

СИНТЕЗ НАНОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА КАРБИДА ТИТАНА С ПОМОЩЬЮ КОАКСИАЛЬНОГО МАГНИТОПЛАЗМЕННОГО УСКОРИТЕЛЯ

Даваа А.В.

Научный руководитель: Сивков А.А., д.т.н., профессор
Томский политехнический университет, 634050, Россия, г. Томск, ул.Усова, 7
E-mail: arsenaldavaa@mail.ru

Благодаря высокой твердости, износостойкости, термостойкости и устойчивости к воздействию кислот и щелочей карбид титана широко применяется как основа безвольфрамовых твердых сплавов, в качестве добавок к карбидостаялам, в виде тонких пленок и износостойких покрытий [1]. Также карбид титана обладает хорошей электропроводностью и низкой скоростью испарения, что позволяет использовать карбид титана в качестве антиэмиссионных покрытий в производстве приборов электронной техники [2]. Особый интерес представляют нанодисперсные порошки карбида титана. Они могут быть использованы как основа для получения объемного наноматериала (керамики).

В литературе давно обсуждается проблема получения тонкодисперсных порошков металлов, сплавов, соединений и сверхмелкозернистых материалов из них. Существующие традиционные технологии, основанные на различных методах их получения достаточно сложны, как правило, они являются многостадийными и длительными по времени, требуют громоздкого и дорогостоящего оборудования, больших энергозатрат и выполнения требований безопасности и экологичности. Все еще не существует предельно простых способов и технологий получения нанодисперсных кристаллических сверхтвердых материалов.

Целью данной работы является рассмотрение возможности получения нанодисперсного карбида титана с помощью коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ). Для решения данной задачи был проведен опыт. Конструкция КМПУ [3], представлена на рисунке 1.

Главными элементами конструкции являются: ускорительный канал (2), выполненный из титановой трубы; центральный электрод (1), представляющий из себя металлическую шпильку с титановой вставкой. Исходный реагент технический углерод в количестве 2 г. закладывался в канал формирования плазменной структуры (КПФС). При замыкании ключа происходит самопробой межэлектродного промежутка, образуется дуговой разряд с круговой плазменной перемычкой. Далее под действием магнитного поля плазменная структура ускоряется и вытягивается вдоль ствола, при этом происходит наработка материала (прекурсора) с поверхности титанового ускорительного канала. Ускоренная плазменная струя выбрасывается в камеру-реактор, заполненную технически чистым

аргоном при давлении $P=1,0$ атм. Электропитание ускорителя осуществлялось от емкостного накопителя при зарядном напряжении $U_{зар}=2,5$ кВ и ёмкости конденсаторов $C=28,8$ мФ, что соответствует энергии $W=90$ кДж.

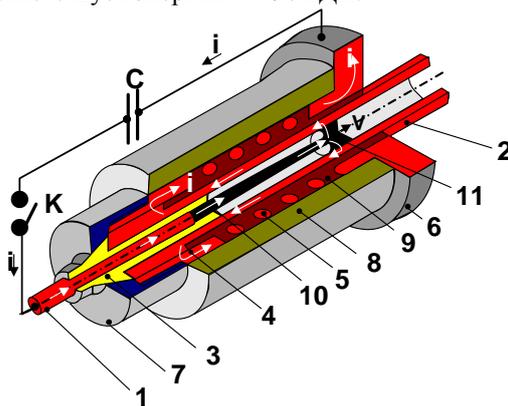


Рис. 1. Конструкция КМПУ: 1 – центральный электрод, 2 – электрод-ствол, 3 – изолятор центрального электрода, 4 – контактный цилиндр, 5 – соленоид, 6 – контактный фланец, 7 – заглушка, 8 – корпус, 9 – изоляция, 10 – плазменный жгут–Z–пинч, 11 – круговая плазменная перемычка

В результате опыта был собран порошок, осевший на стенках камеры. Собранный порошок в количестве 5,0 г. был просеян. Отсев состоял в основном из крупной металлической фракции, предположительно это титан, эродированный со стенок ускорительного канала. Масса просеянного порошка составила 0,7 г.

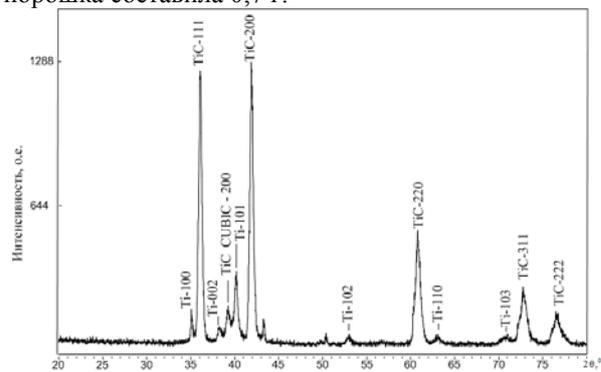


Рис. 2. Рентгеновская дифрактограмма порошка. Фазовый состав синтезированного предварительно просеянного порошка определялся методом рентгеновской дифрактометрии (XRD). На рисунке 2 приведена дифрактограмма порошка с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD7000 ($Cu-K_{\alpha}$ -излучение). Полнопрофильный анализ дифрактограммы проведен с

использованием программы «PowderCell2.4» и базы структурных данных PDF4+, результаты которого представлены в таблице 1.

Таблица 1. Данные рентгеноструктурного анализа фазового состава

Фаза, простр. группа	Содерж., % масс	ОКР, нм	Параметр решетки расчет/ PDF	
			a	c
TiC F4/m-3 2/m	83,8	55	4,3002/ 4,3280	-
TiC_CUBIC F 2 3	4,8	25,7	4,5778/ 4,6000	-
Ti-ALFA P6_3/m 2/m 2/c	11,4	74,3	2,9446/ 2,9505	4,6888/ 4,6826

Анализ синтезированного порошка выявил наличие следующих кристаллических фаз: карбиды титана TiC {F4/m-3 2/m}, TiC_CUBIC {F 2 3}, титан Ti-ALFA {P6_3/m 2/m 2/c}. Доминирующей фазой является карбид титана с содержанием 83,8 %. Наличие в порошке свободного титана можно объяснить как остаток эродированного продукта с поверхности ускорительного канала. Судя по отсутствию на рентгеновской дифрактограмме максимумов, соответствующих углеродным фазам, исходно заложенный в КПФС углерод полностью прореагировал с титаном, образуя его карбид.

Величины областей когерентного рассеивания составляют до 100 нм, что свидетельствует о нанодисперсности синтезированного порошка. Отличие параметров кристаллических решеток от эталонных объясняется наличием значительных микронапряжений $\Delta d/d$, что естественно для рассматриваемой высокодинамической системы.

Также синтезированный порошок был исследован с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ). Изображения, полученные с помощью микроскопа Philips CM 12, приведены на рисунке 3.

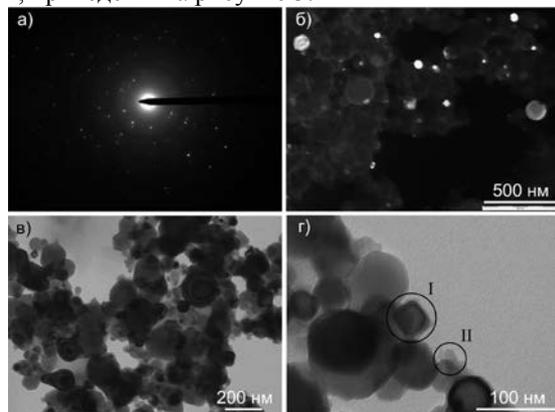


Рис. 3. Данные просвечивающей электронной микроскопии: а) картина электронной дифракции; б) темнопольное изображение; в), г) светопольное изображение

В составе продукта можно выделить 2 основных типа объектов. I – это многоугольные частицы со средним размером до 150 нм, представляющие основную массу продукта. II – это объекты с неразличимой на данном микроскопе морфологией.

Смещением апертурной диафрагмы на один из максимумов, соответствующих карбиду титана на картине дифракции электронов, получен темнопольный снимок (рис.3б). Видно свечение объектов I, что позволяет идентифицировать их как карбид титана.

Расчитанные по представленной картине электронной дифракции (рис.3а) значения межплоскостных расстояний в кристаллической структуре совпали с рассчитанными данными методом рентгеновской дифрактометрии. Поэтому можно судить о достоверности определения фазового состава синтезированного порошка.

Также с помощью ТЕМ-снимков был проведен расчет для построения гистограммы распределения частиц по размерам, приведенная на рисунке 4. По распределению видно, что размер основной части частиц лежит в пределах от 30 до 100 нм, что соответствует размерам ОКР основных фаз полученного материала.

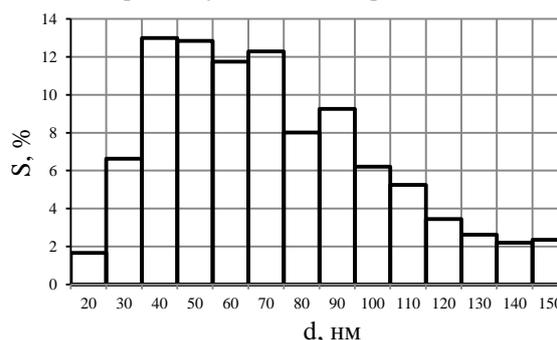


Рис. 4. Гистограмма распределения частиц по размерам

Таким образом, результаты анализов доказывают принципиальную возможность синтеза нанодисперсного порошка карбида титана в гиперскоростной струе титано-углеродной плазмы, генерируемой коаксиальным магнетоплазменным ускорителем.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Кипарисов С.С., Левинский Ю.В., Петров А.П. Карбид титана: получение, свойства, применение. М.: Металлургия, 1987, 216 с.
2. Быстров Ю.А., Ветров А.А., Лисенков А.А. Плазмохимический синтез карбида титана на медных подложках // Письма в ЖТФ. – 2011. – т.37. - №15. – с. 33-39.
3. Пат. 2150652 РФ. 7F41B 6100. Коаксиальный ускоритель / Сивков А.А. Заявлено 24.02.1999; Опубл. 10. 060 2000.