

საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი

ნინო დარახველიძე

Si-Al-O-N სისტემაში მაღალცეცხლგამძლე კომპოზიტების
მიღება და თვისებების შესწავლა

სადოქტორო პროგრამა –ქიმიური და ბიოლოგიური ინჟინერია
შიფრი-0410

ავტორეფერატი

დოქტორის აკადემიური ხარისხის მოსაპოვებლად
წარდგენილი დისერტაციის

თბილისი

2016

სამუშაო შესრულებულია საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტის ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგიის ფაკულტეტის ქიმიური ტექნოლოგიის დეპარტამენტის ბიონანოსამედიცინო, კერამიკული და პოლიმერული კომპოზიტების ტექნოლოგია, ინსპექცია, კონტროლი მიმართულებაზე.

ხელმძღვანელები: პროფ. ზ. კოვზირიძე
პროფ. ნ. ნიუარაძე

რეცენზენტები: -----

დაცვა შედგება -----წელი”-----“-----, -----საათზე
საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტის ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგიის ფაკულტეტის სადისერტაციო საბჭოს კოლეგიის სხდომაზე, კორპუსი -----, აუდიტორია -----
მისამართი: 0175, თბილისი, კოსტავას 77.

დისერტაციის გაცნობა შეიძლება საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტის ბიბლიოთეკაში, ხოლო ავტორეფერატის-ფაკულტეტის ვებ-გვერდზე

სადისერტაციო საბჭოს მდივანი-----

ნაშრომის ზოგადი დახასიათება თემის აქტუალურობა

თანამედროვე ტექნიკის სწრაფი განვითარება მოითხოვს მაღალი საექსპლოატაციო თვისებების მქონე მასალების შექმნის აუცილებლობას. ასეთ მასალებს მიეკუთვნებიან მაღალი ცეცხლგამძლე ოქსიდებისა და ძნელღობადი უჟანგბადო ნაერთების ბაზაზე მიღებული კომპოზიტები.

მიუხედავად მაღალცეცხლგამძლე ოქსიდებისაგან მიღებული მასალების დიდი უპირატესობისა (მაღალი სიმკვრივე და სიმტკიცე, მათ შორის გახურებისას, მდგრადობა დამუხანგავი გარემოს ზემოქმედების მიმართ) ის ძირითადად გამოიყენება მაღალი თერმული გაფართოების კოეფიციენტით და შედეგად დაბალი თერმული შედეგობით.

უჟანგბადო ძნელღობადი ნაერთების კერამიკა, კერძოდ, სილიციუმის კარბიდის, პირიქით, ხასიათდება დაბალი თერმული შედეგობით მაღალი სიმტკიცისა და სისაღის პირობებში, მაგრამ ადვილად იჟანგებიან დაწყებული 1200°C -დან. გარდა ამისა, უჟანგბადო ნაერთები (კარბიდები, ნიტრიდები, სილიციდები, ბორიდები) ცუდად შეცხვებიან.

ამიტომ ისეთი კომპოზიტის მიღება, რომელიც გააერთიანებდა, როგორც ოქსიდური, ასევე უჟანგბადო ნაერთების ყველა უპირატესობას (ღირსებას) და გამორიცხავდა მათ ნაკლს თანამედროვე მასალათმცოდნეობის აქტუალური ამოცანაა. ასეთ მასალებს მიეკუთვნებიან სიალონები.

სიალონები წარმოადგენენ მეტალთან ოქსიდების მყარ ხსნარს ნიტრიდებში, შედგებიან სილიციუმის, ალუმინის ჟანგბადის და აზოტისაგან და იწოდებიან სიალონებად. ისინი ხასიათდებიან უნიკალური თვისებების შეხამებით. სიმტკიცე მაღალ ტემპერატურებზე ($1500-1800^{\circ}\text{C}$), მაღალი ცეცხლგამძლეობით, კოროზიული ცვეთა და თერმული შედეგობა, სისაღე და ითვლებიან ისეთ მასალებად, რომელთაც ამჟამად აქვთ ტექნოლოგიური და კომერციული პერსპექტივები.

სიალონების მიღება სხვადასხვა მეთოდით ხდება: პლაზმოქომიური, ზოლ-გელ ტექნოლოგიით, ქიმიური, რეაქციული შეცხობის, ცხელი დაწნეხვის, მაღალტემპერატურული თვითგაგრძელებადი სინთეზის და სხვა.

აღნიშნული მეთოდებით სიალონების მიღებისას წინასწარ ცხელი დაწნეხვის მეთოდით მიღებული Si_3N_4 , AlN და Al_2O_3 -ის გამოყენება საკმაოდ ზრდის კომპოზიციური მასალების ღირებულებას.

ტექნოლოგია მნიშვნელოვნად მარტივდება და თვითღირებულება მცირდება, თუ მის დასამზადებლად იქნება გამოყენებული ნედლეული, რომელიც არ საჭიროებს სერიოზულ ქიმიურ გასუფთავებას ან გადამუშავებას. მაგალითად ალუმოსილიკატური ნედლეული—კაოლინი.

კაოლინზე ალუმინის პუდრის და ელემენტარული სილიციუმის დამატებით ალუმოთერმული და აზოტირების პროცესებით ჩვენს მიერ მიღებულია კომპოზიციური მასალები β -სიალონური მატრიცით, რომლებიც ხასიათდებიან მაღალი ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებებით, რომელსაც კიდევ უფრო აუმჯობესებს სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის დამატება.

სამუშაოს მიზანი

სამუშაოს მიზანს შეადგენს ინოვაციური მაღალი ტექნოლოგიის შექმნა კომპლექსურად მაღალი საექსპლოატაციო თვისებების სიალონშემცველი კომპოზიტის მისაღებად. ინოვაციას წარმოადგენს ალუმინოთერმული და აზოტირების კომპლექსურ პროცესში, რეაქციული შეცხობისა და შემდგომში ცხელი წნეხვის მეთოდით სასურველი ფაზური შედგენილობის სიალონის მიღება.

კვლევის ობიექტი და მეთოდები

კვლევის ობიექტს შეადგენდა გამოყენებული ნედლეული და მათ ბაზაზე მიღებული კომპოზიტები SiC და Al_2O_3 სიალონური შემკვრელით

და რეაქციული შეცხოებისა და შემდგომი ცხელი დაწნევის მეთოდით მიღებული კომპოზიტები CH-6, CH-7, CH-8.

სამუშაოს შესასრულებლად გამოყენებულ იქნა კვლევის თანამედროვე მეთოდები. ფიზიკურ-მექანიკური მახასიათებლების განსაზღვრისათვის სახელმწიფო სტანდარტებით დადგენილი მეთოდები და ხელსაწყო-დანადგარები:

- ✓ ცეცხლგამძლეობა. მაღალტემპერატურული სილიტის ღუმელი.
- ✓ თერმული მედეგობა. მაღალტემპერატურული სილიტის ღუმელი.
- ✓ სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას. ჰიდრაულიკური წნეხი.
- ✓ ფორიანობა და სიმკვრივე. ვაკუუმური აპარატი.
- ✓ რენტგენოსტრუქტურული ანალიზი. დიფრაქტომეტრი “ДРОИ-3”.
- ✓ ელექტრონული მიკროსკოპია. რასტრული ელექტრონული მიკროსკოპი.
- ✓ ცხელი დაწნევის მეთოდი, მაღალტემპერატურული ვაკუუმური ღუმელი OXY-GON(Model № FR210-30T-A-200-EVC)
- ✓ დინამიური მიკროსისაღისა და ინდენტირების მოდულის განსაზღვრის მეთოდი. დინამიურ ულტრა მიკროსისაღის ტესტერზე DUH-211S.
- ✓ მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი. OXFORD instrumentals დეტექტორზე X-max.

ნაშრომის ძირითადი შედეგები და მეცნიერული სიახლე

- ✓ დადგენილია, რომ შედარებით მარტივი ტექნოლოგიით და იაფი ნედლეულით მიღებულია მაღალი საექსპლოატაციო თვისებების კომპოზიტები სიალონური მატრიცით.
- ✓ დადგენილია სიალონური კომპოზიტის მისაღებად ალუმოთერმული პროცესის უპირატესობა კარბოთერმულთან შედარებით.
- ✓ დადგენილია, რომ ნიტროალუმოთერმული მეთოდით პირველად მიიღება ალუმინის ნიტრიდი,პარალელურად მიმდინარეობს

აღუმოთერმული პროცესი SiO_2 -ის ადგენით Si -მდე, შემდეგ Si_3N_4 და საბოლოოდ ხდება სიალონის მყარი ხსნარის მიღება.

- ✓ დადგენილია, რომ კომპოზიტის CH-6 მიიღება სამფაზიანი. ერთი არის β -სიალონი, მეორე სილიციუმის კარბიდი, მესამე-კორუნდი. CH-7-კორუნდი და სიალონი.
- CH-8- სილიციუმის კარბიდი და სიალონი.

შედგების გამოყენების სფერო

მიღებული კომპოზიტების გამოყენება შესაძლებელია რაკეტულ-კოსმიურ ტექნიკაში, მაღალტემპერატურული ნაკეთობების კომპოზიციური დამფარავების სახით, მაღალტემპერატურული ღუმელის ამონაგის, თერმოწყვილის დამცავი გარსაცმების დასამზადებლად, ლითონსაჭრელი ინსტრუმენტების სახით, ლითონისა და ქვის დასამუშავებლად, კბილის საბურღ მოწყობილობებში, საკისრებში და სხვა.

დისერტაციის მოცულობა და სტრუქტურა

ნაშრომი შედგება შესავლის, ლიტერატურული მიმოხილვის, სამი თავისა და დასკვნისაგან, წარმოდგენილია ნაბეჭდ გვერდზე, შეიცავს 27 ცხრილს, 48 ნახაზს და ერთვის ციტირებული ლიტერატურის ნუსხა (147 დასახელება).

ნაშრომის შედეგები

- ✓ კვლევა ჩატარებულია სიალონის მისაღები მეთოდის შერჩევის მიზნით.
- ✓ მიღებულია C_1 , C_2 , C_3 შედგენილობის ნიმუშები აზოტის გარემოში გამოწვისას, წარმოიქმნა X-სიალონი მულიტის სტრუქტურით.

- ✓ სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის ალუმინის პუდრასთან ნარევის აზოტის გარემოში გამოწვით მიღებულია კომპოზიტები SiC–სიალონური შემკვრელით და Al₂O₃–სიალონური შემკვრელით.
- ✓ შესწავლილია რეაქციული შეცხობის მეთოდით მიღებული კომპოზიტები CH-1, CH-2, CH-3 და მიმდინარე ფიზიკურ-ქიმიური პროცესები.
- ✓ რეაქციული შეცხობით მიღებული კომპოზიტების CH-6, CH-7, CH-8 ცხლად დაწნევის შემდეგ დადგინდა მათი ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებები და ფაზური შედგენილობა.
- ✓ კვლევები ჩატარებულია რენტგენოსტრუქტურული, ელექტრონული მიკროსკოპიის და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზებით.
- ✓ მიღებული მასალების დინამიური მიკროსისალე და დრეკადობის მოდული განისაზღვრა თანამედროვე ISO-14577 საერთაშორისო სტანდარტის მოთხოვნების შესაბამის დინამიურ ულტრა მიკროსისალის ტესტერზე DUH211S.

კაოლინის ბაზაზე აზოტის გარემოში მიმდინარე კარბო და ალუმოთერმული პროცესები

შევადგინეთ ნარევი კაოლინზე ნახშირბადის დამატებით (C₁), კაოლინზე ალუმინის პუდრის დამატებით (C₂) და ნახშირბადისა და ალუმინის პუდრის ნარევის (C₃) დამატებით, ნარევის შედგენილობა წარმოდგენილია ცხრილში 1.

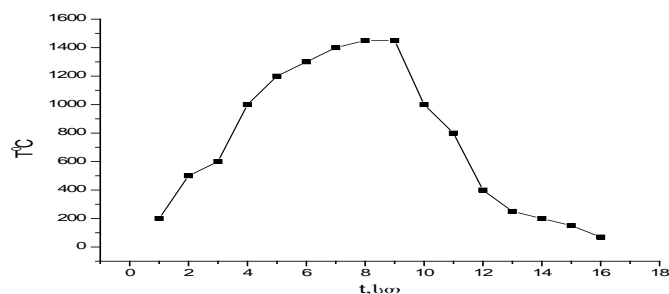
ცხრილი 1. ნარევის შედგენილობა და მიღებული ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები

ინდექსი	ნარევის შედგენილობა, მას.%			მახასიათებლები			
	კაოლინი	ნახშირბადი	ალუმინი	სიმტკიცის ზღვარი კუმულისას, მპა	ღია ფორიანობა w, %	სიმკვრივე, გ/სმ ³	ცმცხლ-გამძლეობა, T, °C
C ₁	82	12	-	170	15,0	1,55	> 1770
C ₂	88	-	12	210	13,4	1,52	> 1770
C ₃	88	6	6	160	16,8	1,50	>1770

ნიმუშები დამზადდა ცილინდრული ფორმის, ზომით d-15მმ, ნახევრადმშრალი მეთოდით, დაყალიბების წნევა იყო 20 მპა. შრობის შემდეგ გამოიწვა ღუმელში 1400°C ტემპერატურაზე. ბოლო ტემპერატურაზე ერთსაათიანი დაყოვნებით. ნიმუშების გამოსაწვავი დანადგარი შედგება ღუმელისაგან-1 სილიციუმის კარბიდის გამახურებლებით, მარკა TK 30/200. აზოტი ღუმელს მიეწოდება ბალონიდან-2, რეზინის მილის საშუალებით, რომელზეც ონკანია-3 მოთავსებული. ღუმელის შესასვლელში დრექსელის-4 გავლით რეგულირდება ბალონიდან გამოსული აზოტის სიჩქარე. რის შემდეგაც აზოტი შედის ცეცხლგამძლე კორუნდის მილში -5, რომელიც ორივე მხრიდან გერმეტულად არის დახურული. მილს ერთი ბოლოდან მიეწოდება აზოტი, ხოლო მეორე ბოლოდან გამოსასვლელზე ჩართულია წყლიანი დრექსელი-6. იგი არეგულირებს წნევას ღუმელში. ღუმელის ტემპერატურა რეგულირდება ტრანსფორმატორისა-7 და მასთან მიერთებული ვოლტმეტრის-8 საშუალებით. ტემპერატურის აწვეის სიჩქარეა 250°C საათში.



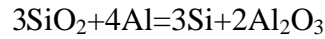
ნახ. 1. ნიტროალუმინოთერმული პროცესებით ნიმუშების გამოსაწვავი დანადგარი



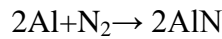
ნახ. 2. რეაქციული შეცხოების მეთოდით ნიმუშების გამოწვის ტემპერატურული რეჟიმი

როგორც გრაფიკიდან (ნახ. 2.) ჩანს 0-დან 1400°C-მდე ტემპერატურის მატების სიჩქარე სხვადასხვაა.

800-1000°C ტემპერატურულ ინტერვალში მიმდინარეობს ალუმინით სილიციუმის ადგენის ეგზოთერმული პროცესი შემდეგი რეაქციით:



1000°C-დან 1200°C-მდე წარმოიქმნება AlN შემდეგი რეაქციით :



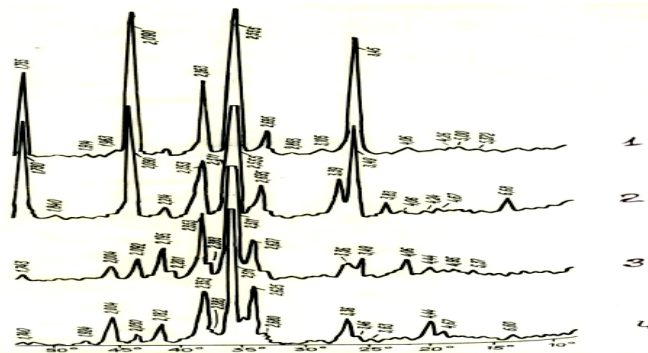
და იწყება სილიციუმის ნიტრიდის წარმოიქმნა: $3\text{Si} + 2\text{N}_2 \rightarrow \text{Si}_3\text{N}_4$

რომელიც ინტენსიურად მიმდინარეობს 1200°C-დან. 1200-დან 1400°C-მდე მიდის ძირითადად აზოტირების პროცესი, 1400°C-ზე ვაყოვნებთ 1 საათს. ნიმუშები ცივდება ღუმელთან ერთად.

შევისწავლეთ გამომწვარი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებები ცხრილი 1. როგორც ცხრილი 1-დან ჩანს, მაღალი ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლებით გამოირჩევა C₂, შემდეგ C₁ და C₃.

მიღებული ნიმუშების ფაზური შედგენილობის დასადგენად კვლევა ჩატარდა რენტგენოსტრუქტურული ანალიზით (ნახ. 3).

კაოლინის (სურ.3) ძირითადი ფაზაა მულიტი: d_{hkl} - 5,37; 3,41; 3,385; 2,886; 2,695; 2,547; 2,43; 2,29; 2,175; 1,866 Å. შეიცავს კრისტობალიტს d_{hkl} - 4,06Å და არის აგრეთვე რენტგენოამორფული ფაზა.



ნახ. 3. ნიმუშების რენტგენოგრამები

1) კაოლინის ; 2) C₁ ; 3) C₂ 4) C₃

ნიმუში C₁-ის რენტგენოგრამაზე (სურ. 3) მულიტის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები კაოლინთან შედარებით უფრო მაღალი ინტენსიობითაა d_{hkl} - 5,38 ; 3,41-3,335 ; 2,908 ; 2,635 ; 2,546 ; 2,435 ; 2,29 ; 2,210 ;

კრისტობალიტს შეიცავს უფრო მცირე რაოდენობით. შესაძლებელია, რომ ნახშირბადი ადვილად ადადგენს კაოლინის დაშლის შედეგად წარმოქმნილ SiO_2 -ს ელემენტარულ სილიციუმამდე რომელსაც ნიტრიდების გზით უნდა წარმოექმნა სილიციუმის ნიტრიდი ან ოქსინიტრიდი, მაგრამ რენტგენოგრაფიაზე, კვალის სახითაც, არ შეინიშნება მათი დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები. რენტგენოგრაფიაზე გამოსახულია მულიტის გაზრდილი პიკები. რას შეიძლებოდა გამოეწვია კაოლინთან შედარებით მულიტის გაზრდა და რატომ არ ჩანს რენტგენოგრაფიაზე სილიციუმის ნიტრიდი ან ოქსინიტრიდი?

როგორც ზემოთ ავღნიშნეთ, კარბოთერმული აზოტირების შედეგად წარმოიქმნა მულიტი, კაუმიწა და თავისუფალი სილიციუმი, რომელიც აზოტის გარემოში სავარაუდოდ აზოტთან ქიმიური რეაქციის შედეგად მოგვცემდა სილიციუმის ნიტრიდს ან ოქსინიტრიდს. კაოლინის დაშლის შედეგად ნარევი იქნებოდა Al_2O_3 -ც.

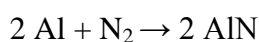
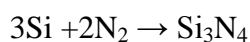
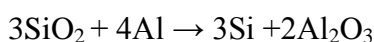
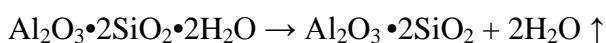
რენტგენოგრაფიაზე გამოსახული მნიშვნელოვნად გაზრდილი მულიტის პიკი მიმანიშნებელია იმისა, რომ წარმოიქმნა X სიალონი- SiAlON მულიტის სტრუქტურით.

C_2 -ნიმუშის რენტგენოგრაფიაზე (სურ. 33) კაოლინთან შედარებით უფრო გაზრდილი პიკია, მისი დამახასიათებელი $d_{\text{hkl}} - 5,37; 3,41-3,385; 2,886; 2,695; 2,546; 2,285; 2,208 \text{ \AA}$.

C_1 -თან შედარებით უფრო ნაკლები რაოდენობითაა წარმოქმნილი მულიტი. ნარევი კაოლინ-ალუმინისაა (ცხრ.1). მოსალოდნელი იყო SiO_2 -ის ადგენა ალუმინით და შემდეგ ალუმინის ან სილიციუმის ნიტრიდების წარმოქმნა. აშკარად შეინიშნება მულიტის უფრო ნაკლები ინტენსიურობა C_1 -თან შედარებით. ეს გამოწვეული შეიძლება იყოს იმით, რომ რენტგენოგრაფიაზე არის $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -ის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები: $d_{\text{hkl}} - 3,41; 2,546; 2,376; 2,09$. C_3 - ნიმუშების რენტგენოგრაფიაზე (სურ.34) კაოლინთან ნახშირბადისა და ალუმინის პუდრის ერთნაირი თანაფარდობაა აღებული. იგივე მულიტის დამახასიათებელი პიკებია უფრო მაღალი ინტენსიობით, ვიდრე კაოლინში და ნაკლები C_1 -თან შედარებით.

ჩატარებული ექსპერიმენტის შედეგების ანალიზით ჩანს, რომ C_1 , C_2 , C_3 შედგენილობის ნარეგების აზოტის გარემოში გამოწვისას 1400°C -ზე მიიღება X –სიალონი, მულიტის სტრუქტურით.

მიღებული შედეგებიდან ჩანს, სამივე შემთხვევაში განხორციელდა კაუმიწის აღდგენისა და შესაბამისად სილიციუმის ნიტრიდის წარმოქმნის და შედეგად X-სიალონის მიღების პროცესები შემდეგი რეაქციების მიხედვით:



შემდეგი კვლევისათვის ჩვენ შევარჩიეთ სიალონების მიღების ალუმოთერ-მული მეთოდი, ვინაიდან წარმოქმნილი კომპოზიტი C_2 ხასიათდება უფრო მაღალი ფიზიკურ-ტექნიკური მაჩვენებლებით (ცხრილი 1).

სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის ბაზაზე ცეცხლგამძლე კომპოზიტის მიღება სიალონშემცველი შემკვრელით

კვლევისათვის შევადგინეთ ნარეგები:

1. კორუნდი-კაოლინი-ალუმინის პუდრა.
2. კორუნდი-კაოლინი-ალუმინის პუდრა-სილიციუმი.
3. სილიციუმის კარბიდი-კაოლინი-ალუმინის პუდრა.
4. სილიციუმის კარბიდი-კაოლინი-ალუმინის პუდრა-სილიციუმი.

ნარეგების შედგენილობები წარმოდგენილია ცხრილში 2.

ნიმუშები გამოიწვა ღუმელში-აზოტის გარემოში 1350 , 1400 და 1450°C ტემპერატურაზე. ბოლო ტემპერატურაზე ერთსაათიანი

დაყოვნებით. გამომწვარი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები წარმოდგენილია ცხრილებში 2, 3, 4.

ცხრილი 2. ნარევის შედგენილობა და 1350⁰C-ზე გამომწვარი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები.

ინდექსი	ნარევის შედგენილობა,მას%					მახასიათებლები				
	კაოლინი	ალუმინი	სილიციუმი	Al ₂ O ₃	SiC	სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას, σ _კ , მპა	ღია ფორიანობა W%	სიმკვრივე, ρ, გ/სმ ³	ცმცხლ გამძლეობა T, ⁰ C	
C ₄	13	12	-	75	-	41,5	30,2	2,03	> 1770	
C ₅	13	6	6	75	-	46,0	30,6	2,06	-	
C ₆	13	12	-	-	75	67,0	28,7	2,12	-	
C ₇	13	6	6	-	75	65,0	25,5	2,15	-	

ცხრილი 3. ნარევის შედგენილობა და 1400⁰C-ზე გამომწვარი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები.

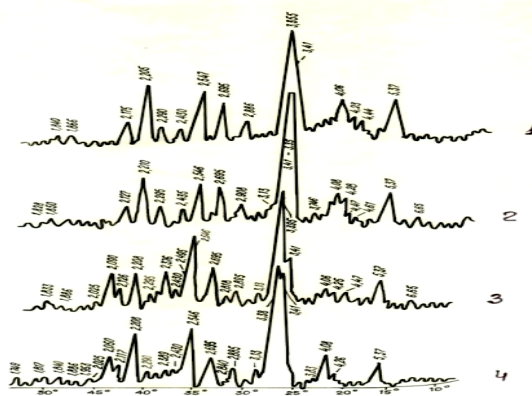
ინდექსი	ნარევის შედგენილობა,მას%					მახასიათებლები				
	კაოლინი	ალუმინი	სილიციუმი	Al ₂ O ₃	SiC	სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას, σ _კ , მპა	ღია ფორიანობა	სიმკვრივე, ρ, გ/სმ ³	ცმცხლ გამძლეობა, T, ⁰ C	
C ₄	13	12	-	75	-	60,7	21,2	2,22	> 1770	
C ₅	13	6	6	75	-	71,5	18,5	2,26	-	
C ₆	13	12	-	-	75	96,0	17,8	2,28	-	
C ₇	13	6	6	-	75	120,5	15,5	2,29	-	

ცხრილი 4. ნარევის შედგენილობა და 1450⁰C-ზე გამომწვარი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები.

ინდექსი	ნარევის შედგენილობა, მას%					მახასიათებლები				
	კალინი	ალუმინი	სილიციუმი	Al ₂ O ₃	SiC	სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას, σ _კ , მპა	ღია ფორიანობა W, %	სიმკვრივე ρ, გ/სმ ³	ცეცხლ-გამძლეობა, T, ⁰ C	
C ₄	13	12	-	75	-	90,2	16,3	2,28	-	
C ₅	13	6	6	75	-	92,8	16,1	2,27	-	
C ₆	13	12	-	-	75	108,8	15,7	2,31	-	
C ₇	13	6	6	-	75	116,9	15,2	2,33	-	

როგორც ცხრილებიდან ჩანს, ტემპერატურის მატებისას 1350-დან 1450⁰C-მდე იზრდება ნიმუშების სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას C₄ და C₆ ნიმუშებისათვის. ასევე იზრდება სიმკვრივე, ხოლო ფორიანობა მცირდება. ამასთან აღსანიშნავია, რომ უკეთესი ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები მიიღება იმ ნიმუშებისათვის, რომლებიც ნარევიში როგორც კორუნდის, ასევე სილიციუმის კარბიდის შემცველობისას (ცხრ.2, 3, 4). ერთდროულად შეიცავს ალუმინს და სილიციუმს.

ნიმუშების ფაზური შედგენილობის დასადგენად ჩავატარეთ რენტგენოსტრუქტურული ანალიზი.



ნახ. 4. 1400⁰C-ზე გამომწვარი ნიმუშების რენტგენოგრამები:

- 1) C₄ 2) C₅ 3) C₆ 4) C₇

როგორც C₄-ის რენტგენოგრაფიდან (ნახ. 4) ჩანს, ძირითადი ფაზა კორუნდია d_{hkl} - 3,45 ; 2,555 ; 2,03 ; 2,09 ; 1,735 Å. არის მულიტის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები: d_{hkl} - 5,37 ; 3,45 ; 2,695 ; 2,555 ; 2,195 Å. კრისტობალიტი- 4,06 Å. არარსებობა სხვა ნიტრიდული ფაზებისა: Si₃N₄-ის და AlN-ის იმის მაჩვენებელია, რომ Al₂O₃-თან ერთად წარმოიქმნა X-სიალონის მყარი ხსნარი, მულიტის სტრუქტურით.

C₅- ნიმუშის, სადაც ნარევი ალუმინის პუდრასთან ერთად არის Si-ც 6% , კორუნდის პიკებთან ერთად საკმაო რაოდენობით მიღებულია სილიციუმის ნიტრიდი (ნახ. 4₂). მისი დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები: d_{hkl} - 3,39 ; 2,695 ; 2,511Å. უფრო მაღალი ინტენსივობითაა, ვიდრე შეიძლება მისი მიღება 6 მას. % სილიციუმისაგან. ეს ნიშნავს, რომ ამ შემთხვევაში სიალონის (SiAlON) მიღება ხდება ნიტრიდული სტრუქტურით, ე. ი. წარმოიქმნა β- სიალონი მიღებულია კორუნდის ცეცხლგამძლე მასალა სიალონური შემკვრელით.

C₆-ნიმუშის რენტგენოგრაფაზე (ნახ. 4₃) ძირითადი კომპონენტი სილიციუმის კარბიდი. მცირე რაოდენობით არის α-Al₂O₃-იც.

C₄-ის ანალოგიურად აქაც მიღებულია მულიტი გარკვეული რაოდენობით. სავარაუდოდ მისაღები ნიტრიდების დამახასიათებელი პიკები არ არის. ესეც მიანიშნებს, რომ მიღებული X- სიალონი მულიტის სტრუქტურითაა.

C₇-ნიმუშის რენტგენოგრაფაზე (ნახ. 4₄) ძირითადი ფაზაა სილიციუმის კარბიდი. d_{hkl} - 2,625 ; 2,511 ; 2,353 ; 2,182 ; 2,004 Å. ასევე მნიშვნელოვანი რაოდენობითაა სილიციუმის ოქსინიტრიდი – Si₂ON₂. d_{hkl} - 4,67 ; 4,44 ; 3,36 ; 2,383 Å.

O¹-სიალონი მიიღება სილიციუმის ოქსინიტრიდული სტრუქტურით, რასაც ადგილი აქვს C₇- ნიმუშის შემთხვევაში. ამრიგად, კორუნდისა და სილიციუმის კარბიდის შემცველი ნიმუშების 1400⁰C-ზე გამოწვისას შეინიშნება შემდეგი:

1. Al₂O₃ და SiC კომპონენტებზე კაოლინ-ალუმინის პუდრის ნარევის დამატებით მიიღება კორუნდი სიალონური შემკვრელით და სილიციუმის კარბიდი სიალონური შემკვრელით. ორივე შემთხვევაში მიიღება X- სიალონი.

2. Al_2O_3 და SiC კომპონენტებზე კაოლინ-ალუმინის პუდრა-სილიციუმის ნარევის დამატებით ასევე მიიღება კომპოზიტები: კორუნდი სიალონური შემკვრელით და სილიციუმის კარბიდი სიალონური შემკვრელით.

აქ სიალონი კორუნდთან β - ფორმისაა და სილიციუმის კარბიდთან O^1 -სიალონი მიიღება.

ცხრილი 5. ნარევის შედგენილობები

კომპოზიტის ინდექსი	საწყისი კომპონენტის შემცველობა, მას.%								
	კაოლინი (უკრაინა)	Al	Al_2O_3	SiC	Si	პერლიტი (სომხეთი)	Y_2O_3	MgO	პოლოგის თისა, (უკრაინა)
CH-1	80,00	20,00							
CH-2	20,00	10,00		70,00					
CH-3	20,00	10,00	70,00						
CH-6	18,52	18,52	18,52	18,52	20,37	2,78	1,85	0,92	
CH-7	13,89	23,15		27,78	25,00	2,78	1,85	0,92	4,63
CH-8	13,89	23,15	27,78		25,00	2,78	1,85	0,92	4,63

სიალონშემცველი კომპოზიტის მიღება რეაქციული შეცხობის მეთოდით

ჩვენი სამუშაოს ერთ-ერთ მიზანს შეადგენდა რეაქციული შეცხობის მეთოდით სიალონშემცველი კომპოზიტების მიღება სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის ბაზაზე. ეს მეთოდი სასურველი

ფაზური შედგენილობის მასალის მიღების საშუალებას იძლევა. ამ მეთოდით სიალონების მიღებისას, შეცხობის ტემპერატურა მნიშვნელოვნად მცირდება აქტიური მასალების გამოყენების შემთხვევაში.

ამოცანა მდგომარეობდა ისეთი მასალების შერჩევაში, რომლებიც რეაქციული შეცხობის მეთოდით ახლადწარმოქმნილი კომპონენტების გამოყენების საშუალებას მოგვცემდა, რადგან სიალონების მყარი ხსნარის მიღებისას $\alpha-Al_2O_3$ და AlN-ის ჩანერგვა $\beta-Si_3N_4$ -ში განსაკუთრებით მარტივდება, როდესაც მისი კრისტალური

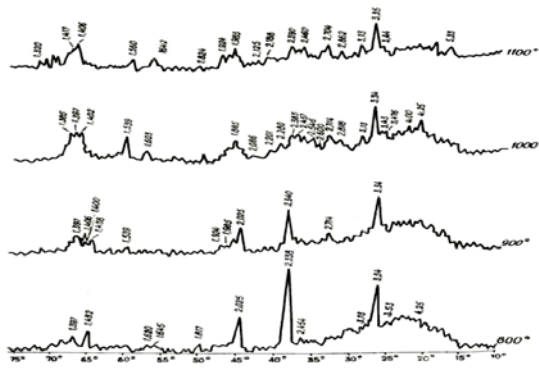
მესერი ჯერ კიდევ წარმოქმნის პროცესშია. საწყისი მასლების სახით გამოვიყენეთ: კაოლინი, ალუმინის პუდრა, სილიციუმი, სილიციუმის კარბიდი, ალუმინის ოქსიდი, ხოლო დანამატების სახით: მაგნიუმისა და იტრიუმის ოქსიდები, პერლიტი და ცეცხლგამძლე თიხა. ნარეგების შედგენილობა წარმოდგენილია ცხრილში 5.

შევისწავლეთ 1500°C-ზე გამომწვარი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებები (ცხრილი 6). მაღალი ფიზიკურ-ტექნიკური მაჩვენებლებით გამოირჩევა C₇, შემდეგ C₆ და C₈. ღია ფორიანობა შესაბამისად შეადგენს 15,2, 15,0 და 15,4 % –ს. კუმშვისას სიმტკიცის ზღვარი არის 258, 256 და 254 მპა. რაც იმაზე მეტყველებს, რომ 1500°C არ არის საკმარისი სრული გამკვრივებისათვის. მიუხედავად ამისა, ქიმიური მედეგობა წყლისა და მუავას (H₂SO₄ ρ-1.84) მიმართ მაინც მაღალია. ნიმუშების ცეცხლგამძლეობაა-1770°C.

ცხრილი 6. 1500°C-ზე გამომწვარი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები

კომპოზიტის ინდექსი	ღია ფორიანობა w,%	სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას, σ _კ , მპა	სიმკვრივე, ρ, გ/სმ ³	ქიმიური მედეგობა, %	
CH-1	16.2	230	2.28	წყალი	მუავა
CH-2	15.0	245	2.8	99,41	99.16
CH-3	16.0	240	3.2	99.36	99.15
CH-6	15.0	256	2.25	99.82	99.20
CH-7	15.2	258	2.31	99.79	99.25
CH-8	15.4	254	2.78	99.80	99.30

სიალონების მიღებისას მიმდინარე ფიზიკურ-ქიმიური პროცესების შესასწავლად ნიმუშები გამოიწვა 800-1500°C ტემპერატურულ ინტერვალში და კვლევა ჩატარდა რენტგენოსტრუქტურული ანალიზით (ნახ.5)

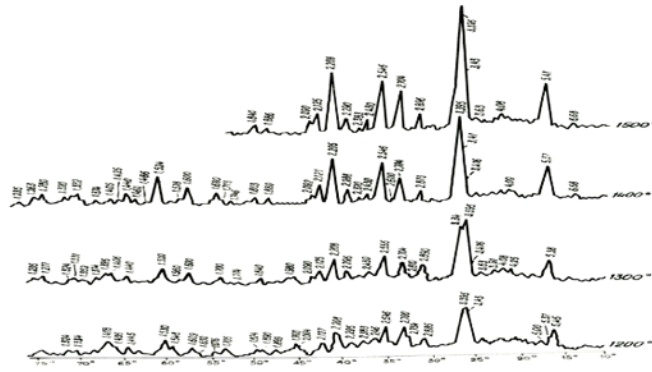


ნახ. 5. CH-1 კომპოზიტის X-RAY (800-1100°C)

800°C-ის რენტგენოგრაფიაზე გამოკვეთილია ალუმინის, სილიციუმის და კვარცის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები, d_{hkl} : ალუმინი- 2,338; 2,025; 1,62; 1,432 Å. სილიციუმი- 3,53; 3,13; 2,45; 1,817 Å. კვარცი-3,34; 4,25; 2,454; 1,817 Å . როგორც მოსალოდნელი იყო კაოლინიტის დაშლის შედეგად გამოიყო SiO_2 , სილიციუმი კი წარმოიქმნა ალუმოთერმიის პროცესის შედეგად შემდეგი რეაქციით: $3SiO_2+4Al \rightarrow 2Al_2O_3+3Si$.

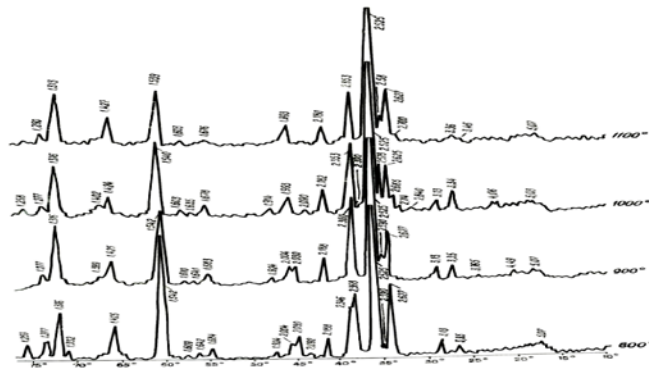
900-1000°C ტემპერატურულ ინტერვალში მკვეთრად შემცირებულია ალუმინის და SiO_2 –ის დამახასიათებელი პიკები, ჩნდება ახალი ფაზები AlN და AlON. d_{hkl} : ალუმინი- 2,34; 2,025; 1,438 Å. კვარცი- 3,34; 4,25; 2,454; 1,817 Å . AlN – 2,714 Å. AlON- 1,985; 1,397 Å. 1000°C d_{hkl} : SiO_2 – 4,25; 3,34; 2,280; 2,546 Å . Si – 3,13 ; 3,53; 1,817 Å . AlN- 2,714; 2,437; 1,402 ; 1,397 Å . AlON- 2,383; 1,985; 1,385 Å.

1100-1200°C ინტერვალში ქრება ალუმინის და იზრდება AlN და AlON-ის ინტენსიობა. მკვეთრად შემცირებულია SiO_2 . 1200°C- ზე არ არის Si და SiO_2 –ის პიკები. გაჩნდა მულიტის დამახასიათებელი პიკები. 1100°C d_{hkl} : ალუმინი- 2,38 Å; SiO_2 – 4,25; 3,335; 1,824 Å. Si – 3,13 ; 1,824 Å. AlON- 1,983; 1,39 Å. AlN- 2,704; 2,48; 2,39 ; 1,56; 1,406; 1,411; 1,32 Å . მულიტი - 5,33; 3,44; 3,395 Å. 1200°C d_{hkl} : AlN-2,734; 2,700; 2,46; 2,383; 1,548; 1,435; 1,418; 1,334 Å. მულიტი- 5,45; 3,43; 3,395; 2,885; 2,546; 2,295; 2,208; 1,899; 1,990; 1,824; 1,705 ; 1,530 Å; AlON-1,993 Å;



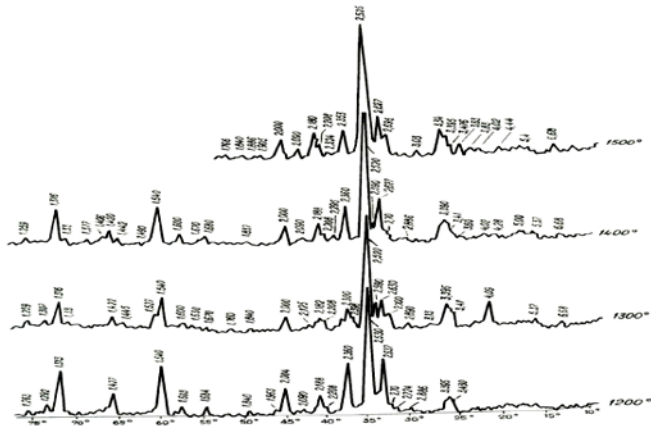
ნახ. 6. CH-1 კომპოზიტის X-RAY (1200-1500°C)

1300-1400°C- ზე ძირითადი ფაზა მულიტია. კვალის სახით რჩება AlN და AlON და არ ჩანს Si₃N₄-ის დამახასიათებელი პიკი. იგივე სურათია 1500°C- ზე, რაც მიანიშნებს, რომ 1300°C-ზე წარმოიქმნა X-სიალონი მულიტის სტრუქტურით. 1300°C d_{hkl}: მულიტი - 5,38; 3,395; 2,89; 2,704; 2,555; 2,43; 2,29; 2,125; 1,84; 1,700; 1,600; 1,520; 1,44 Å; AlN-2,70 Å. კორუნდი-3,476; 2,09 Å; კრისტობალიტის კვალი 4,09 Å; ALN-1,98 Å; 1400°C d_{hkl}: მულიტი გადიდებული პიკებით. კორუნდი კვალის სახით -3,476; 2,09 Å; AlN -2,70 Å; Si₃N₄-6,88Å.



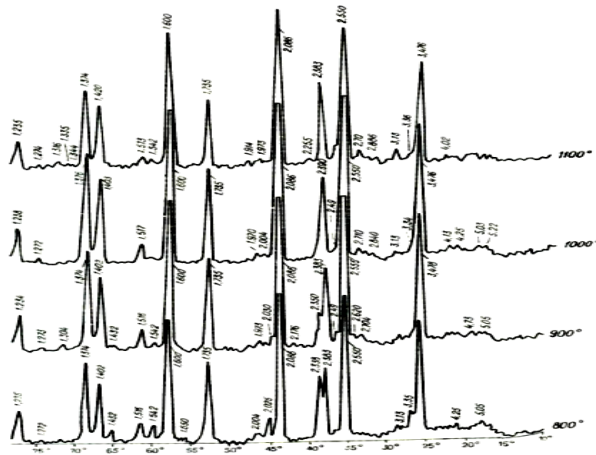
ნახ. 7. CH-2 კომპოზიტის X-RAY (800-1100°C)

CH-2-ის შედგენილობის (ცხრილი 5) ნიმუშების რენტგენოგრაფებზე 800-1500°C-მდე 100°C-ის ინტერვალით გამომწვარ ნიმუშებში, კაზში შეყვანილი სილიციუმის კარბიდი რჩება უცვლელი ყველა ტემპერატურაზე. როგორც CH-1-ის ნიმუშებიდან ჩანს, აქაც 800-900°C-ზე არის ალუმინის, სილიციუმის და SiO₂-ის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები.



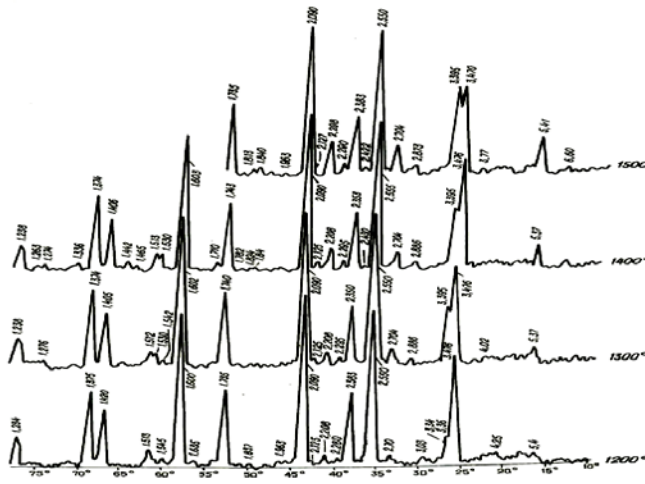
ნახ. 8. CH-2 კომპოზიტის X-RAY (1200-1500°C)

1000-1100°C- ზე წარმოიქმნა ახალი ფაზები: AlN და AlON. 1100°C-ზე მულიტი. ყველა დანარჩენ ტემპერატურაზე ფაზების წარმოქმნა მიმდინარეობს იგივე სქემით როგორც CH-1-ის შემთხვევაში, მაგრამ შედარებით ნაკლები ინტენსივობით, შესაბამისად შედგენილობისა. ამრიგად, მიღებულია სილიციუმის კარბიდის კომპოზიტი X-სიალონური შემკვრელით.



ნახ. 9. CH-3 კომპოზიტის X-RAY (800-1100°C)

CH-1 და CH-2-ის მსგავსად ქიმიური პროცესები ამ შედგენილობის (ცხრილი 5) ნიმუშებში იგივე სქემით მიმდინარეობს. α - Al_2O_3 უცვლელი რჩება ბოლომდე და მიიღება კომპოზიტი კორუნდი X-სიალონური შემკვრელით.

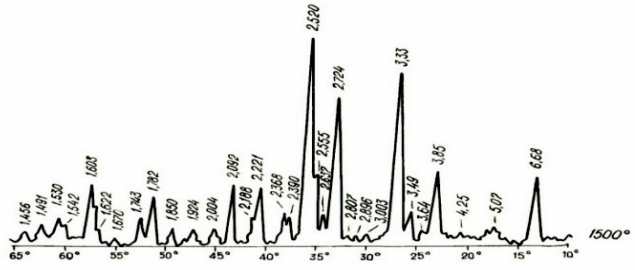


ნახ. 10. CH-3 კომპოზიტის X-RAY (1200-1500⁰C)

მიღებული შედეგებიდან გამომდინარე, SiC და α -Al₂O₃-ის შემცველი სიალონური კომპოზიტის მისაღებად, კაზმის შედგენილობაში შეყვანილია დამატებით მეტალური სილიციუმი, შემცირებული რაოდენობით სილიციუმის კარბიდი და α -AL₂O₃ (ცხრილი 5). მიღებული კომპოზიტების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები წარმოდგენილია ცხრილში 6.

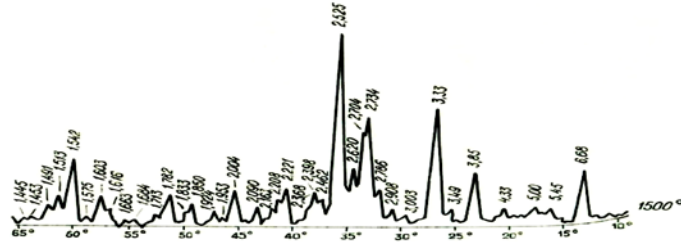
ცხრილში 5 მოყვანილი სამი შედგენილობის (CH-6, CH-7, CH-8) 1500⁰C- ზე გამომწვარი ნიმუშების რენტგენოგრამები წარმოდგენილია ნახაზზე 11, 12, 13.

CH-6 კომპოზიტი ძირითადად შედგება β -სიალონისაგან. მასში დაფიქსირდა კარბიდის და კორუნდის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები.

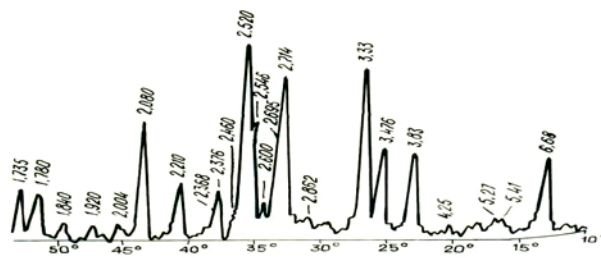


ნახ. 11. CH-6 კომპოზიტის X-RAY (1500⁰C)

CH-7 რენტგენოგრამაზე ძირითადი ფაზა β -სიალონია. კომპოზიტი შეიცავს β -სიალონთან ერთად სილიციუმის კარბიდს; უმნიშვნელო რაოდენობით შეიცავს X სიალონსაც.



ნახ. 12. CH-7 კომპოზიტის X-RAY (1500°C)



ნახ. 13. CH-8 კომპოზიტის X-RAY (1500°C)

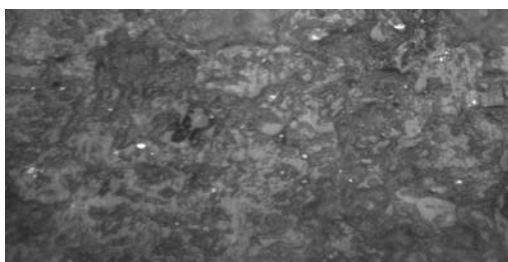
CH-8 კომპოზიტი, მსგავსად ზემოთაღნიშნული კომპოზიტებისა შედგება β -სიალონისაგან და შეყვანილი α - Al_2O_3 -საგან.

მიკროსტრუქტურული ანალიზის (ნახ. 14) შედეგები ადასტურებს რენტგენოსტრუქტურული კვლევის მონაცემებს. CH-1 კომპოზიტის მიკრო-სტრუქტურა ასევე წარმოადგენილია ძირითადად X- სიალონის ფაზით, რომელშიც ჩაწინწკლილია Si_3N_4 მარცვლები.

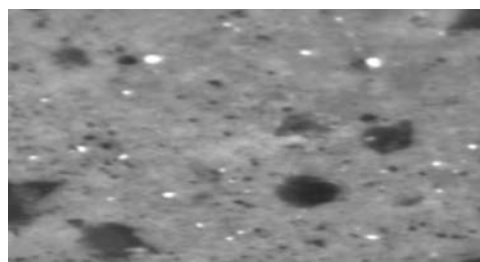
CH-6, CH-7 და CH-8 კომპოზიტების მიკროსტრუქტურული კვლევის მონაცემები თანხვედრაშია რენტგენოსტრუქტურული ანალიზის შედეგებთან, საიდანაც ჩანს, რომ ამ კომპოზიტების მატრიცას წარმოადგენს β -სიალონი.

CH-6 კომპოზიტის მატრიცაში განაწილებულია სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის მარცვლები. CH-7 კომპოზიტის მატრიცაში გამოკვეთილია სილიციუმის კარბიდის მარცვლები, რომელთა ზომა აღემატება ახალწარმოქმნილი სილიციუმის ნიტრიდის მარცვლების ზომას. CH-8 კომპოზიტში იგივე β -სიალონისაგან შემდგარი მატრიცაა,

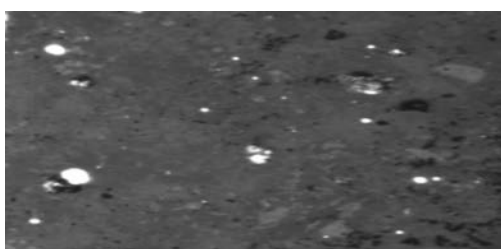
რომელშიც არის $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ –ის კრისტალები. ამ სურათზე ჩანს ფორები, რომლებიც ამ კომპოზიტში მეტი რაოდენობითაა.



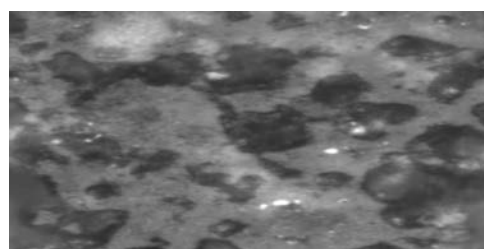
CH-1 X-200



CH-6 X-500



CH-7 X-200

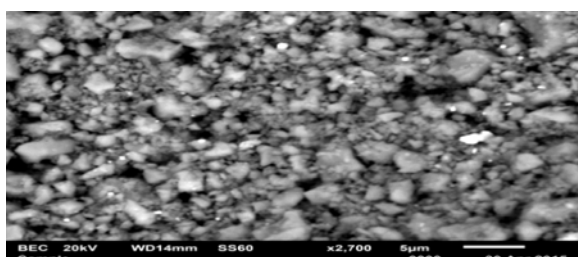


CH-8 X-500

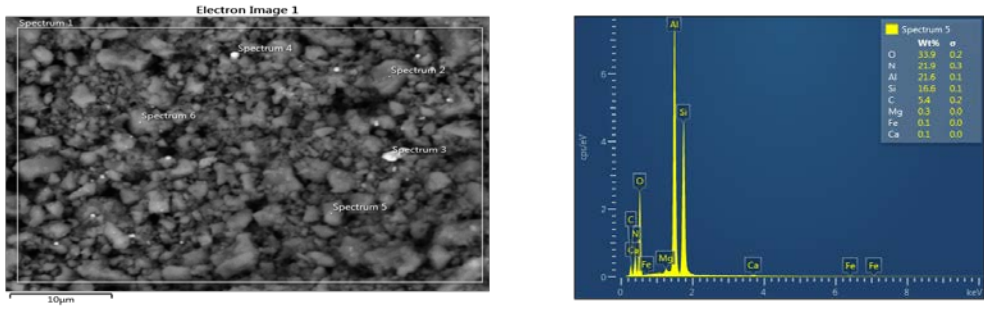
ნახ. 14. კომპოზიტების მიკროსტრუქტურები

CH-6 კომპოზიტის სტრუქტურის კვლევა გაგაგრძელეთ JEOL ფირმის ელექტრონულ-რასტრული მიკროსკოპის YSM 650LW-ს საშუალებით და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზით. ეს უკანასკნელი ჩატარდა OXFORD instrumentals დეტექტორზე X-max, რის საშუალებითაც ვიდებთ კომპოზიტის შემცველ ელემენტთა ზოგად შემადგენლობას. ანალიზის შედეგები მოცემულია ნახაზზე 15. და 16.

ნახაზზე 15 გამოკვეთილია ძირითადი ფაზის სიალონის არსებობა, რომელიც მატრიცის როლს ასრულებს. მასში განაწილებულია სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის კრისტალები, რაც ადასტურებს რენტგენოსტრუქტურული და მიკროსტრუქტურული ანალიზის მონაცემებს.



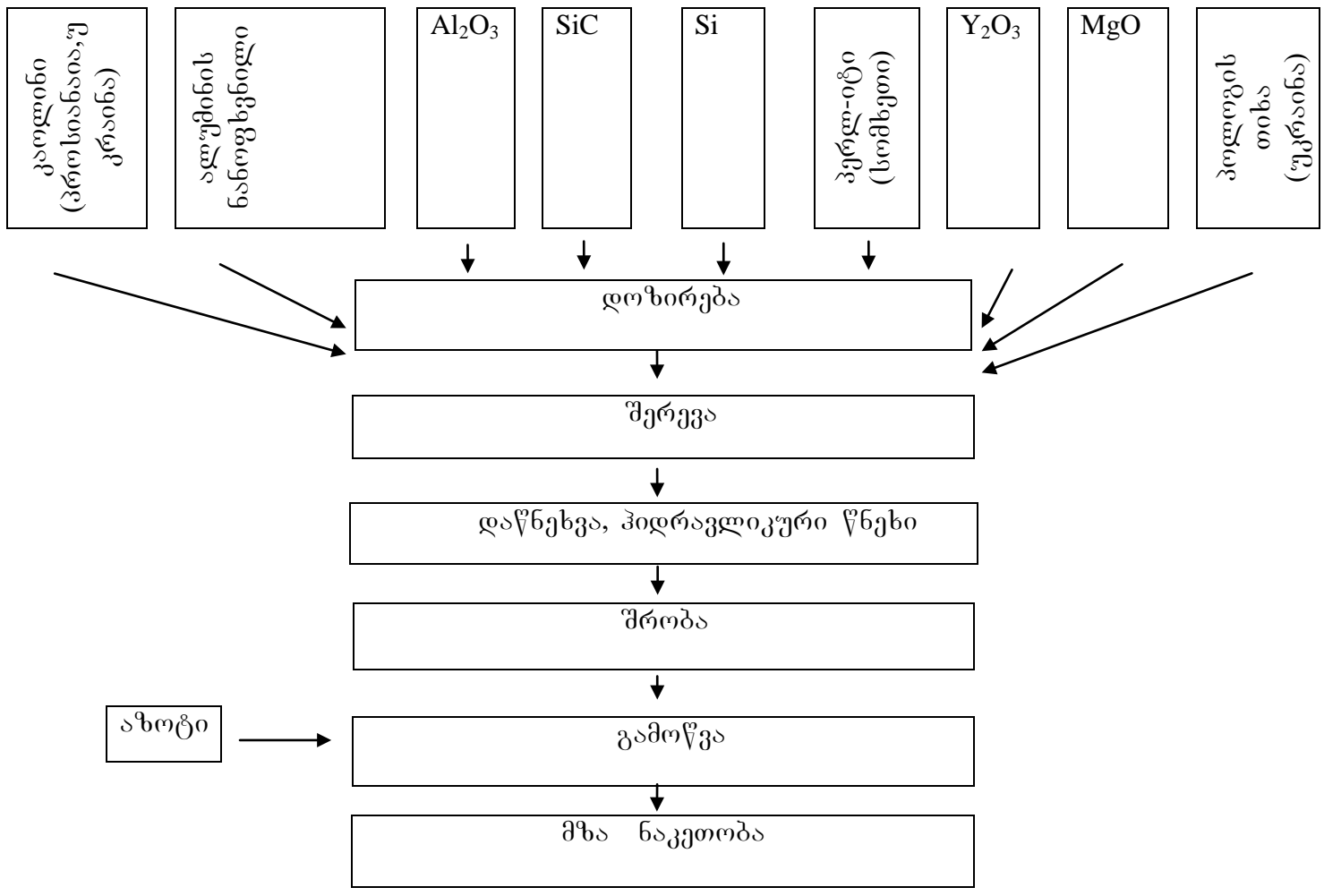
ნახ. 15. CH-6 კომპოზიტის ელექტრონულ-მიკროსკოპიული ანალიზი (1500°C)



ნახ. 16. CH-6 კომპოზიტის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზის შედეგები

ნახ. 16-ზე წარმოდგენილია მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი, მონაკვეთზე სპექტრუმ 1 და შემადგენელ ელემენტთა სქემა და მათი პროცენტული შემცველობა, საიდანაც ნათლად ჩანს, რომ კომპოზიტის შემცველი მინერალების: სიალონის, სილიციუმის კარბიდის და კორუნდის შემცველი ელემენტებია Si, Al, O, N და შესაბამისად მათი პროცენტული რაოდენობა, რაც ერთხელ კიდევ ნათელს ხდის კომპოზიტში აღნიშნული მინერალების არსებობას.

რეაქციული შეცხოვით მიღებული კომპოზიტის წარმოების ტექნოლოგიური სქემა.

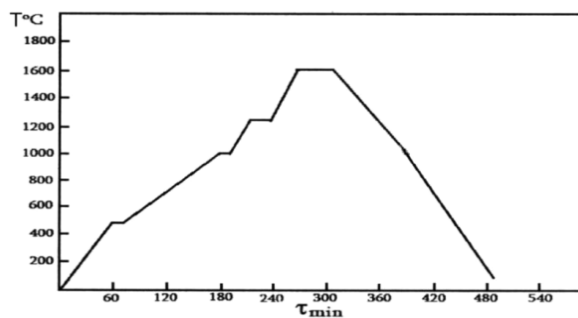


ცხელი დაწნევის მეთოდით კომპოზიტების მიღება ჩ-სიალონის მატრიცაზე

მკვრივი ნაკეთობის მისაღებად ცხელი დაწნევის მეთოდით რეაქციული შეცხოებისა და ნიტროალუმოთერმული მეთოდებით მიღებული კომპოზიტები CH-6 და CH-8 (იხ. ქიმიური შედგენილობა გვ.) გადაიფქვა ბურთულებიან წისქვილში 8 საათის განმავლობაში.

ცხელი დაწნევისას დაბალ ტემპერატურებზე რეკრისტალიზაციის აქტიური პროცესი ე.ი. შეცხოვადი ნივთიერების მარცვლების ზომის ზრდა ჯერ კიდევ არ იწყება, ე.ი. შედეგად შეცხოვბილ ნაკეთობას ექნება წვრილმარცვლოვანი სტრუქტურა და მაღალი ფარდობითი სიმკვრივე.

პრეკურსორი მომზადდა თერმოსტატში 150°C -ზე, ცივად დაიწნეხა 12-15 მპა-ზე და 20-25 მპა-ზე. დაიწნეხა ცხლად 1600°C -ზე 30 მპა წნევის ქვეშ, ვაკუუმში შეადგენდა 10^{-3} პა-ს, დაყოვნება საბოლოო ტემპერატურაზე 10-12 წთ. გამოწვის რეჟიმი იყო: $20-500^{\circ}\text{C}$ -მდე $7^{\circ}\text{C}/\text{წთ}$, $500-1400^{\circ}\text{C}$ -მდე $150^{\circ}\text{C}/\text{წთ}$, $1400-1600^{\circ}\text{C}$ -მდე კი $10^{\circ}\text{C}/\text{წთ}$. გაცივება $10^{\circ}\text{C}/\text{წთ}$. გამოწვის რეჟიმი წარმოდგენილია ნახაზზე 17.



ნახ. 17. ცხლად დაწნეხილი ნიმუშების გამოწვის ტემპერატურული რეჟიმი

შესწავლილ იქნა 1600°C -ზე ცხლად დაწნეხილი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები. მიღებული შედეგები წარმოდგენილია ცხრილში 7. ცხლად დაწნეხილი ნიმუშების ღია ფორიანობა შეადგენს 0,5%(CH-6) და 0,7% (CH-8), ხოლო სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას -1940 მპა და 1614 მპა, სისაღე - HV:11.40. ჩვენს

მიერ ცხრილში წარმოდგენილი მონაცემებიდან შეგვიძლია დავასკვნათ, რომ 1600°C საკმარისია ნიმუშების სრული გამკვრივებისათვის.

ცხრილი 7. ცხლად დაწნეხილი CH-6 ნიმუშის ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები

კომპოზიტის ინდექსი	ღია ფორიანობა w, %	საერთო ფორიანობა, Π, %	სიმკვრივე ρ, გ/სმ ³	დაწნეხვის წნევა, მპა	სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას, σკ, მპა	სიმტკიცის ზღვარი ღუნვისას, σღ, მპა
CH-6 (1600 ⁰)	0,5	3,95	2,97	30	1940	490
CH-8 (1600 ⁰)	0,7	2,49	3,17	30	1614	456

მიღებული მასალების დინამიური მიკროსისალე და დრეკადობის მოდული განისაზღვრა თანამედროვე ISO-14577 საერთაშორისო სტანდარტის მოთხოვნების შესაბამის დინამიურ ულტრა მიკროსისალის ტესტერზე DUH-211S, რომელიც მყარი სხეულების ზედაპირების მექანიკური მახასიათებლების (მიკროსისალე, დრეკადობის მოდული) დასადგენად გამოიყენება. შედეგები წარმოდგენილია ცხრილში 8.

ცხრილი 8. ტესტის მონაცემები -CH6-1600(200gr.)

Test mode	Load-unload	Sample No.	CH6-1600
Sample name	CH6-1600	Minimum force	1.96[mN]
Test force	200.[gr]	Hold time at load	5[sec]
Loading speed	1.0(70.0670[mN/sec])	Test count	9
Hold time at	3[sec]	Parameter	20
Comment	20.11.15. .CH6-1600-		
Poisson's ratio	0.250		
Indenter type	Vickers		

SEQ	Fmax [mN]	hmax [um]	DHV-1	Eit GPa	Lengt [um]	HV GPa	Data name
1	1908.95	3.0142	1047.406	209	17.39	11.92	CH6-1600(1900)(1)
2	1908.23	3.0219	1041.627	200	17.69	11.52	CH6-1600(1900)(4)
3	1907.52	3.0035	1054.060	201	16.81	12.75	CH6-1600(1900)(7)
4	1908.23	3.1456	961.333	191	18.93	10.06	CH6-1600(1900)(8)
5	1908.95	3.0214	1042.405	195	18.34	10.72	CH6-1600(1900)(9)
Average	1908.38	3.0413	1029.366	199	17.83	11.40	

ცხრილში 8 მოცემული გვაქვს CH-6 1600⁰C-ზე ცხლად დაწნეხილ ნიმუშზე ჩატარებული ტესტის შედეგები, ანაბეჭდი აღებულია მატრიცაში, ანაბეჭდის აღება მოხდა რამოდენიმეჯერ, შედეგები კი მოცემულია ცხრილში, სადაც საშუალო სიმაგრე არის HV: 11,40გპა.

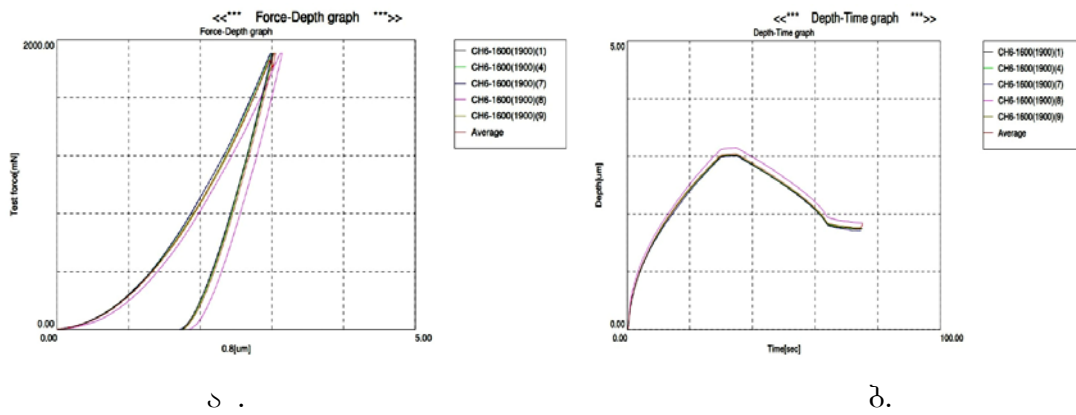
დინამიური მიკროსისალე (DH) განისაზღვრება ტესტირების პროცესში ინდენტორზე მოდებული დატვირთვის სიდიდისა და მისი მასალაში შეღწევის სიღრმით, მისი მნიშვნელობა იანგარიშება ფორმულით: $DH=a \times F/h^2$; a მუდმივი სიდიდეა და დამოკიდებულია ინდენტორის ფორმაზე, იგი ვიკერსის ინდენტორისთვის ტოლია: $a=3,8584$.

მეთოდის უპირატესობა ჩვეულებრივ სტატიკური, ანუ ანაბეჭდის წრფივი ზომების (დიაგონალი) გაზომვებთან შედარებით, მდგომარეობს იმაში, რომ ის შეიცავს როგორც პლასტიკურ, ისე დრეკად მდგენელებს. გაზომვების შედეგები არ არის დამოკიდებული ანაბეჭდის ზომებზე, დატვირთვებზე და დრეკადი აღდგენის არაერთგვაროვნებაზე.

დინამიური სისალე განისაზღვრა დატვირთვა-განტვირთვის რეჟიმში, თითოეულ კონკრეტულ დატვირთვაზე შვიდი ანათვალის აღებით, ორი უკიდურესი მნიშვნელობის უგულვებელყოფით და დარჩენილი ხუთი სიდიდის გასაშუალებით. მიკროსისალის შესაბამისი მნიშვნელობა განისაზღვრებოდა ავტომატურად. დაყოვნების დრო დატვირთვის მაქსიმუმზე შეადგენდა 5 წმ-ს, განტვირთვის ბოლოს -3 წმ-ს (ნახ. 18 ა,ბ).

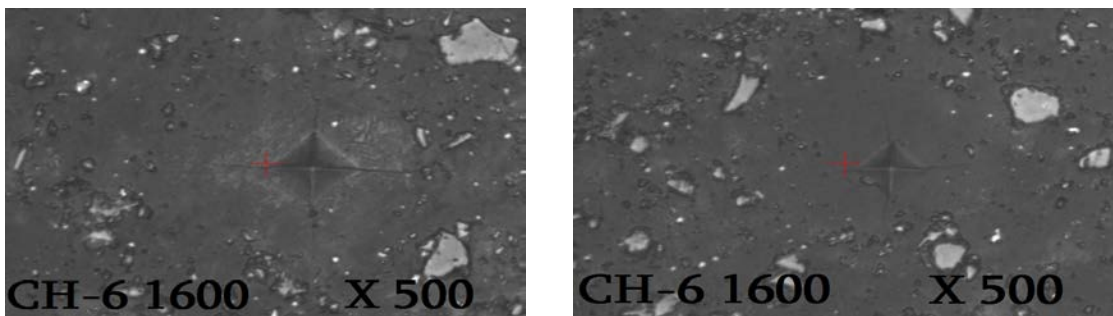
ინდენტირება მოხდა ნიმუშის მატრიცაში, რომელიც შედგება β-სიალონისაგან. გამოცდის შედეგად მისი საშუალო დინამიური სისალე შეადგენს $DHV=10,29$ გპა-ს, რაც საკმაოდ მაღალი მაჩვენებელია.

დატვირთვა-განტვირთვის დამოკიდებულების გრაფიკიდან (ნახ. 18) განისაზღვრება დრეკადობის მოდულის სიდიდე სიხისტის $S=(dF/dh)h-h_{max}$ -ის დადგენით. ის წარმოადგენს დატვირთვა-განტვირთვის გრაფიკის მხებს განტვირთვის საწყის წერტილში. ხელსაწყო განსაზღვრავს საკვლევი მასალის დრეკადობის მოდულს, რომლის სიდიდეც ჩვენი ნიმუშის შემთხვევაში ტოლია $E=199$ გპა.



ნახ. 18. დატვირთვა-განტვირთვის მრუდი: ა. ინდენტორზე დატვირთვის ძალა
 ბ. ინდენტორის მასალაში შეღწევის სიღრმე

ნახაზზე 19 ნაჩვენებია SiAlON მატრიცაში აღებული ანაბეჭდი, საიდანაც ჩანს, რომ ანაბეჭდის ფორმა მკვეთრია, გამოკვეთილი წიბოებით. წიბოების გასწვრივ შეინიშნება თანაბარი ზომის ბზარები, რაც მეტყველებს მატრიცის ერთგვაროვნობაზე და მაღალ ფარდობით სიმკვრივეზე.



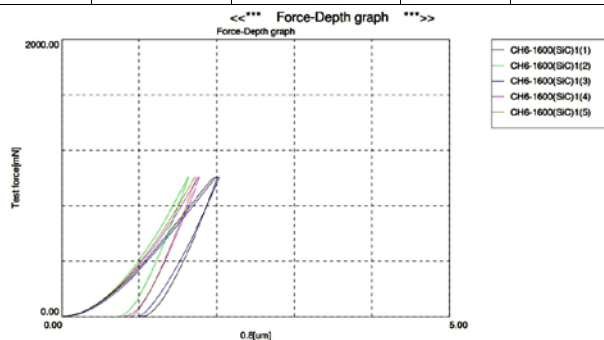
ნახ. 19. SiAlON მატრიცაში აღებული ანაბეჭდი, დატვირთვა ა)200გრ.; ბ.)100გრ

ცხრილ 9-ში მოცემულია კომპოზიტ CH-6-1600⁰C –ის მიკროსტრუქტურაში შემცველი SiC მარცვლების ტესტირების შედეგები. ინდენტირება ხდებოდა SiC მარცვლებზე 100 გრამი დატვირთვისას. საშუალო სისაღის მაჩვენებელი HV სილიციუმის კარბიდისთვის შეადგენს 22.6 გპა, დინამიური სისაღე DH-15.2გპა, დრეკადობის მოდული E-289გპა, რაც საკმაოდ მაღალი მაჩვენებელია.

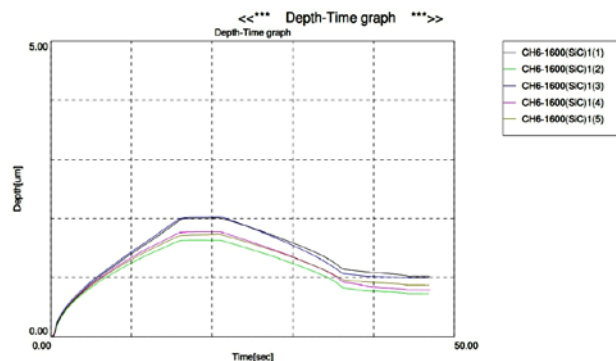
ცხრილი 9. ტესტის მონაცემები -CH6-1600(SiC)

Test mode	Load-unload	Sample No	CH6-1600
Sample name	CH6-1600	Minimum force	1.96[mN]
Test force	100 [gr]	Hold time at	5[sec]
Loading speed	1.0(70.0670[mN/sec])	Test count	5
Hold time at unload	3[sec]	Parameter	20
Comment	20.11.15. CH6-1600-		
Poisson's ratio	0.190		
Indenter type	Vickers		

SEQ	Fmax [mN]	hmax [um]	DHV-1	Eit GPa	Length [um]	HV GPa	Data name
1	1007.08	2.0103	1242.166	248	10.162	18.44	CH6-1600(SiC)1(1)
2	1006.75	1.6322	1883.813	363	8.406	26.94	CH6-1600(SiC)1(2)
3	1006.72	2.0353	1211.497	210	9.577	20.78	CH6-1600(SiC)1(3)
4	1007.82	1.7741	1596.132	293	9.575	20.78	CH6-1600(SiC)1(4)
5	1008.72	1.7322	1675.821	330	8.553	26.07	CH6-1600(SiC)1(5)
Average	1007.42	1.8368	1521.886	289	9.255	22.60	



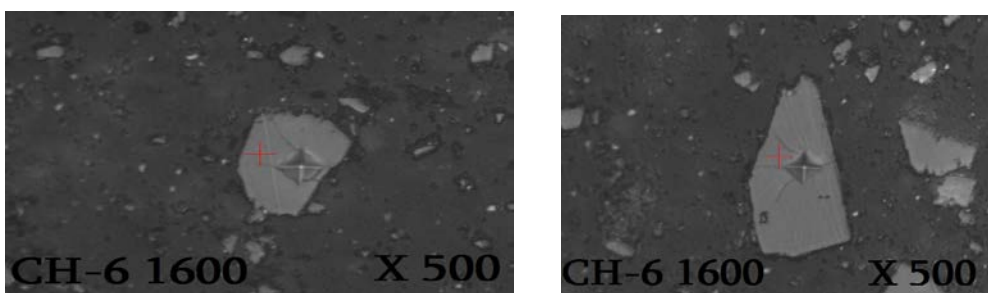
ა.



ბ.

ნახ. 20. ინდენტორის მასალაში შეღწევის სიღრმის დატვირთვა-განტვირთვის მრუდები: ა) ინდენტორზე დათვირთვის ძალა ბ) ინდენტორის მასალაში შეღწევის სიღრმე

სილიციუმის კარბიდის მარცვლებზე აღებული ანაბეჭდის საზღვრები მკვეთრია (ნახ.21), ბზარი, რომელიც წარმოიშვება მარცვალზე ინდენტორის დატვირთვის შედეგად არ ვრცელდება მარცვლის საზღვრის იქით, მატრიცა ენერჯის დისიპაციის საფუძველზე ახშობს ბზარის გაგრცელებას და კომპოზიტის სიმტკიცე ინარჩუნებს თავის მნიშვნელობას.



ა.

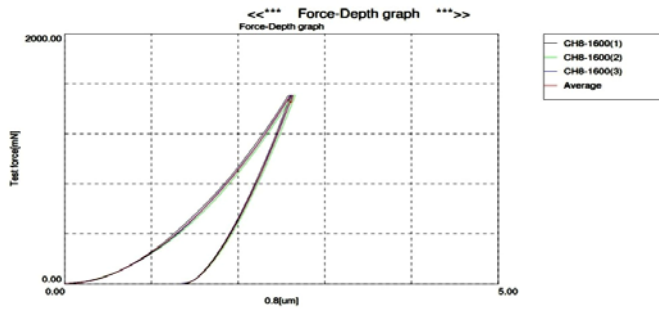
ბ.

ნახ. 21. SiC-ს მარცვალში აღებული ანაბეჭდი 100 გრ. დატვირთვაზე

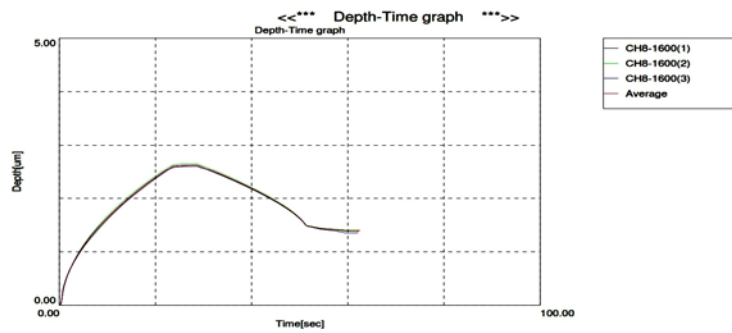
ცხრილი 10. ტესტის მონაცემები -CH8-1600

Test mode	Load-unload	Sample No	CH8-1600
Sample name	CH8-1600	Minimum force	1.96[mN]
Test force	200.00gr	Hold time at load	5[sec]
Loading speed	1.0(70.0670[mN/sec])	Test count	3
Hold time at unload	3[sec]	Parameter	20
Poisson's ratio	0.250		
Comment	24.11.15		
Indenter type	Vickers		

SEQ	Fmax	hmax	DHV-1	Eit	Length	HV	Data name
	[mN]	[um]		GPa	[um]	GPa	
1	1508.56	2.6073	1106.197	211	13.989	14.60	CH8-1600(1)
2	1507.66	2.6574	1064.210	200	13.989	14.60	CH8-1600(2)
3	1508.56	2.6283	1088.609	210	13.698	15.20	CH8-1600(3)
Average	1508.26	2.6310	1086.339	210	13.892	14.80	



ა.



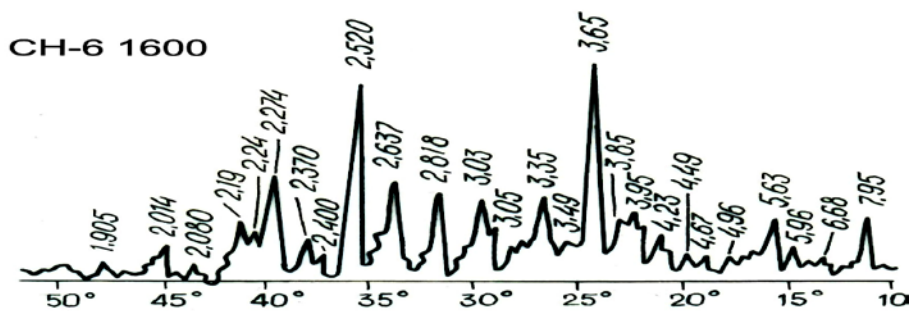
ბ.

ნახ. 22. დატვირთვა-განტვირთვის მრუდები: ა) ინდენტორზე დატვირთვის ძალა ბ) ინდენტორის მასალაში შეღწევის სიღრმე



ნახ. 23. Si-Al-O-N მატრიცაში აღებული ანაბეჭდი

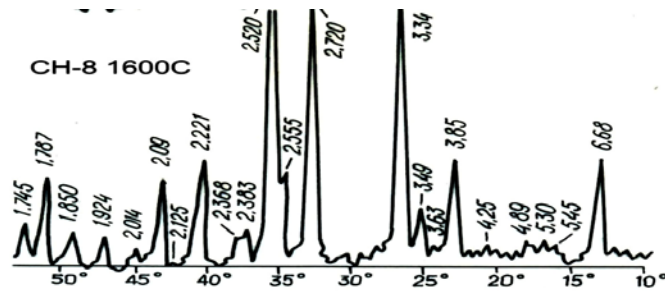
ცხლად დაწნეხით 1600°C-ზე მიღებული კომპოზიტების ფაზური შედგენილობის შესასწავლად კვლევა ჩატარდა რენტგენოსტრუქტურული და ელექტრონული მიკროსკოპიის მეთოდებით.



ნახ. 24. CH-6 კომპოზიტის X-ray (1600°C)

კომპოზიტის რენტგენოგრაფიაზე გამოკვეთილია სიალონის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები d_{hkl} : 7,95; 5,63; 3,85; 3,65; 2,520; 2,19; სილიციუმის კარბიდი- d_{hkl} : 2,63; 2,370; 2,19; 2,014; კორუნდი- d_{hkl} : 3,49; 2,52; 2,36; 2,090.

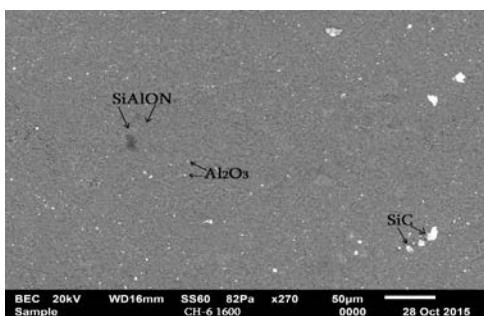
რენტგენოგრაფიდან ჩანს, რომ CH-6 კომპოზიტი ძირითადად შედგება β - სიალონისაგან. β - სიალონთან ერთად შეიცავს ასევე სილიციუმის კარბიდს და კორუნდს, რომლებიც თავიდან შეიყვანება ნარევეში. ორივე შემთხვევაში კომპოზიტის მატრიცა β - სიალონია და იგი განმტკიცებულია კორუნდისა და სილიციუმის კარბიდის კრისტალებით.



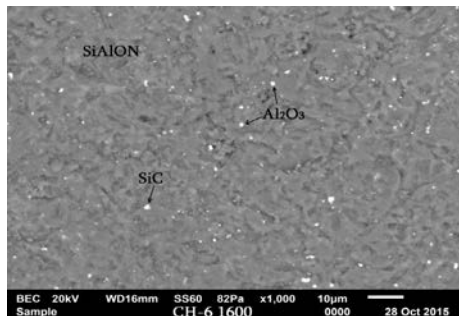
ნახ. 25. CH-8 კომპოზიტის X-ray (1600⁰ C)

CH-8 კომპოზიტის რენტგენოგრაფიაზე გამოკვეთილია სიალონის დამახასიათებელი დიფრაქციული მაქსიმუმები d_{hkl} : 6,68; 5,63; 3,85; 3,65; 2,520; 2,21; კორუნდი- d_{hkl} : 3,49; 2,52; 2,36; 2,09

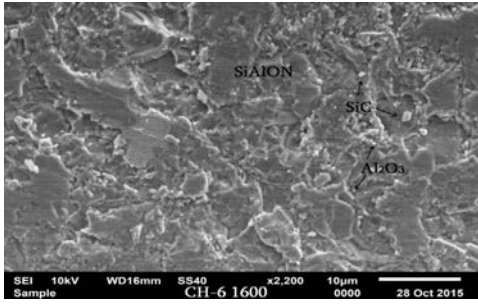
CH-6 კომპოზიტის ელექტრონული მიკროსკოპიის სურათებზე ნაჩვენებია კარგად შემცხვარი ნიმუშის ზედაპირი, რომელზეც გამოკვეთილია კრისტალები იმ ძირითადი ფაზებისა, რომლებსაც შეიცავს 1600⁰C-ზე ცხლად დაწნეხილი კომპოზიტი, კონკრეტულად მატრიცის სახით სიალონს, SiC-ს და კორუნდს. არც ერთ ნიმუშში არ შეინიშნება ფორები.



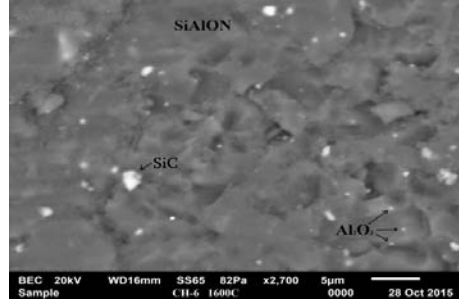
ა) X 270



ბ) X 1000



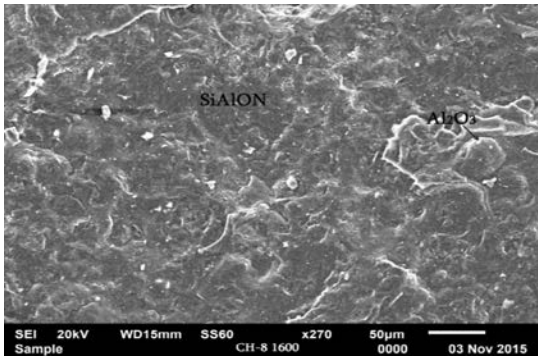
გ) X 2200



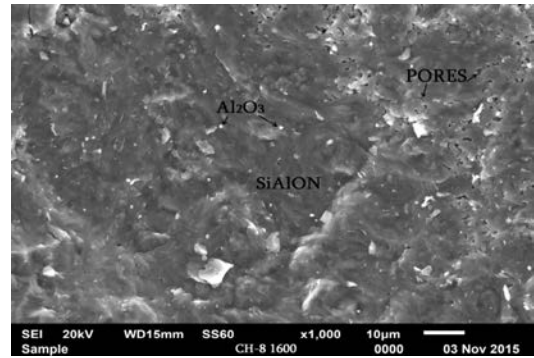
დ) X 2700

ნახ. 26. CH-6 კომპოზიტის ელექტრონულ-მიკროსკოპული სურათები სხვადასხვა გადიდებისას: ა) X270 ბ) X1000 გ) X 2200 დ) X 2700

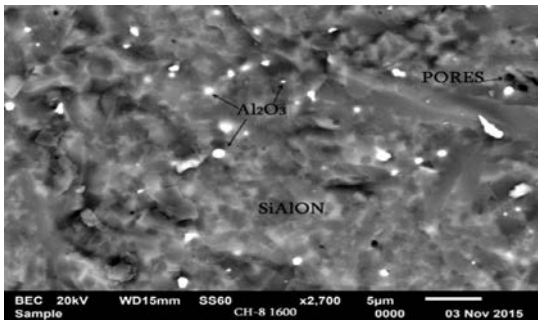
ამ ნიმუშების რენტგენოსტრუქტურული ანალიზის მონაცემები თანხვედრაშია ელექტრონული მიკროსკოპის სურათებთან.



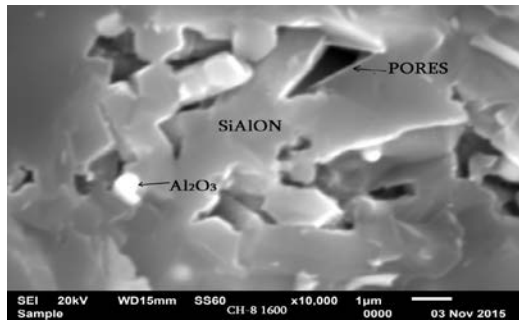
ა) X 270



ბ) X 1000



გ) X 2700



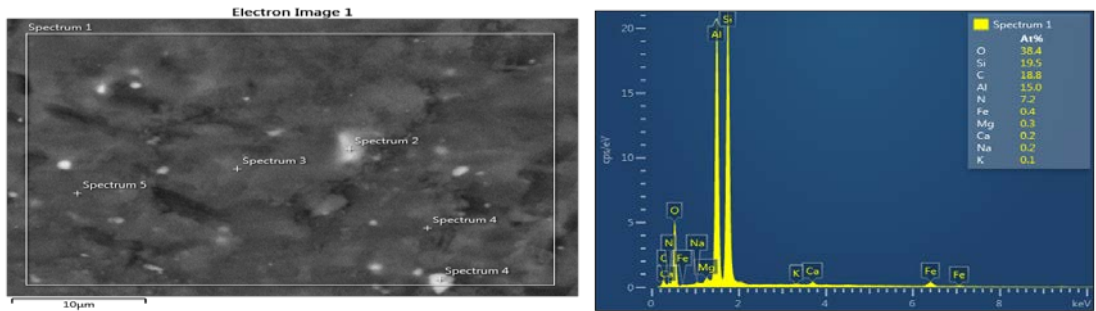
დ) X 10000

ნახ. 27. CH-8 კომპოზიტის ელექტრონულ-მიკროსკოპული სურათები სხვადასხვა გადიდებისას: ა) X270 ბ) X1000 გ) X 2700 დ) X 10000

აქ ნათელია, რომ ცხელი დაწნევისას მინერალოგიური შედგენილობა არ შეიცვალა, რეაქციული შეცხოვით მიღებულ ნიმუშებთან შედარებით, რაც უფრო მკაფიოდ ჩანს დიდი გადიდების შემთხვევაში.

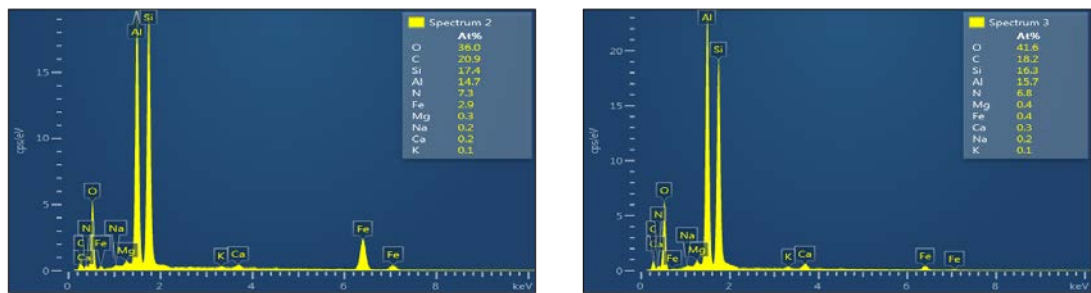
მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი ჩატარდა OXFORD INSTRUMENTALS დეტექტორზე X-max, რისი საშუალებითაც მივიღეთ

კომპოზიტის შემცველ ელემენტთა ზოგადი შედგენილობა. ანალიზის შედეგები მოცემულია ნახაზზე 28.



ნახ. 28. CH-6 კომპოზიტის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი მონაკვეთზე spectrum 1

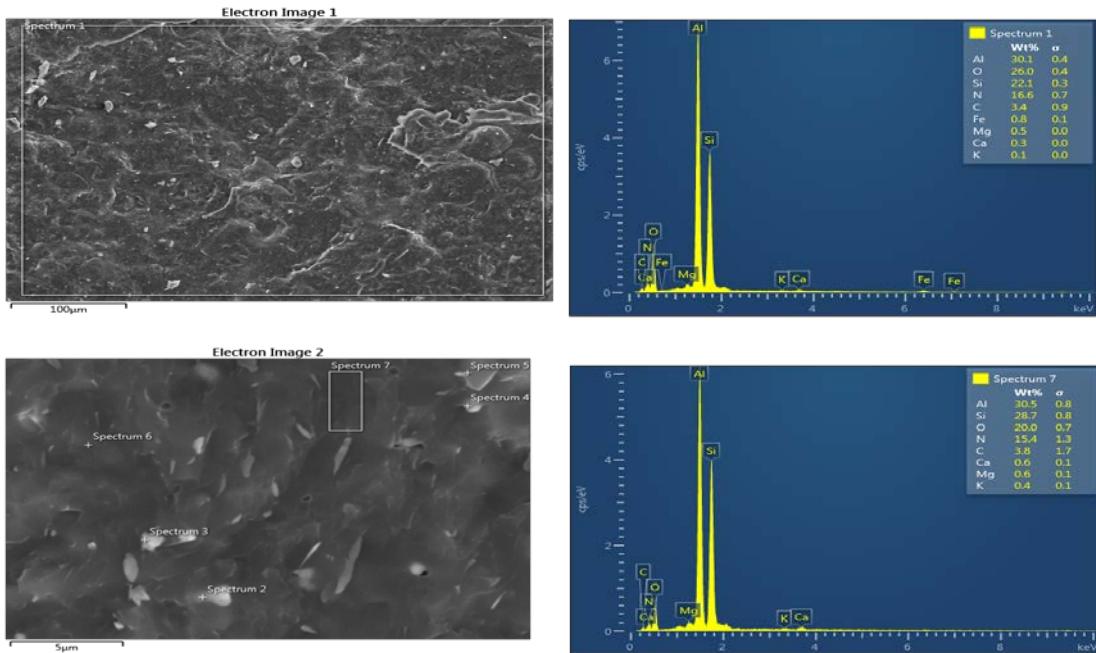
ნახაზზე წარმოდგენილია CH-6 კომპოზიტის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი spectrum1 მონაკვეთზე და შემაღლენელ ელემენტთა სქემა, მათი პროცენტული შემცველობა, საიდანაც ჩანს, რომ კომპოზიტის ძირითადი შემაღგენელია სიალონი. ეს კიდევ ერთხელ ადასტურებს რენტგენოსტრუქტურულ ანალიზის შედეგებს, სადაც მთავარი შემაღგენელი ფაზა არის სიალონი. ნახაზზე 28 სიალონის შემცველი ელემენტების: სილიციუმის, ალუმინის, ჟანგბადის და აზოტის პროცენტული შემცველობაა მოცემული. ასევე დაფიქსირებულია ელემენტი ნახშირბადი, რომელიც SiC-ს შემცველობაზე მიანიშნებს. ჟანგბადის გაზრდილი რაოდენობა და ელემენტ ალუმინის შემცველობა ასახავს, როგორც სიალონის, ასევე კორუნდის არსებობას კომპოზიტში.



ნახ. 29. CH-6 კომპოზიტის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი

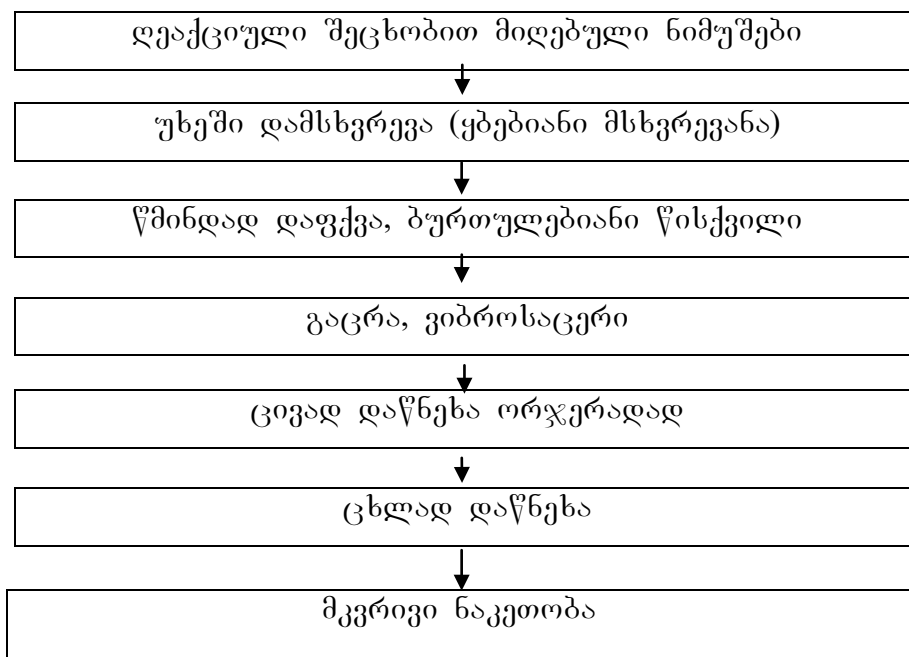
წარმოდგენილია ელემენტთა შემცველობის ამსახველი სქემები შედარებით მოკლე უბნებზე spectrum 2, 3. ნახაზიდან ჩანს ძირითადი ფაზების სიალონის, სილიციუმის კარბიდის და კორუნდის შემაღგენელი ელემენტების პროცენტული შემცველობა. ყველა უბანზე

პროცენტული თანაფარდობა თითქმის ერთნაირია, რაც მიანიშნებს მიღებული კომპოზიტის CH-6-ის ერთგვაროვან სტრუქტურაზე.



ნახ. 30. CH-8 კომპოზიტის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი ნახაზზე წარმოდგენილი წერტილების მიკრორენტგენოსტრუქტურული ანალიზი თვალსაჩინო სურათს იძლევა სწორედ იმ წერტილებში არსებული ფაზის შემადგენელი ელემენტების შემცველობის შესახებ, საიდანაც ჩანს, რომ CH-8 კომპოზიტის ძირითადი შემადგენელი ფაზებია: სიალონი და კორუნდი.

ცხლად დაწნეხილი ნიმუშების წარმოების ტექნოლოგიური სქემა



ჩავატარეთ ექსპერიმენტი ცხელი დაწნევის მეთოდით CH-8 და CH-6 D კომპოზიტების მისაღებად 1650 და 1750⁰C-ზე შესაბამისად. საწყის კომპონენტებს დაემატა ტიტანისა და ცირკონიუმის დიბორიდები. (ცხრ. 11)

შევისწავლეთ აღნიშნული კომპოზიტების ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებები, რომელთა მახასიათებლები წარმოდგენილია ცხრილში 12, ცხრილის მონაცემებიდან ჩანს, რომ CH6-D-სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას 1517 σ_c , მპა, CH-8-1614 σ_c , მპა.

ცხრილი 11. ნარევის შემადგენლობა

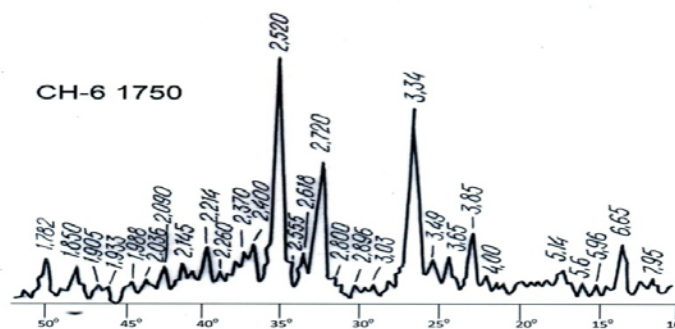
კომპოზიტის ინდექსი	საწყისი კომპონენტის შემცველობა, მას.%									TiB ₂	ZrB ₂
	ალუმინი პროსიანაი ა (უკრაინა)	Al	Al ₂ O ₃	SiC	Si	პერლიტი არაგაცის (სომხეთი)	Y ₂ O ₃	MgO	პოლოგის თიხა (უკრაინა)		
CH-8	15	25	30	-	27	3	2	1	5	-	-
CH-6 D	15	20	20	20	22	3	2	1	5	3	3

ცხრილი 12. ცხლად დაწნეხილი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები

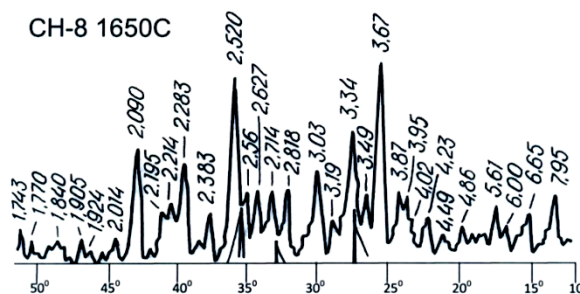
კომპოზიტის ინდექსი	ღია ფორიანობა w, %	საერთო ფორიანობა, II, %	სიმკვრივე, ρ , გ/სმ ³	დაწნევის წნევა, მპა	სიმტკიცის ზღვარი კუმშვისას, σ_c , მპა	სიმტკიცის ზღვარი ღუნვისას, σ_t , მპა
CH6+TiB ₂ , ZrB ₂ (1750 ⁰)	0,08	0,27	3.11	30	1517	515
CH-8 (1650 ⁰)	0,00	0,02	3,21	30	1614	456

ფაზური შედგენილობის დასადგენად ჩავატარეთ კომპოზიტების CH-6 და CH-8 –ის კვლევა რენტგენოსტრუქტურული, ელექტრონული

მიკროსკოპისა და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზების მეთოდებით.



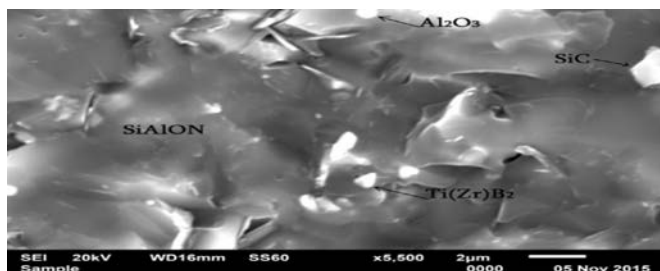
ნახ. 31. CH-6 კომპოზიტის X-ray (1750°C)



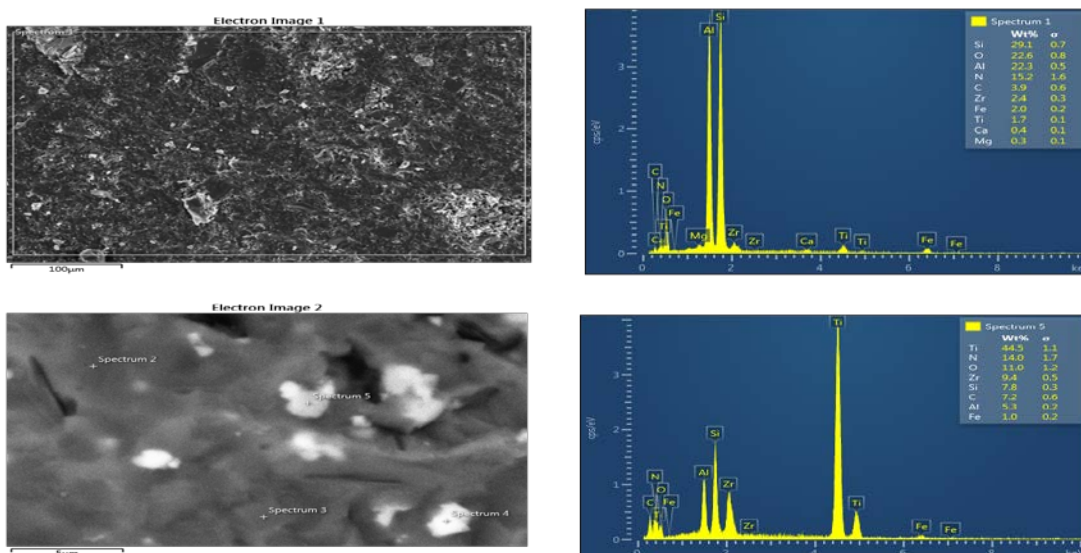
ნახ. 32. CH-8 კომპოზიტის X-ray (1650°C)

რენტგენოსტრუქტურული ანალიზის (ნახ. 31, 32) შედეგებით CH-6 კომპოზიტის ძირითადი ფაზებია სიალონი, სილიციუმის კარბიდი და კორუნდი, ხოლო CH8-ის –სიალონი და კორუნდი.

ნახაზებზე 33 და 34 წარმოდგენილია ელექტრონული მიკროსკოპისა და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზების შედეგები სიადანაც ჩანს, რომ კომპოზიტების ძირითადი ფაზები უცვლელია 1600°C-ზე დაწინებულ ნიმუშებთან შედარებით. CH-6 D-ის-მატრიცას წარმოადგენს β სიალონი, რომელიც განმტკიცებულია სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის კრისტალებით. მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი აჩვენებს სიალონის შემცველ ელემენტებთან ერთად ტიტანისა და ცირკონიუმის დიბორიდების შემცველობას.



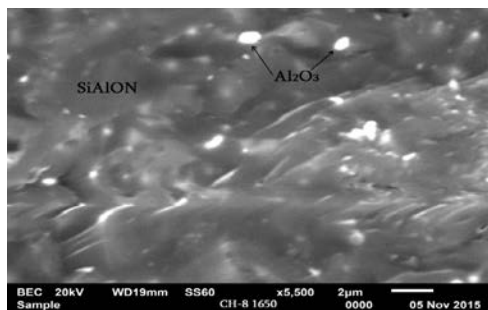
ნახ. 33. CH-6 D კომპოზიტის ელექტრონულ-მიკროსკოპული სურათი X 5500



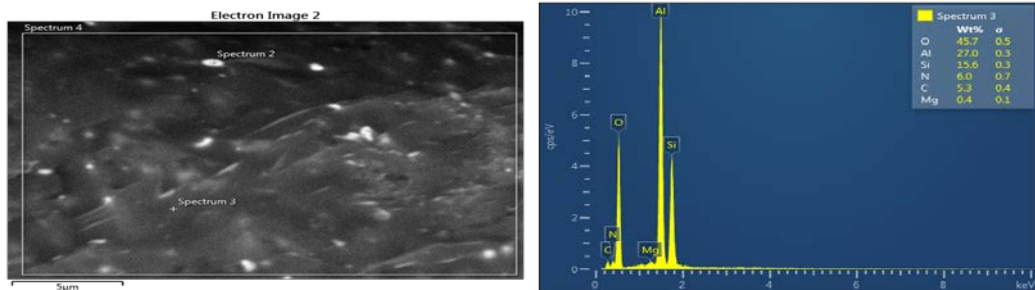
ნახ. 34. CH6-D კომპოზიტის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი

ნახაზზე წარმოდგენილია მონაკვეთი spectrum 1 და ამ მონაკვეთის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზის მონაცემები. ელემენტების Si, O, Al, N, C, Zr, Ti პროცენტული შემცველობა ადასტურებს ამ მონაკვეთზე მატრიცის სახით ბეჭა სიალონის, მასში განაწილებული სილიციუმის კარბიდის, კორუნდის და ტიტანისა და ცირკონიუმის დიბორიდების არსებობას. ამავე ნახაზზე მოცემულია მონაკვეთი spectrum 1- ის მოკლე უბნების (წერტილების) 5 შემადგენელი ელემენტების სქემა, სადაც ძირითად ფაზებთან ერთად—ტიტანისა და ცირკონიუმის დიბორიდებია.

ელექტრონული მიკროსკოპისა და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზები CH-8 კომპოზიტის წარმოდგენილია ნახ. 35. შედარება იმავე კომპოზიტის 1600°C გამომწვარ ნიმუშებთან, როგორც ანალიზებიდან ჩანს გვიჩვენებს 50°C მომატებით ძირითადი ფაზები უცვლელი რჩება. იგივე სურათია მიღებული მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზით (ნახ. 36).



ნახ. 35. CH-8 კომპოზიტის ელექტრონულ-მიკროსკოპული სურათი, X 5500



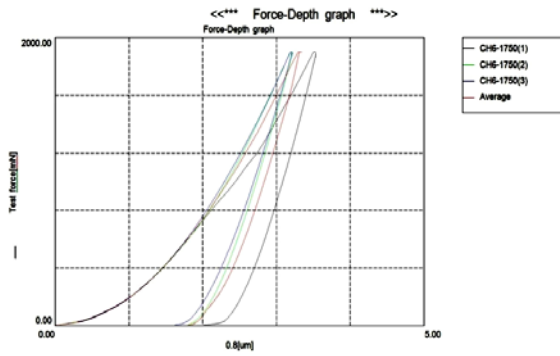
ნახ. 36. CH-8 კომპოზიტის მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი ელექტრონული მიკროსკოპიისა და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზით მიღებული შედეგები ორივე კომპოზიტის შემთხვევაში ადასტურებს რენტგენოსტრუქტურული ანალიზის მონაცემებს.

განისაზღვრა ცხლად დაწნეხით კომპოზიტების CH-6 D- 1750⁰C და CH-8 1650⁰C-ზე მიღებული ნიმუშების დინამიური მიკროსისალე და დრეკადობის მოდული. შედეგები წარმოდგენილია ნახაზზე 37,38 და 39. CH-6 D 1750⁰C –ზე HV-12.78 გპა, CH- 8 1650⁰C-ზე HV-11.61 გპა (ცხრ. 13 და ცხრ. 14).

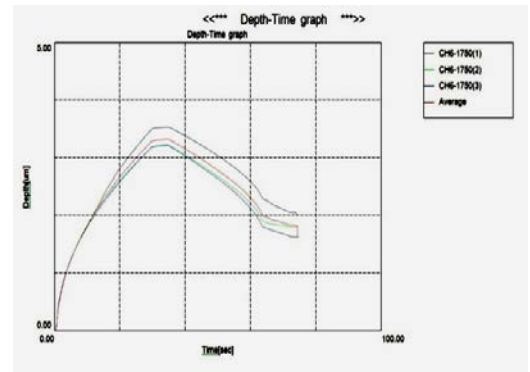
ცხრილი 13. ტესტის მონაცემები CH6-1750

Test mode	Load-unload	Sample No	CH6-1750
Sample name	CH6-1750	Minimum force	1.96[mN]
Test force	200 [gr]	Hold time at load	5[sec]
Loading speed	1.0(70.0670[mN/sec])	Test count	3
Hold time at unload	3[sec]	Parameter	20
Comment	24.11.15.		
Poisson's ratio	0.250		

SEQ	Fmax [mN]	hmax [um]	DHV-1	Eit GPa	Length [um]	HV GPa	Data name
1	1908.38	3.5481	755.667	167	18.205	10.88	CH6-1750(1)
2	1908.22	3.2285	912.574	177	16.248	13.66	CH6-1750(2)
3	1907.15	3.2201	916.834	171	16.175	13.78	CH6-1750(3)
Average	1907.92	3.3322	861.692	172	16.876	12.78	

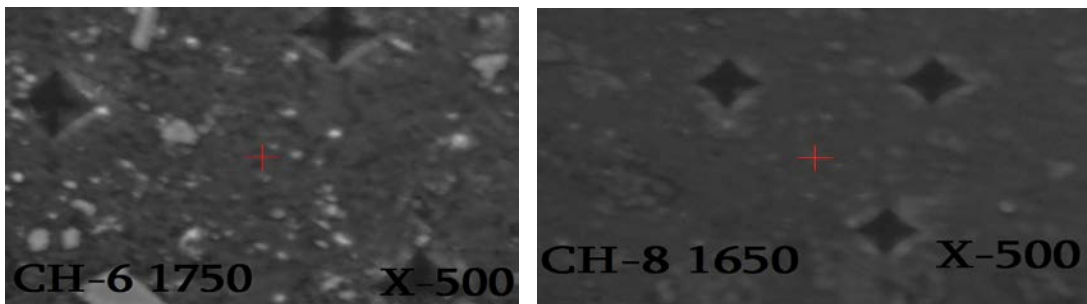


ა.



ბ.

ნახ. 37. დატვირთვა-განტვირთვის მრუდები: ა) ინდენტორზე დატვირთვის ძალა ბ) ინდენტორის მასალაში შეღწევის სიღრმე



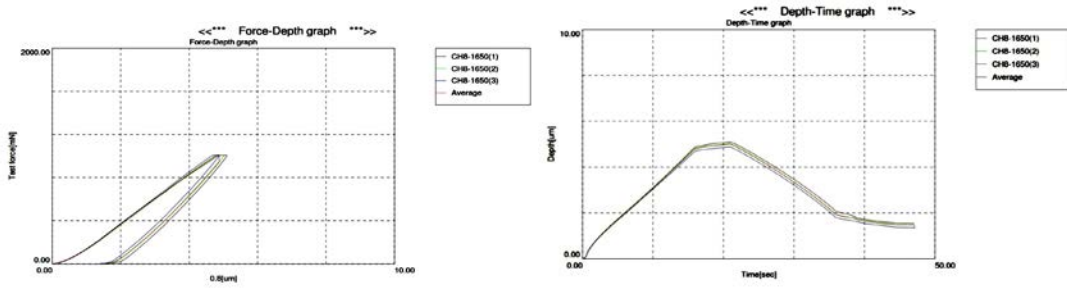
ნახ. 38. Si-Al-O-N მატრიცაში აღებული ანაბეჭდი (CH-6 1750⁰C, CH-8 1650⁰C)

ანაბეჭდების სახეურები მკვეთრია, ანაბეჭდი ვრცელდება არა მარტო მატრიცაზე , არამედ მარცვლებზეც. ბზარები არ შეინიშნება, რაც მიანიშნებს, რომ მიღებულკომპოზიტს გააჩნია უნარი წინააღმდეგობა გაუწიოს ბზარების წარმოქმნის შემთხვევაში მის გავრცელებას.

ცხრილი 14. ტესტის მონაცემები CH-8-1650

Test mode	Load-unload	Sample No.	CH8-1650
Sample name	CH8-1650	Minimum force	1.96[mN]
Test force	200 [gr]	Hold time at load	5[sec]
Loading speed	1.0(70.0670[mN/sec])	Test count	3
Hold time at unload	3[sec]	Parameter	20
Comment	24.11.15.		
Poisson's ratio	0.250		
Indenter type			

SEQ	Fmax [mN]	hmax [um]	DHV-1	Eit GPa	Length [um]	HV GPa	Data name
1	1007.44	5.1000	193.077	256	12.937	11.38	CH8-1650(1)
2	1007.63	5.0202	199.302	257	12.969	11.32	CH8-1650(2)
3	1007.46	4.8733	211.462	268	12.532	12.13	CH8-1650(3)
Average	1007.51	4.9978	201.280	260	12.813	11.61	



ა.

ბ.

ნახ. 39. დატვირთვა-განტვირთვის მრუდები: ა) ინდენტორზე დატვირთვის ძალა ბ) ინდენტორის მასალაში შეღწევის სიღრმე

დასკვნა

– სიალონის მისაღები მეთოდის შერჩევის მიზნით ჩატარებულია კვლევა კარბო და ალუმოთერმული მეთოდებით. შესწავლილია:

1. კაოლინის; 2. კაოლინ- გრაფიტის ნარევის (C_1) ;3. კაოლინ-ალუმინის პუდრის (C_2) და 4. კაოლინ-გრაფიტი-ალუმინის პუდრის ნარევის 1400°C-ზე აზოტის გარემოში გამოწვის შედეგად მიღებული ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებები, ხოლო რენტგენოსტრუქტურული ანალიზით ნიმუშების ფაზური შედგენილობა.

– დადგენილია, რომ C_1 ; C_2 ; C_3 შედგენილობის ნიმუშების აზოტის გარემოში გამოწვისას, 1400°C-ზე მიიღება X-სიალონი მულიტის სტრუქტურით. შემდგომი კვლევებისათვის შერჩეულია ალუმოთერმული მეთოდი.

– სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის ალუმინის პუდრასთან ნარევის(C_4 ; C_6) აზოტის არეში გამოწვით 1350, 1400 და 1450°C-ზე მიღებულია ნიმუშები მაღალი საექსპლოატაციო ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებებით. C_4 -ის ფაზური შედგენილობაა Al_2O_3 – X სიალონური შემკვრელით; C_6 -ის SiC X სიალონური შემკვრელით.

– SiC და Al_2O_3 -ზე ალუმინის პუდრასთან ერთად ელემენტარული სილიციუმის ნარევით 1400°C-ზე გამოწვით აზოტის გარემოში, მიღებულია C_5 და C_7 კომპოზიტები Al_2O_3 - სიალონური შემკვრელით და SiC- სიალონური შემკვრელით.

C_5 – ნიმუშებში SiAlON-ი მიიღება ნიტრიდული სტრუქტურით ე. ი. წარმოიქმნა β - სიალონი და C_7 - O^1 -სიალონი- ოქსინიტრიდული სტრუქტურით

– რეაქციული შეცხობის მეთოდით მიღებულია კომპოზიტები CH-1,CH-2, CH-3. შესწავლილია მათი მიღებისას მიმდინარე ფიზიკურ-ქიმიური პროცესები რენტგენოსტრუქტურული ანალიზით 800-1500°C-ზე 100°C ინტერვალით, საიდანაც გამოჩნდა თუ რომელ ტემპერატურაზე წარმოიქმნება ფაზები, რომლებიც სიალონის საბოლოოდ ჩამოყალიბებაში მონაწილეობენ. ქიმიური პროცესები სამივე კომპოზიტის შემთხვევაში ერთიდაიგივე სქემით მიმდინარეობს.

- რეაქციული შეცხოვის მეთოდით მიღებულია CH- 6, CH- 7 და CH-8 კომპოზიტები. მაღალი ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებებით.
- CH- 6, CH- 7 და CH-8 კომპოზიტების ფაზური შედგენილობა შესწავლილია რენტგენოსტრუქტურული, ელექტრონული მიკროსკოპიის და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზებით. სამივე კომპოზიტში მატრიცა β - სიალონია, CH- 6-ის მატრიცაში განაწილებულია სილიციუმის კარბიდისა და კორუნდის; CH-7-ში - სილიციუმის კარბიდის და CH-8-ში-კორუნდის კრისტალები.
- რეაქციული შეცხოვის მეთოდით მიღებული ნიმუშები (CH-6, CH-8) გადაიფქვა, შემდეგ დაყალიბდა 1600°C ტემპერატურაზე ცხლად დაწნეხვის მეთოდით 30 მპა წნევის ქვეშ.
- შესწავლილია ცხლად დაწნეხილი ნიმუშების ფიზიკურ-ტექნიკური მახასიათებლები და ფაზური შედგენილობა.
- მიღებული მასალების დინამიური მიკროსისალე და დრეკადობის მოღული განისაზღვრა თანამედროვე ISO-14577 საერთაშორისო სტანდარტის მოთხოვნების შესაბამის დინამიურ ულტრა მიკროსისალის ტესტერზე DUH211S.
- მოყვანილი გრაფიკებიდან ჩანს, რომ მიუხედავად, ორივე კომპოზიტის მრავალფაზიანობისა, დამოკიდებულება “ძალა-ჩაღრმავება” მსგავსია, კერძოდ, სხვადასხვა ადგილას აღებული ანაბეჭდის პიკები ერთმანეთს ემთხვევა. ეს ნიშნავს ამ თვისების ერთგვაროვნობას მასალების მთელ მოცულობაში.
- მიღებული კომპოზიტები ხასიათდებიან მაღალი სისაღით, სიმკვრივითა და სიმტკიცით. CH-6 –სათვის სისაღე შეადგენს : HV - 11.39 GPa ; სიმკვრივე ρ : 2,97 გ/სმ³; სიმტკიცე კუმშვისას, σ_c - 1940 მპა; სიმტკიცე ღუნვისას, σ_t - 490 მპა. CH-8–სათვის შესაბამისად : HV-14.80 GPa; 3,17 ρ , გ/სმ³; σ_c -1614მპა; σ_t -356 მპა.
- ჩატარებულია მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზი ორივე კომპოზიტისათვის მონაკვეთზე Spectrum 1 და მოკლე უბნებზე 2,3 (CH- 6), CH- 8-სათვის Spectrum 1 მოკლე უბნებზე 1,7.

- რენტგენოსტრუქტურული, ელექტრონული მიკროსკოპიის და მიკრორენტგენოსპექტრული ანალიზების საფუძველზე დადგინდა, რომ ფაზური შედგენილობა ცხლად დაწინებულ ნიმუშებში არ შეიცვალა.
- შესწავლილია, CH-6 1750⁰C-ზე დიბორიდების შემცველი (TiB₂ ; ZrB₂) და CH-8 1650⁰C-ზე მიღებული კომპოზიტების ფაზური შედგენილობა და ფიზიკურ-ტექნიკური თვისებები. მიღებულია ორივე კომპოზიტი ნულოვანი ღია ფორიანობით და მაღალი სიმკვრივით.

დისერტაციის ძირითადი შედეგები გამოქვეყნებულია შემდეგ შრომებში:

1. კოვირიძე ზ., ნიჟარაძე ნ., დარახველიძე ნ., ტაბატაძე გ., მესტვირიშვილი ზ., გეოპოლიმერის ბაზაზე აზოტის გარემოში მიმდინარე კარბო და ალუმინთერმული პროცესები, საქართველოს კერამიკოსთა ასოციაციის ჟურნალი “კერამიკა” № 1 (31), 2014, გვ. 32-36.
2. კოვირიძე ზ., ნიჟარაძე ნ., ტაბატაძე გ., ჭეიშვილი თ., დარახველიძე ნ., მესტვირიშვილი ზ., მშვილდაძე მ., ნიკოლეიშვილი ე., ნიტრო-ალუმინთერმული პროცესებით სიალონების მიღება, საქართველოს კერამიკოსთა ასოციაციის ჟურნალი “კერამიკა” № 2 (32), 2014, გვ. 23-31.
3. Kovziridze Z., Nizharadze N., Tabatadze G., Cheishvili T., Mestvirishvili Z., Nikoleishvili E., Mshvildadze M., Darakhvelidze N., Obtaining of Nanocomposites in SiC-SiAlON and Al₂O₃-SiAlON System by Alumothermal Processes, Journal of Electronics Cooling and Thermal Control, 2014, 4, <http://www.scirp.org/journal/jectc> Published Online December 2014 in SciRes USA, Delaware p.1- 13.
4. Kovziridze Z., Nizharadze N., Mestvirishvili Z., Darakhvelidze N., Smart Materials in the SiAlON-SiC-Al₂O₃-TiB₂-ZrB₂ System, 2nd Annual world Congress of Smart Materials (WCSM-2016) 4-6 March, 2016, Singapore.
5. Kovziridze Z., Nizharadze N., Tabatadze G., Mestvirishvili Z., Darakhvelidze N., Obtaining of SiAlONs via alum-thermal and nitrogen processes, 14th International Conference of European Ceramic Society, 21-25 June, Toledo, Spain Poster 2348. 2015.
6. Kovziridze Z., Nizharadze N., Tabatadze G., Mestvirishvili Z., Darakhvelidze N., Application of Alum-Thermal and Nitrogen methods for obtaining Nano-composites in the systems of SiC-SiAlON and Al₂O₃-SiAlON, Innovative Technologies in

Metallurgy and Materials science, Tbilisi, Georgia Georgian Technical University, International conference 16-18July, 2015.

7. Kovziridze Z., Nizharadze N., Tabatadze G., Mestvirishvili Z., Darakhvelidze N., Smart Materials in the SiAlON-SiC-Al₂O₃ System, Journal of Material Science and Engineering, International Conference and Expo on Ceramics. Chicago, USA, August 17-18, 2015.

8. კოვზირიძე ზ., ნიჟარაძე ნ., დარახველიძე ნ., ტაბატაძე გ., მესტვირიშვილი ზ., ალუმინოერმული და აზოტირების მეთოდების გამოყენება ნანოკომპოზიტების მისაღებად SiC-SiAlON და Al₂O₃-SiAlON სისტემებში, საგამომცემლო სახლი “ტექნიკური უნივერსიტეტი”, 2016, გვ. 146.

Abstract

The goal of the research is development of innovative technologies for obtaining SiAlON-containing composites with high exploitation properties. Innovation is obtaining of target phase composition SiAlON in aluminum thermal and nitriding complex process by the method of reactive sintering and further hot pressing.

In recent decades intense works are in progress for obtaining ceramic composites which would possess both high exploitation properties of oxide as well as oxygen-free compounds.

Ability of silicium nitride to dissolve in its crystalline matrix up to 60 mass% α -Al₂O₃, results in obtaining new composite materials, which are metal oxides solid solutions in nitrides and according to their composition they were given the name Sialon – Si-Al-O-N.

According to their structure SiAlONs are nano- or microcrystalline materials, Their phase composition (Si₃N₄, AlN, Al₂O₃, SiC, Si₂ON₂) and high energy of binding determine high strength, thermal resistance, anti-corrosion and other best exploitation properties. These composites don't melt up to 3200⁰C. They are attributed great significance because they can be in composite materials composition as SiAlON binders. Due to their high exploitation properties they are often called super ceramics.

The objective was to select raw material, which would enable us to use components newly formed by the method of reactive sintering, since in the process of obtaining of solid sialon solution, inculcation of α -Al₂O₃ and AlN in β -Si₃N₄ is significantly simplified, when its crystalline skeleton is in the process of formation yet. This is why silica-alumina material – kaolin, technical carbon, aluminum powder and elemental silicium were selected.

We have studied: mixes for obtaining SiAlONs by carbo- and alumothermal methods: a) kaolin-aluminum powder; b) kaolin aluminum powder-elemental silicium; c) kaolin-carbon and physical-chemical processes going on in the process of obtaining SiAlONs by carbo- and alumothermal methods at heating in nitrogen medium.

- Investigations were carried out to obtain silicium carbide and corundum refractory composite by SiAlON binder. SiC-X with SiAlON binder and Al₂O₃-X with SiAlON binder were obtained;

- by adding elemental silicon together with aluminum powder to SiC and Al₂O₃- at sintering at 1400⁰C in nitrogen medium the composites with Al₂O₃ – β sialon binder and SiC - O¹ with sialon binder were obtained
- At the next stage composites CH-1, CH-2 and CH-3 were obtained by the method of reactive sintering; physical-chemical processes going on at their obtaining were studied in temperature interval 800-1500⁰C . Processes run by the same scheme in all three composites.
- Specimens obtained by reactive sintering (CH-6, CH-7, CH-8) were milled and molded at 1600-1650⁰C temperature by hot pressing under 30 MPa. Phase composition of the obtained composites were studied by X-ray diffraction method, electric microscope and micro X-Ray diffraction analysis.
- Obtained results proved that matrix of CH-6, CH-7 and CH-8 composite is β-SiAlON. CH-6 matrix contains silicon carbide and corundum, CH-7 – silicon carbide and CH-8 -corundum crystals. Composites are characterized by high tightness/density and strength.
- Technological schemes were developed for reactive sintering and hotly pressed composites production

The obtained composites can be used in rocket-spatial technology, as composites coatings for high-temperature aggregates, as bedding for high-temperature furnaces, for jackets of thermocouples, metal cutting tools, metal and stone processing, in dental drills, bearings et al.