

**О ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛНОГО ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ПРОДУКТА ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКОГО
СИНТЕЗА ДЛЯ СПЕКАНИЯ TiN-КЕРАМИКИ**

А.А. Евдокимов, Д.Ю. Герасимов, А.А. Усиков

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 POSSIBILITY OF FULL USE OF THE PRODUCT PLASMODYNAMIC SYNTHESIS
FOR TIN-CERAMIC SINTERING**

A.A. Evdokimov, D.Y. Gerasimov, A.A. Usikov

Supervisor: professor A.A. Sivkov

National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Avenue, 30, 634050

E-mail: kraamis@gmail.com

This work is devoted to making full use of the product plasmodynamic synthesis, as well as improve its dispersion characteristics. Investigated the possibility of ceramics based on titanium nitride from a mixture of small and large fractions, and physical and mechanical properties of the ceramics.

В ранних работах [1] показана возможность плазмодинамического синтеза нитрида титана. Синтезированный УДП-продукт использовался для получения наноструктурной керамики с высокими физико-механическими характеристиками. Консолидация осуществлялась методом искрового плазменного спекания [2]. Ранее была показана возможность осуществления полного цикла получения объемного поликристаллического TiN с субмикронной структурой плазмодинамическими методами [3]. В продукте синтеза кроме ультрадисперсной фракции присутствует крупная [4]. Для исследования возможности полного использования продукта синтеза крупная фракция подвергалась измельчению на планетарной мельнице со стальными шарами. Результаты XRD-анализа представлены на рисунке 1.

Анализ возможности компактирования измельченного материала показал необходимость добавки примерно 25% УДП-фракции от общей массы. Именно такой порошок был использован для получения

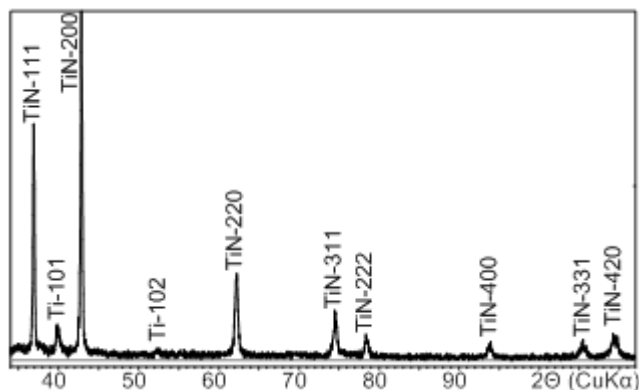


Рис. 1. Результаты рентгеноструктурного анализа порошка TiN, полученного размолотом крупных фракций

TiN-керамики методом искрового плазменного спекания. Был выбран следующий режим SPS: T=1300°C, скорость V_T=100 °C/мин, усилие прессования 5 кН (30 МПа), время выдержки 5 мин.

На рисунке 2 приведены диаграммы изменения параметров режима SPS размолотого порошка TiN с добавкой УДП TiN. Анализ диаграмм показывает, что спекание порошка с распределением по размерам от десятков нанометров до десятков

микронетров подчиняется установленным закономерностям для порошков TiN. Уплотнение происходит в процессе подъема температуры. Отличия от процесса спекания УДП заключаются в том, что

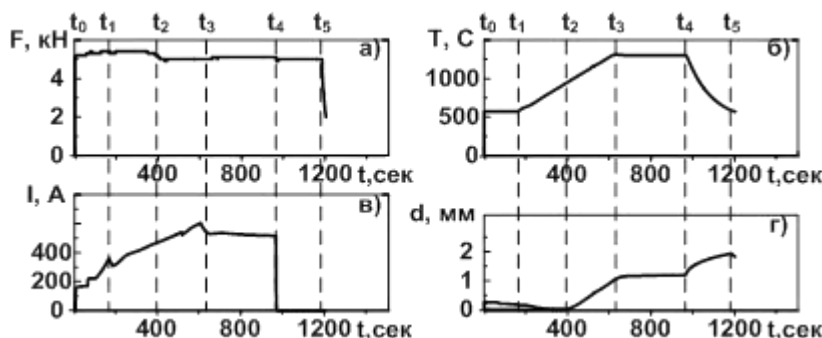


Рис. 2. Диаграммы изменения во времени основных параметров режима SPS дробленого материала крупных фракций с 25%-ной добавкой УДП TiN: а) F, кН – усилие прессования, б) I, А – греющий ток, в) T°С – температура, г) d, мм – перемещение пуансона

уплотнение прессовки начинается с некоторым запаздыванием относительно момента начала роста температуры. Размер частиц определяет объем и массу частиц, материал которых имеет максимальную плотность и высокую теплопроводность. Чем крупнее частицы, тем большее

время потребуется для плавления материала поверхностного слоя соседних частиц и их слияния.

Данный режим SPS обеспечил получение прессовки с плотностью материала $\rho=5,0 \text{ г/см}^3$ (92%). На рисунке 3 приведена XRD-картина шлифованной поверхности полученного образца (таблетки) SPS-TiN-

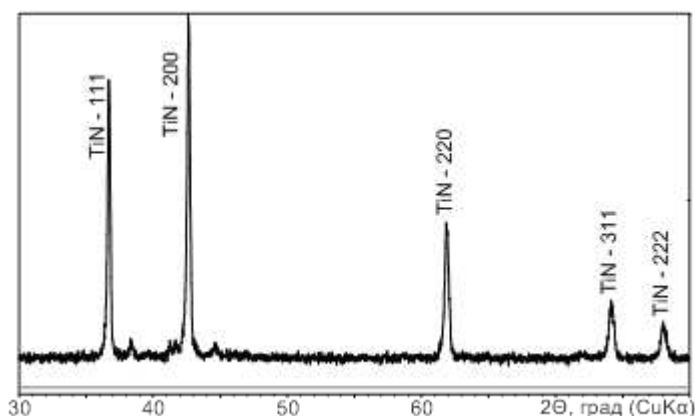


Рис. 3. XRD-картина шлифованной поверхности полученного образца-таблетки SPS-TiN-керамики из размолотого материала крупных фракций (75%) и добавки УДП (25%)

керамики. Сравнение данных XRD последовательных состояний материала крупной фракции (молотый (рисунок 1) и спеченный (рисунок 3)) показывает исчезновение примесных фаз. Возможно, это обусловлено нитридообразованием в процессе SPS с изменением стехиометрии нитрида титана. Об этом свидетельствует увеличение физического уширения и раздвоение их максимумов.

На рисунке 4 приведены SEM-снимки скола образца. Видно, что даже при низком давлении прессования достигается результат по однородности структуры. Обеспечивается это тем, что УДП

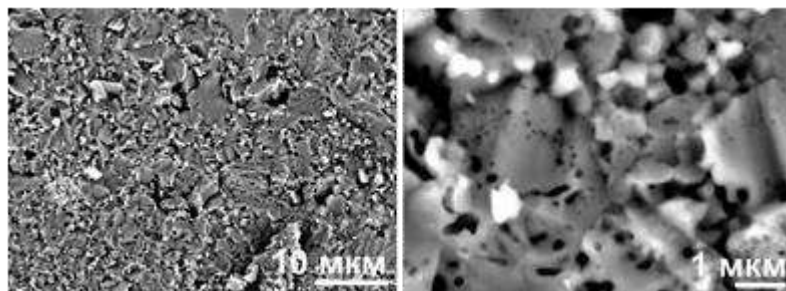


Рис. 4. SEM-снимки микроструктуры скола образца SPS-TiN-керамики из сTiN-порошка плазмодинамического синтеза – смеси дробленой крупной фракции (75%) и УДП (25%)

заполняет полости между частицами крупной фракции. Зерна размером до 10 мкм имеют пористую структуру, которая сохранилась при размоле крупных кусков, либо возникла при слиянии мелких частиц. Поры достигают размера около 1 мкм.

Микротвердость по среднему радиусу образца, как видно на рисунке 5, изменяется в пределах от 13,0 ГПа до 22,0 ГПа.

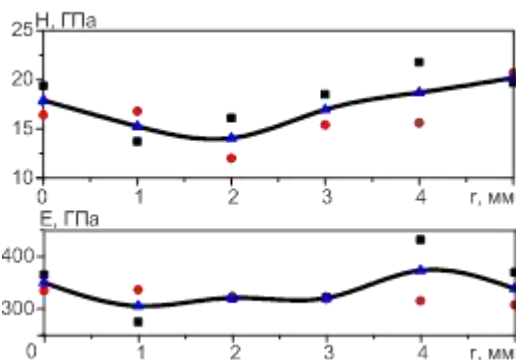


Рис. 5. Профили микротвердости H и модуля Юнга E по радиусу поверхности образца SPS-TiN-керамики из cTiN-порошка плазмодинамического синтеза – смеси дробленой крупной фракции (75%) и УДП (25%)

Среднее значение H по всей поверхности составляет ~ 17.0 ГПа. Колебания значений модуля упругости E еще менее существенны, что может служить косвенным подтверждением однородности материала всего керамического образца. Уровень значений физико-механических характеристик SPS-TiN-керамики из смесового порошка сопоставим с характеристиками SPS-TiN-керамики из ультрадисперсного cTiN, спеченного при одинаковых параметрах режима спекания с выдержкой при $T=1300^{\circ}\text{C}$ (5 мин). Экспериментальные результаты однозначно показали возможность 100%-го использования продукта плазмодинамического синтеза для получения высокотвердой TiN-керамики.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сивков А.А., Сайгаш А.С., Пак А.Я., Евдокимов А.А. Прямое получение нанодисперсных порошков и композиций в гиперскоростной струе электроразрядной плазмы // Нанотехника. – 2009. - № 2(18). – С. 38–43.
2. Tokita M. Mechanism of Spark Plasma Sintering // Journal of Material Science. – 2004. – V. 5(45). – P. 78–82.
3. 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 плазмодинамическими методами // Известия вузов. Физика. – 2012. – № 9 — С. 5–14.
4. Евдокимов А.А., Сивков А.А., Герасимов Д.Ю., Евдокимов А.А. Dependence of the size of titanium nitride particles and their sinter properties from the parameters of the plasmadynamic synthesis // Известия вузов. Физика. – 2012 – № 12(2) – С. 74–76.