

ЗАВИСИМОСТЬ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ ОТ ПАРАМЕТРОВ ДИСПЕРГИРОВАНИЯА.А. Евдокимов, Д.Ю. Герасимов

Научный руководитель: д.т.н. А.А. Сивков.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: kraamis@gmail.com

THE DEPENDENCE OF THE CERAMICS PROPERTIES FROM THE DISPERSION PARAMETERA.A. Evdokimov, D.Yu. Gerasimov

Supervisor: Doctor of Technical Sciences A.A. Sivkov

National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 30, 634050

E-mail: kraamis@gmail.com

In this paper we have shown how a way to obtain microstructural ceramics by spark plasma sintering. Ceramics obtained from a mixture of powdered samples with very different dispersion. We investigated the change in the phase composition (XRD-method) and internal structure (SEM-method) of the ceramics. It was found that to improve the parameters of the dispersion of the ceramic must improve feedstock.

В настоящее время очень высока потребность в инструментальных материалах с высокими физико-механическими характеристиками. Исследования последних лет [1, 2] показали, что существует возможность создания керамических материалов с нано- и субмикроструктурой, обладающими высокими физико-механическими характеристиками. Это обусловлено тем, что в качестве сырья используются ультрадисперсные материалы и применяются комбинированные методы компактирования, лишенные недостатков связанных с рекристаллизацией. В настоящей работе представлены результаты исследований по изучению влияния параметров диспергирования, а также соотношения ультрадисперсной и диспергированной фракций в продукте на режущие свойства керамики полученной при использовании метода искрового плазменного спекания [3] без введения связующих добавок.

В ранних работах [4] была показана возможность осуществления полного цикла получения субмикроструктурной керамики на основе продукта плазмодинамического синтеза. Однако как было отмечено в работе [5] дисперсность базового продукта оказывает существенное влияние на характеристики спеченной керамики. Также существенное влияние оказывают условия предварительного диспергирования базового продукта перед спеканием керамики, в частности материал мельничных шаров.

Для повышения однородности материала и исследования возможности полного использования продукта плазмодинамического синтеза была изготовлена керамика из смеси размолотой в планетарной мельнице крупной фракции и ультрадисперсной фракции в соотношении 3:1. Спекание произведено при следующих условиях: $T=1300\text{ }^{\circ}\text{C}$, скорость $VT=100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$, $P=30\text{ МПа}$, время выдержки при максимальной температуре 5 мин, при тех же геометрических параметрах образца.

На рисунке 1 приведены кривые перемещения пуансонов и кривые изменения температуры в процессе спекания для ультрадисперсного (а) и смесового (б) порошка.

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

Анализ диаграмм показывает, что SPS порошка с очень широким распределением по размерам от десятков нанометров до десятков микрометров подчиняется установленным закономерностям для субмикронных порошков TiN [4]. Основное уплотнение происходит в процессе подъема температуры. При постоянной температуре перемещения пуансонов на интервале t_3 - t_4 не происходит. При отключении греющего тока на интервале t_4 - t_5 под давлением происходит значительное доуплотнение материала, обусловленное усадкой, пропорционально снижению температуры. Заметные отличия от процесса спекания УДП заключаются в том, что уплотнение прессовки начинается в момент t_2 с некоторым запаздыванием относительно момента начала роста температуры. Это обусловлено, по-видимому, размерным фактором. Размер частиц определяет объем и массу частиц, материал которых имеет максимальную плотность и высокую теплопроводность. Чем крупнее частицы, тем большее время потребуется для нагрева и плавления материала поверхностного слоя соседних частиц и их слияния, т.е. уплотнения прессовки в целом.

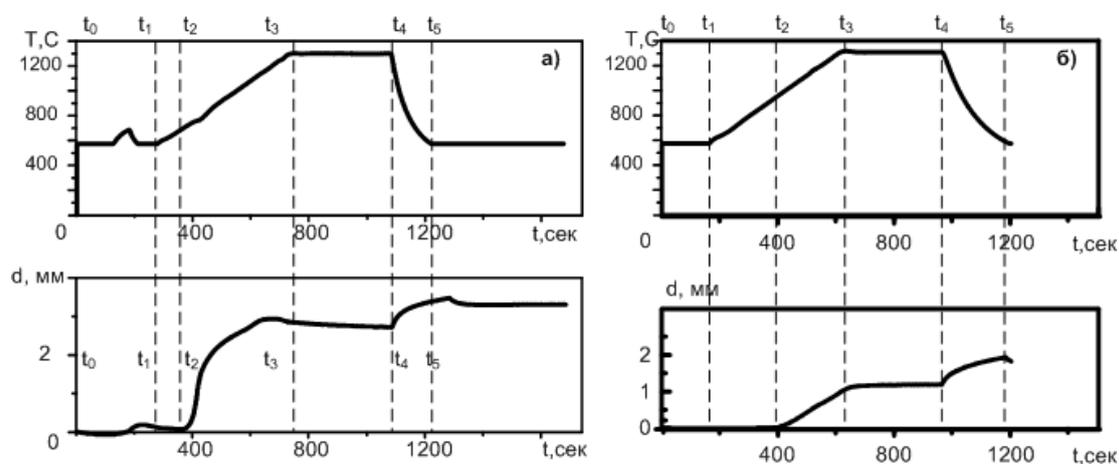


Рисунок 1. Кривые изменения температуры и кривые перемещения пуансонов в процессе спекания для ультрадисперсного (а) и смешанного (б) порошка.

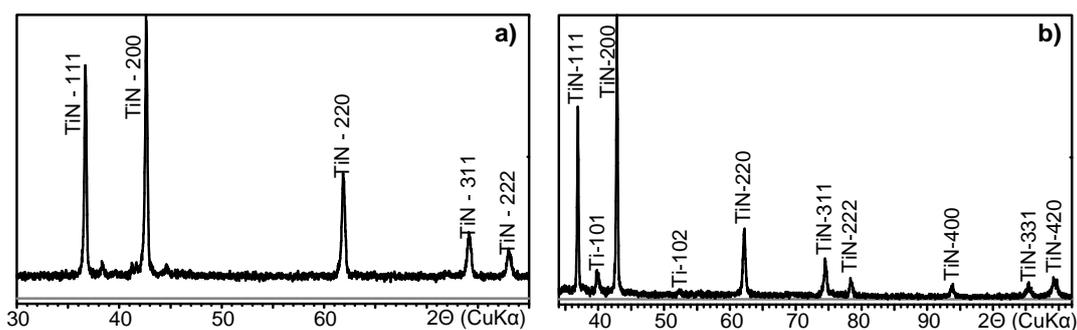


Рисунок 2. XRD-картины нанодисперсного порошка TiN (а) б шлифованной поверхности полученного образца-таблетки SPS-TiN-керамики из размолотого материала крупных фракций (75%) и добавкой УДП (25%) (б)

На рисунке 2а приведена XRD-картина шлифованной поверхности полученного образца (таблетки) SPS-TiN-керамики. Сравнение данных XRD двух последовательных состояний материала крупной фракции (рисунок 2) показывает практическое исчезновение в керамическом состоянии примесных фаз и, в частности, металлического титана. Возможно, это обусловлено нитридообразованием в процессе SPS с некоторым изменением стехиометрии нитрида титана. Об этом косвенно свидетельствует увеличение физического уширения сильнейших рефлексов и раздвоение их

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

максимумов. Кроме того, расчет показывает значительное уменьшение ОКР до ~ 75 нм, что свидетельствует о наноструктурированности полученной керамики.

Данный режим SPS, выбранный произвольно, обеспечил получение прессовки с плотностью материала $\rho=5,0$ г/см³, что составляет 92% от плотности монокристалла.

На рисунке 3 приведены SEM-снимки скола рассматриваемого образца SPS-TiN-керамики. Видно, что даже при относительно низком давлении прессования $P=30$ МПа достигается ожидаемый результат по относительной однородности субмикронной структуры. Обеспечивается это тем, что УДП фракция заполняет полости между частицами крупной фракции.

Практически 100%-е содержание кристаллической фазы нитрида титана, относительная однородность микроструктуры (равномерное распределение и соотношение микронных и субмикронных наноструктурированных зерен), достаточно высокая плотность прессовки обеспечили относительно высокий уровень физико-механических характеристик полученной керамики.

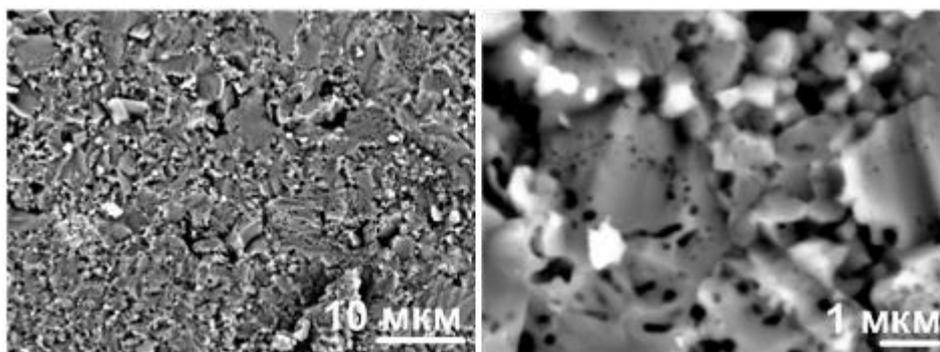


Рисунок 3. SEM-изображения микроструктуры скола образца SPS-TiN-керамики из cTiN-порошка плазгодинамического синтеза – смеси дробленой крупной фракции(75%) и УДП(25%)

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сивков А.А., Сайгаш А.С., Пак А.Я., Евдокимов А.А. Прямое получение нанодисперсных порошков и композиций в гиперсверхзвуковой струе электроразрядной плазмы // Нанотехника. – 2009. – № 2(18). – С.38-43.
2. Гусев А.И. Эффекты нанокристаллического состояния в компактных металлах и соединениях // Успехи физических наук. – 1998. – №168. – С. 55–83.
3. Tokita M. Mechanism of Spark Plasma Sintering // Journal of Material Science. – 2004. – Vol.5. – №45. – P. 78-82.
4. Евдокимов А.А., Сивков А.А., Герасимов Д.Ю., Сайгаш А.С., Хасанов А.О. О возможности реализации полного цикла получения объемного поликристаллического нитрида титана с субмикронной структурой плазгодинамическими методами // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2012. – №9. – С. 5-14.
5. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Хасанов А.О., Бирюков Ю.А., Качаев А.А., Бикбаева З.Г., Полисадова В.В., Милованова Т.В. Влияние ультрадисперсной фракции порошка карбида бора на прочностные свойства керамики, изготовленной методом SPS // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2012. – Т. 55. – № 5/2. – С. 270-275.