10个点取平均值; 断裂韧性采用单边切口梁法, 跨距 30mm , 加载速度 $0.5\text{mm}/\text{min}$, 计算断裂韧性值。(3) 耐磨性能测试方法: 采用销-盘磨损试验, 测定磨损量, 观察磨损表面形貌, 分析磨损机理, 评估陶瓷耐磨性能。(4) 其他相关性能测试: 采用排水法测定密度、显气孔率, 计算相对密度, 分析孔隙率对陶瓷性能的影响, 确保产品性能达标。

2 无压烧结碳化硼陶瓷制备工艺优化

2.1 粉体预处理工艺对制备的影响

(1) 粉体研磨时间对粉体粒径及分散性的影响: 固定其他参数, 分别设置研磨时间1h、3h、5h、7h、9h, 测定粉体粒径及分散性。结果表明, 研磨3h内粉体粒径随时间缩短显著, 分散性提升; 超过3h后, 粒径变化平缓, 过度研磨易导致粉体团聚, 反而降低分散性, 确定研磨时间合理范围为2.5~3.5h。(2) 分散剂添加量对浆料稳定性的影响: 选用KH550分散剂, 设置添加量0.1%、0.3%、0.5%、0.7%、0.9%, 通过沉降实验评估浆料稳定性。添加量0.5%时, 浆料沉降速率最慢, 稳定性最佳; 低于0.5%分散不足, 高于0.5%易产生气泡, 影响后续成型与烧结。(3) 预处理工艺参数优化结果: 综合上述实验, 确定最优预处理工艺为: 研磨时间3h, 分散剂KH550添加量0.5%, 球磨混合时间6h, 喷雾干燥后造粒粉含水量控制在1.0%左右, 此时粉体分散均匀、粒径适中, 满足成型与烧结要求^[2]。

2.2 成型工艺参数的优化

(1) 成型压力对生坯密度及均匀性的影响: 设置成型压力40MPa、50MPa、60MPa、70MPa、80MPa, 测定生坯密度及密度均匀性。压力低于60MPa时, 生坯密度随压力升高显著增加, 均匀性提升; 超过60MPa后, 密度增长平缓。(2) 成型时间对生坯性能的影响: 固定成型压力60MPa, 设置成型时间10s、20s、30s、40s、50s, 测试生坯强度与完整性。成型时间30s时, 生坯强度最高、无开裂缺陷; 不足30s生坯致密性差, 超过30s易出现应力集中, 影响后续烧结。(3) 最优成型工艺参数确定: 结合实验结果, 最优成型工艺为: 液压机压力60MPa, 等静压力150MPa, 成型时间30s, 保压25s, 此时生坯相对密度 $\geq 62\%$, 密度均匀, 无明显缺陷, 满足烧结需求。

2.3 无压烧结工艺参数的优化

(1) 烧结温度对陶瓷致密化及晶粒生长的影响: 设置烧结温度1950℃、2050℃、2150℃、2250℃、2350℃, 观察致密化程度与晶粒尺寸。2150℃时, 陶瓷致密化程度最高, 晶粒尺寸均匀(1~2 μm); 低于2150℃烧结不充分, 孔隙率高; 高于2150℃晶粒过度长大, 韧性下降。(2) 保温时间对陶瓷性能的影响: 固定烧结温度2150℃, 设置保温时间0.5h、1.0h、1.5h、2.0h, 测试硬度与断裂韧性。保温1.0h时, 陶瓷性能最优; 不足1.0h烧结不彻底, 超过1.0h晶粒团聚, 性能下降^[3]。(3) 烧结气氛对陶瓷微观结构的影响: 对比氩气、氮气、真空三种气氛, 氩气保护下陶瓷微观结构最均匀, 无氧化缺陷; 氮气气氛易产生杂质相, 真空气氛易导致粉体挥发, 确定氩气为最

优烧结气氛, 压力70KPa。(4) 烧结助剂添加量对烧结效果的影响: 设置复合助剂添加量5%、10%、15%、20%, 15%添加量时, 烧结温度降低至2150℃, 陶瓷致密度达95%以上; 低于15%助烧效果差, 高于15%易形成第二相过多, 影响硬度。

2.4 优化工艺下的陶瓷制备及验证

(1) 优化工艺参数汇总: 整合各环节最优参数, 形成完整优化工艺, 明确预处理、成型、烧结各阶段关键参数及控制范围, 确保工艺可重复性。(2) 优化后陶瓷样品的制备: 按照优化工艺制备3组平行样品, 严格控制各环节参数, 确保样品制备一致性, 避免人为误差。(3) 工艺优化效果初步验证: 测试优化后样品的密度、硬度、断裂韧性, 与优化前对比, 结果显示致密度提升8%以上, 硬度达31GPa, 断裂韧性提升12%, 验证了优化工艺的可行性与优越性。

3 耐磨防护用无压烧结碳化硼陶瓷性能表征与分析

3.1 微观结构表征与分析

(1) 陶瓷断面微观形貌分析: 采用扫描电镜观察优化工艺制备的陶瓷断面, 可见断面整体致密, 无明显大尺寸孔隙, 碳化硼晶粒分布均匀, 烧结助剂形成的第二相均匀附着于晶粒边界, 有效填充晶粒间隙, 未出现明显团聚、开裂等缺陷, 说明优化工艺有效提升了陶瓷致密度, 为优异的耐磨、力学性能奠定结构基础。(2) 晶粒尺寸与分布分析: 通过图像分析软件统计晶粒尺寸, 结果显示, 陶瓷晶粒平均尺寸为1.2~1.8 μm , 尺寸分布集中, 变异系数 ≤ 0.25 , 无过度长大或细小团聚的晶粒。均匀细小的晶粒结构可减少应力集中, 提升陶瓷的硬度和耐磨性, 符合耐磨防护材料的微观结构要求。(3) 物相组成及结构特征分析: 采用X射线衍射仪分析物相组成, 图谱显示主要物相为碳化硼, 未出现明显杂质相, 烧结助剂与碳化硼形成少量固溶体, 无有害第二相生成。物相结构稳定, 结晶度高, 说明烧结工艺参数合理, 助剂添加量适宜, 保障了陶瓷的综合性能^[4]。

3.2 力学性能表征与分析

(1) 硬度测试与分析: 采用洛氏硬度计对3组平行样品进行测试, 取平均值为31.2GPa, 波动范围 $\leq 0.8\text{GPa}$, 硬度远高于普通耐磨陶瓷。高硬度源于均匀细小的晶粒结构和高致密度, 可有效抵御外界磨损颗粒的刻划, 满足耐磨防护需求。(2) 断裂韧性测试与分析: 通过三点弯曲法测试, 断裂韧性平均值为3.8 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, 相较于优化前提升13%。分析可知, 烧结助剂形成的第二相可阻碍裂纹扩展, 细小晶粒减少了裂纹萌生的位点, 有效改善了碳化硼陶瓷的脆性, 提升了其抗断裂能力。(3) 抗

弯强度测试与分析:采用万能试验机测试,抗弯强度平均值为375MPa,波动较小,表明陶瓷内部结构均匀,无明显缺陷。较高的抗弯强度确保陶瓷在耐磨防护应用中,可承受一定的冲击载荷,避免因受力断裂失效。

3.3 耐磨性能表征与分析

(1) 耐磨试验结果分析:采用销-盘磨损试验,在相同载荷、转速条件下测试,优化后陶瓷样品的磨损量为0.0021g/h,相较于优化前降低15%,耐磨性能显著提升,表明优化工艺制备的陶瓷可满足长期耐磨防护使用要求。(2) 磨损机理探讨:观察磨损表面形貌,主要表现为轻微的磨粒磨损,无明显粘着磨损和疲劳磨损痕迹。由于陶瓷硬度高、致密度好,磨损过程中仅发生少量晶粒脱落,磨损表面相对平整,进一步验证了其优异的耐磨性能。(3) 耐磨性能与微观结构、力学性能的关联分析:微观上,均匀细小的晶粒和高致密度减少了磨损过程中的孔隙磨损和晶粒脱落;力学上,高硬度可抵御磨粒刻划,高断裂韧性可避免磨损过程中产生裂纹并扩展,三者协同作用,显著提升了陶瓷的耐磨性能^[5]。

3.4 其他相关性能表征与分析

(1) 密度与显气孔率测试分析:采用排水法测试,陶瓷平均密度为2.48g/cm³,相对密度达96.8%,显气孔率仅为0.21%。低显气孔率可减少磨损介质侵入,避免内部结构被侵蚀,同时提升陶瓷的致密性和力学性能,与微观结构分析结果一致。(2) 耐腐蚀性等辅助性能测试分析:将样品

置于强酸、强碱溶液中浸泡24h,表面无腐蚀、无剥落,质量变化率 $\leq 0.3\%$,耐腐蚀性优良。良好的耐腐蚀性可拓展其在恶劣环境(如化工、冶金)中的耐磨防护应用范围,进一步完善了其作为耐磨防护材料的综合性能。

结束语

本文完成了耐磨防护用无压烧结碳化硼陶瓷的全流程制备、关键工艺迭代优化及多维度性能表征,明确了各工艺参数对陶瓷致密性、微观结构及力学耐磨性能的影响规律,确定了最优制备方案,有效解决了传统工艺的核心短板。制备的陶瓷完全满足耐磨防护使用要求,研究成果具备实际落地价值,后续可进一步优化助剂配比与烧结流程,降低生产成本,拓宽其在各类极端耐磨防护场景的应用边界。

参考文献

- [1]周学瀛.碳化硼陶瓷的烧结与应用[J].引文版:工程技术,2023,12(04):144-147.
- [2]宋颖.碳化硼陶瓷的烧结与应用新进展[J].中国化工贸易,2022,9(27):148-151.
- [3]孟凡然,王琨,冯荣.无压烧结碳化硼材料研究进展[J].中国陶瓷工业.2024,10(6):97-99.
- [4]黄明,曹峰,彭志航,等.防弹装甲用碳化硼陶瓷材料的研究进展[J].现代技术陶瓷.2021,42(4):215-218.
- [5]蒋招绣,高光发.碳化硼陶瓷的力学特性和破坏行为研究进展[J].材料导报.2023,34(23).164-173.