

碳化钽的高温烧结特性及致密化机制研究

王 冬

中色(宁夏)东方集团有限公司钽铌火法冶金分厂 宁夏 石嘴山 753000

摘要:本文聚焦于碳化钽(TaC)的高温烧结特性及致密化机制展开深入研究。首先介绍了碳化钽的基本性质与应用背景,强调了研究其高温烧结行为的重要性。通过一系列实验,详细探讨了不同烧结温度、保温时间、添加剂等因素对碳化钽烧结体的密度、显微结构以及力学性能的影响。运用扫描电子显微镜(SEM)、X射线衍射(XRD)等分析手段,揭示了碳化钽在高温烧结过程中的致密化机制,包括颗粒重排、颈部生长、晶粒长大等阶段的动力学过程。研究结果表明,合适的烧结工艺参数能够显著提高碳化钽的致密度,优化其显微结构,进而提升其力学性能。本研究为碳化钽材料的高性能制备提供了理论依据与实践指导。

关键词:碳化钽;高温烧结;致密化机制;显微结构;力学性能

1 引言

碳化钽(TaC)作为一种典型的过渡金属碳化物,具有诸多优异的物理和化学性质,如高熔点(约3880°C)、高硬度(显微硬度可达1600-2000kg/mm²)、良好的化学稳定性和热稳定性等。这些特性使得碳化钽在航空航天、核能、电子等众多高科技领域具有广泛的应用前景。例如,在航空航天领域,碳化钽可作为高温结构材料用于制造发动机的热端部件,承受极端的高温、高压和高速气流冲刷;在核能领域,其优异的抗辐射性能使其成为核反应堆中重要的结构材料和包壳材料^[1]。然而,碳化钽的制备过程,尤其是高温烧结过程,面临着诸多挑战。由于碳化钽的熔点极高,传统的烧结方法难以实现其致密化烧结,导致烧结体中存在大量的孔隙,严重影响了材料的性能。因此,深入研究碳化钽的高温烧结特性及致密化机制,开发有效的烧结工艺,对于提高碳化钽材料的质量和性能,拓展其应用范围具有重要的理论和实际意义。

2 实验材料与方法

2.1 实验原料

实验所用碳化钽粉末为市售高纯度产品,其纯度不低于99.5%,平均粒径约为2-5μm。添加剂选用分析纯级别的碳粉(纯度≥99.9%)和金属镍粉(纯度≥99.9%,平均粒径约为1-3μm)。

2.2 样品制备

2.2.1 粉末混合球磨:将碳化钽粉末与不同种类和含量的添加剂按一定比例在行星式球磨机中进行混合球磨。球磨介质选用无水乙醇,球料比设定为5:1,球磨转速为200r/min,球磨时间固定为24h,以确保粉末混合均匀。具体混合比例如下表所示:

碳化钽粉末质量 (g)	碳粉质量 (g)	金属镍粉质量 (g)
100	0-5 (不同实验组 取值不同)	0-10 (不同实验组 取值不同)

2.2.2 干燥与过筛:球磨后的混合粉末转移至真空干燥箱中,在80°C的温度下干燥2h,以去除无水乙醇。干燥后的粉末使用200目的标准筛进行过筛,去除可能存在的团聚大颗粒,备用。

2.2.3 冷压成型:采用冷压成型工艺将干燥后的混合粉末压制成圆柱形生坯^[2]。将粉末装入直径为15mm的模具中,在液压机上施加200MPa的压制压力,保压时间为2min,制得高度约为10mm的圆柱形生坯。

2.2.4 热压烧结:将生坯放入石墨模具中,采用热压烧结炉进行高温烧结实验。烧结过程在真空环境下进行,真空度低于10⁻³Pa。升温速率为10°C/min,达到设定烧结温度后保温一定时间(保温时间根据实验设计分别为0.5h、1h、2h、3h、4h等),然后随炉冷却至室温。具体烧结温度和保温时间设置如下表所示:

实验分组	烧结温度 (°C)	保温时间 (h)
温度影响组1	1800	2
温度影响组2	2000	2
温度影响组3	2200	2
时间影响组1	2200	0.5
时间影响组2	2200	1
时间影响组3	2200	2
时间影响组4	2200	3
时间影响组5	2200	4

2.3 性能测试与表征

(1) 密度测试:采用阿基米德排水法测量烧结体的密度,每个样品测量3次取平均值,以减小误差。

(2) 显微结构分析: 利用扫描电子显微镜 (SEM) 观察烧结体的断口形貌和显微结构, 分析颗粒的连接情况、孔隙分布以及晶粒大小等特征。

(3) 物相分析: 通过X射线衍射仪 (XRD) 对烧结体进行物相分析, 确定烧结过程中物相的变化情况。

(4) 力学性能测试: 采用万能材料试验机测量烧结体的抗弯强度, 试样尺寸为 $3\text{mm}\times 4\text{mm}\times 30\text{mm}$, 跨距为 24mm , 加载速率为 0.5mm/min 。使用维氏硬度计测量烧结体的硬度, 载荷为 10kg , 保压时间为 15s 。

3 实验结果与讨论

3.1 烧结温度对碳化钽烧结特性的影响

3.1.1 密度变化: 在不同烧结温度下保温 2h 时碳化钽烧结体的密度变化数据如下表所示:

烧结温度 (°C)	密度 (g/cm³)	相对理论密度 (%)
1800	6.8	约70
2000	8.3	约85
2200	9.2	约94

随着烧结温度的升高, 烧结体的密度呈现出先快速增加后趋于稳定的趋势。在较低温度 (如 1800°C) 时, 烧结体的密度较低, 这是因为此时颗粒间的结合较弱, 孔隙较多且难以消除。随着温度升高至 2000°C , 烧结体的密度显著提高, 这是由于高温促进了颗粒的扩散和颈部生长, 使颗粒间的接触更加紧密, 孔隙逐渐减少。当烧结温度进一步升高至 2200°C 及以上时, 烧结体的密度增加趋于平缓, 接近理论密度, 表明此时烧结体已基本达到致密化状态。

3.1.2 显微结构演变: SEM观察结果显示, 在不同烧结温度下碳化钽烧结体的显微结构存在明显差异。 1800°C 烧结时, 颗粒之间主要以点接触为主, 存在大量孤立孔隙, 颗粒形状较为规则, 晶粒尺寸较小, 平均晶粒尺寸约为 $0.8\mu\text{m}$ 。 2000°C 烧结时, 颗粒间的接触面积增大, 形成明显的颈部, 孔隙数量减少且尺寸变小, 部分孔隙开始闭合, 晶粒略有长大, 平均晶粒尺寸约为 $1.2\mu\text{m}$ 。 2200°C 烧结时, 颗粒间结合紧密, 孔隙基本消失, 形成连续的致密结构, 晶粒进一步长大, 但整体分布较为均匀, 平均晶粒尺寸约为 $1.8\mu\text{m}$ 。

3.1.3 力学性能变化: 烧结温度对碳化钽烧结体力学性能的影响数据如下表所示:

烧结温度 (°C)	抗弯强度 (MPa)	硬度 (HV)
1800	200	1200
2000	450	1500
2200	620	1850

随着烧结温度的升高, 烧结体的抗弯强度和硬度均

呈现出先升高后趋于稳定的趋势, 这与密度的变化规律基本一致^[3]。在 1800°C 烧结时, 由于烧结体密度较低, 孔隙较多, 抗弯强度仅为 200MPa 左右, 硬度约为 1200HV 。当烧结温度升高至 2200°C 时, 抗弯强度提高至 620MPa 以上, 硬度达到 1850HV 以上, 这主要得益于烧结体致密度的提高和显微结构的优化。

3.2 保温时间对碳化钽烧结特性的影响

3.2.1 密度变化: 在 2200°C 烧结温度下, 不同保温时间对碳化钽烧结体密度的影响数据如下表所示:

保温时间 (h)	密度 (g/cm³)	相对理论密度 (%)
0.5	8.5	约87
1	8.9	约91
2	9.1	约93
3	9.2	约94
4	9.2	约94

随着保温时间的延长, 烧结体的密度逐渐增加。在保温初期 (0-1h), 密度增加较为迅速, 这是因为此时颗粒间的扩散和颈部生长过程较为活跃, 孔隙快速减少。随着保温时间进一步延长至2-3h, 密度增加速度变缓, 表明致密化过程逐渐趋于完成。当保温时间超过3h后, 密度基本不再变化, 说明烧结体已达到该温度下的最大致密度。

3.2.2 显微结构演变: SEM观察表明, 在 2200°C 烧结时, 不同保温时间下碳化钽烧结体的显微结构也有所不同。保温0.5h时, 颗粒间颈部初步形成, 但仍存在较多孔隙, 晶粒尺寸较小, 平均晶粒尺寸约为 $1.0\mu\text{m}$ 。保温1h后, 颈部进一步生长, 孔隙数量减少, 部分孔隙开始闭合, 晶粒略有长大, 平均晶粒尺寸约为 $1.3\mu\text{m}$ 。保温3h时, 颗粒间结合紧密, 孔隙基本消失, 形成均匀致密的结构, 晶粒尺寸相对较大但分布均匀, 平均晶粒尺寸约为 $1.8\mu\text{m}$ 。

3.2.3 力学性能变化: 保温时间对碳化钽烧结体力学性能的影响数据如下表所示:

保温时间 (h)	抗弯强度 (MPa)	硬度 (HV)
0.5	400	1500
1	550	1700
2	600	1800
3	650	1900
4	650	1900

随着保温时间的延长, 抗弯强度和硬度均呈现先升高后趋于稳定的趋势。保温0.5h时, 抗弯强度约为 400MPa , 硬度约为 1500HV ; 保温3h时, 抗弯强度达到 650MPa 以上, 硬度达到 1900HV 左右, 之后随着保温时间

继续延长，力学性能基本保持不变。

3.3 添加剂对碳化钽烧结特性的影响

3.3.1 碳粉添加剂的作用：在碳化钽粉末中添加适量碳粉（质量分数为1%）进行烧结实验，实验结果如下表所示：

项目	未添加碳粉	添加碳粉
密度 (g/cm ³)	9.0	9.2
相对理论密度 (%)	约92	约94
抗弯强度 (MPa)	580	667
硬度 (HV)	1800	1980

XRD分析显示，在烧结过程中碳粉与碳化钽表面的氧化层发生反应，消除了氧化层对烧结的阻碍作用，促进了颗粒间的扩散和结合。同时，碳粉的添加还可以抑制晶粒的异常长大，使晶粒尺寸更加细小均匀。SEM观察发现，添加碳粉后烧结体的孔隙明显减少，致密度提高。性能测试结果表明，添加碳粉后烧结体的抗弯强度和硬度分别提高了约15%和10%。

3.3.2 金属镍添加剂的作用：添加质量分数为5%的金属镍粉作为添加剂进行烧结实验，实验结果如下表所示：

项目	未添加镍粉	添加镍粉
密度 (g/cm ³)	9.0	9.3
相对理论密度 (%)	约92	约95
抗弯强度 (MPa)	580	720
硬度 (HV)	1800	2050

镍粉在烧结过程中形成液相，液相的出现促进了颗粒的重排和扩散，加速了致密化过程。SEM观察显示，添加镍粉后烧结体的显微结构更加致密，颗粒间结合紧密，孔隙数量大幅减少。XRD分析表明，镍与碳化钽之间没有发生明显的化学反应，主要以物理混合的形式存在。性能测试结果显示，添加镍粉后烧结体的抗弯强度达到720MPa以上，硬度达到2050HV以上，较未添加镍粉时均有显著提高。

3.4 碳化钽高温烧结的致密化机制分析

3.4.1 颗粒重排阶段：在烧结初期，颗粒之间主要以点接触为主，存在大量孔隙。此时，在热激活作用下，颗粒开始发生微小移动，通过颗粒重排使颗粒间的接触更加紧密，孔隙数量减少，这一过程主要受颗粒的布朗运动和表面能降低的驱动^[4]。添加剂的加入可以降低颗粒间的摩擦力，促进颗粒重排，加速致密化进程。例如，金属镍粉形成的液相可以润滑颗粒表面，使颗粒更容易

移动和重排。

3.4.2 颈部生长阶段：随着烧结温度升高和保温时间延长，颗粒间的接触面积逐渐增大，形成颈部。颈部生长是通过物质扩散实现的，主要包括体积扩散、表面扩散和晶界扩散等机制。在高温下，体积扩散成为主要的扩散方式，原子从颗粒内部向颈部迁移，使颈部不断长大，颗粒间的结合更加牢固，孔隙进一步减少。例如，在2000℃以上时，碳化钽原子的体积扩散速率显著增加，促进了颈部的快速生长。

3.4.3 晶粒长大与孔隙闭合阶段

在烧结后期，随着颈部的不断生长，颗粒逐渐融合形成连续的晶粒结构。同时，剩余的孔隙在晶粒长大过程中被包裹并逐渐缩小直至闭合，最终实现烧结体的致密化。晶粒长大过程受温度、时间和添加剂等因素的影响，合适的工艺参数可以控制晶粒的长大速度，获得均匀细小的晶粒结构，从而提高材料的性能。例如，添加碳粉可以抑制晶粒的异常长大，使晶粒尺寸更加细小均匀，有利于提高烧结体的力学性能。

结语

本研究经系统实验与理论分析，深入探究了碳化钽的高温烧结特性及致密化机制。研究表明，烧结温度、保温时间是重要影响因素，2200℃保温3h可获高性能烧结体；添加剂影响显著，碳粉和金属镍粉作用不同；高温烧结过程分多阶段，受不同动力学机制控制。尽管取得一定成果，但仍有待进一步研究：探索新型烧结技术工艺以降低成本；深入研究碳化钽基复合材料拓展应用领域；加强烧结理论研究提供可靠依据。相信随着研究深入与新技术涌现，碳化钽将在更多高科技领域发挥重要作用。

参考文献

- [1] 王强,赵刚,黄云红,等.细粒径碳化钽的生产方法及工艺研究[J].冶金与材料,2023,43(04):55-57.
- [2] 王菊巍,张振钢,梁浩,等.烧结压力对碳化钽陶瓷维氏硬度的影响[J].高压物理学报,2021,35(02):10-15.
- [3] 张述熙,曹洪涛,赵正星,等.用于碳化硅晶体生长的多孔碳化钽材料制造理论研究[J].信息记录材料,2025,26(01):1-5.
- [4] 董源昊.碳化钽涂层对碳化硅晶体生长影响的数值仿真[D].上海师范大学,2025.