Таким образом, в работе при температуре 900°С получили однофазный алюминат кальция Ca₃Al₂O₆ кубической модификации. Увеличение температуры приводит к росту размера частиц и степени их сформированности. Фазовых переходов и образование примесных фаз при этом не наблюдается.

О ВЛИЯНИИ ЭНЕРГИИ ПЛАЗМЫ НА ПРОДУКТ ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА В СИСТЕМЕ SI-C

<u>Д.С. НИКИТИН</u>

Национальный исследовательский Томский политехнический университет E-mail: dima_n@sibmail.com

ON THE INFLUENCE OF THE PLASMA ENERGY ON THE PRODUCT OF PLASMODYNAMIC SYNTHESIS IN THE SI-C SYSTEM

D.S. NIKITIN National Research Tomsk Polytechnic University E-mail: <u>dima_n@sibmail.com</u>

Annotation. The paper presents results of experimental studies on the plasmodynamic synthesis of ultradispersed silicon carbide. The product was investigated by X-ray diffractometry. It was shown that management of main product characteristics (content of SiC, dispersion) is possible by the change of the input energy.

Введение. Карбид кремния является единственным стабильным соединением в системе Si-C. Этот материал имеет совокупность различных физических и химических свойств, таких как высокая твердость и механическая прочность, низкая плотность, отличная термическая и радиационная устойчивость, высокая теплопроводность [1]. Так керамика из карбида кремния является одним из наиболее важных неоксидных керамических материалов и привлекательным материалом для широкого круга промышленных применений. SiC является широкозонным полупроводником и применяется для создания электронных систем для применения в жестких средах [2]. Наноматериалы, как известно, обладают уникальными и более высокими свойствами, чем обычные материалы. Различные наноструктуры из карбида кремния широко используются в качестве армирующей фракции, для создания наноструктурированной керамики, микро- и наноэлектромеханических систем (MEMS и NEMS) [3].

Существует множество успешных попыток синтезировать нанопорошок карбида кремния, в том числе путем карботермического, самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, методом микроволнового и лазерного нагревания золь-гель способа [4]. Вышеуказанные способы синтеза обладают такими недостатками, как высокая себестоимость, высокие расход энергии и время синтеза при малых объемах продукции. Поиск простого и дешевого способа синтеза карбида кремния является актуальной задачей.

Плазмодинамических метод синтеза нанопорошков основан на химической реакции соединения кремния и углерода в гиперзвуковой струе электроразрядной плазмы. Плазменная струя генерируется сильноточным импульсным коаксиальным магнитоплазменным ускорителем (КМПУ). Настоящая статья посвящена исследованию влияния уровня энергии на характеристики продукта.

Экспериментальная часть. Конструкция используемой экспериментальной установки приведена на рисунке 1. Установка состоит из КМПУ, емкостного накопителя энергии и рабочей камеры-реактора. КМПУ включает центральный электрод с графитовой вставкой и изолятором и ускорительным графитовым каналом. Смесь аморфной сажи и микронного кристаллического порошка кремния с соотношением Si:C 3:1 была использована в качестве прекурсоров. Масса смеси составляла ~1.0 г. Прекурсоры помещались в канал формирования плазменной структуры ускорительного канала. Si-C смесь также исполняла роль инициатора дугового разряда между центральным электродом и графитовым ускорительным каналом после замыкания цепи. Электропитание КМПУ осуществлялось от емкостного накопителя энергии с емкостью C = 6 мФ. Накопленная энергия изменялась путем изменения зарядного напряжения Uc от 2,0 кВ до 3,5 кВ. Были проведены четыре эксперимента с различными напряжениями, а следовательно и значениями выделившейся энергии: 10,5 кДж, 13 кДж, 19 кДж, 29,7 кДж.



Рисунок 1 - Принципиальная схема коаксиального магнитоплазменного ускорителя

Плазменные выстрелы были произведены в запечатанный объем цилиндрического реактора камере, заполненной аргоном при нормальном давлении и комнатной температуре. Плазменная струя воздействовала на медный барьер, установленный на расстоянии 23 мм от ускорительного канала. Синтезированный порошкообразный продукт собирали со стенок камеры-реактора после полного осаждения взвешенных частиц.

Синтезированные в процессе экспериментов порошкообразные продукты были проанализированы без предварительной подготовки с помощью современных методик: рентгеновской дифрактометрии (XRD) с использованием дифрактометра Shimadzu XRD 6000 (СиК α -излучение, $\lambda = 0,15406$ нм). Количественный рентгеновский анализ осуществлялся с помощью программного пакета PowderCell 2.4 с использованием базы данных PDF4+.

Результаты и обсуждение. Результаты рентгеновских исследований синтезированных порошков представлены в виде рентгеновских дифрактограмм на рисунке 2. Результаты структурного и фазового анализа приведены в таблице 1. Характер дифрактограмм и совокупность различных когерентных рефлексов показывает практическое отсутствие аморфной фракции в продукте синтеза и демонстрирует наличие нескольких кристаллических фаз во всех случаях. По результатам компьютерных расчетов с помощью программного пакета PowderCell 2.4 порошковый продукт плазмодинамического синтеза во всех случаях состоит из четырех кристаллических фаз со следующими параметрами кристаллографических структурных моделей: кубический карбид кремния β-SiC, пространственная группа SPGR-F-43м {216}; кубический кремния cSi, SPGR - F-43/D-32 /m {227}; графит gC, SPGR - P6-3mc {186}. Наиболее интенсивные пики принадлежат соответствующим плоскостям (111), (200), (220), (311), (222) кубического карбида кремния. Результаты комплексного анализа рентгеновских дифрактограмм синтезированных продуктов (в том числе фазовое содержание и OKP) представлены в таблице 2.

В соответствии с расчетными данными рентгенофазового анализа фаза кубического карбида кремния имеет самое высокое содержание в продукте. Более эффективное формирование карбида кремния SiC наблюдается при более высоких значениях энергии разряда W. Содержание углерода не уменьшается в диапазоне энергии разряда от W = 13,5 Вт до W = 29,7 кДж за счет увеличения электроэрозии графитового ствола. Возрастание размеров частиц SiC наблюдается с увеличением энергии во всем диапазоне. Увеличение содержания и размеров частиц карбида кремния может быть объяснено более полной ионизацией прекурсоров в результате более высоких параметров давления и температуры (pT-параметров).



Таблица 2 – Результаты рентгенофазового анализа порошкообразных продуктов синтеза

Фаза W [kJ]		SiC	Si	С
1. 10,5	Содержание [%]	60,0	24,0	16,0
	OKP [nm]	35	20	10
2. 13,0	Содержание [%]	73,0	19,0	8,0
	OKP [nm]	70	80	20
3. 19,0	Содержание [%]	80,0	13,0	7,0
	OKP [nm]	75	65	35
4. 29,7	Содержание [%]	90,0	3,5	6,5
	OKP [nm]	90	40	20

Заключение. Нанопорошки карбида кремния (SiC) были получены методом плазмодинамического синтеза. Этот метод был реализован путем синтеза в электроразрядной плазменной струе, генерируемой сильноточным импульсным коаксиальным магнитоплазменным ускорителем. Были проведены четыре эксперимента с различными энергетическими параметрами (с 10,0 до 30,0 кДж). Синтезированные продукты анализировали с помощью рентгеновской дифрактометрии. По результатам анализов все продукты в основном состоит из фазы кубического карбида кремния (β-SiC) и небольшого количества непрореагировавших прекурсоров. Сравнение результатов экспериментов с различными уровнями энергетики позволило сделать выводы о способах управления фазовым составом и дисперсностью продукта. Содержание карбида кремния и размеры частиц увеличиваются с увеличением уровня энергии.

Список литературы

- 1. Harris G. L. Properties of Silicon Carbide. London: NSPEC. 1995. 282 p.
- 2. Gerhardt R. Properties and Applications of Silicon Carbide. Rijeka: InTech. 2011. 546 p.
- Wang Z., Shi X. High Temperature Silicon Carbide MOSFET Power Module With Integrated Silicon-On-Insulator-Based Gate Drive // IEEE T. Power Electr. V. 30 (3). – 2015. – P. 1432-1445.
- 4. Wu R., Zhou K. Recent progress in synthesis, properties and potential applications of SiC nanomaterials // Prog. Mater Sci. 2015. V. 72. P. 1-60.

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕНОГО СПЕКАНИЯ ДЛЯ КОНСОЛИДАЦИИ ТУГОПЛАВКИХ ОКСИДОВ И НИТРИДОВ

С.В. МАТРЕНИН, Б.Б. ОВЕЧКИН, <u>Р.В. ТАЮКИН</u> Национальный исследовательский Томский политехнический университет E-mail: msv@tpu.ru, ovechkinb@tpu.ru, Romanone93@mail.ru

AN APPLICATION OF SPARK PLASMA SINTERING FOR COMPACTION OF REFRACTORY OXIDES AND NITRIDES

S.V. MATRENIN^A, *B.B. OVECHKIN^B AND* <u>*R.V. TAYUKIN^C*</u> National Research Tomsk Polytechnic University, E-mail: ^amsv@tpu.ru, ^bovechkinb@tpu.ru, ^cRomanone93@mail.ru

Abstract. The results of investigation of physical and mechanical properties of ceramic materials manufactured by compaction of alumina, zirconia, and aluminum oxynitride powders using spark plasma sintering (SPS) are presented. It is found out that the ceramics thus produced exhibit improved density and microhardness compared to the materials sintered at high temperature in a resistance furnace. Keywords: Spark plasma sintering, aluminum oxynitride, ultra-fine powders

Введение. В настоящее время эффективным методом консолидации порошковых материалов принято считать искровое плазменное спекание (ИПС, англ. Spark Plasma Sintering (SPS)) [1-4].