

Определено, что вольфрамат циркония формируется при 600 °С. Повышение температуры до 700 °С приводит к началу распада вольфрамата циркония на составляющие оксиды ZrO_2 и WO_3 , которое заканчивается при 800 °С.

Проект выполнен в рамках соглашения с Минобрнауки 14.575.21.0040 (RFMEFI57514X0040).

Список литературы

1. Evans, J.S.O., Negative thermal expansion materials, *The Royal Soc. Chem.–Dalton Trans.*, 1999, no. 19, pp. 3317–3326.
2. W. Sleight. Isotropic negative thermal expansion. // *Annual Reviews Science.* – 1998. – V. 28. –P. 29 – 43.
3. Кульков С.Н., Губанов А.И. Исследование фазовых превращений при синтезе вольфрамата циркония *Известия вузов. Физика.* – Том 56. – № 12/2. – 2013 г. – С. 151 – 155.
4. Nishiyama, S., Hayashi, T., and Hattori, T., Synthesis of ZrW_2O_8 by quick cooling and measurement of negative thermal expansion of the sintered bodies, *Journal of Alloys and Compounds*, 417(1-2), p. 187-189, 2006.
5. Kameswari, U., Sleight, A.W., and Evans, J.S.O., Rapid synthesis of ZrW_2O_8 and related phases, and structure refinement of ZrW_2MoO_8 , *International Journal of Inorganic Materials*, 2(4), p. 333-337, 2000.
6. Chen, J.C., Huang, G.C., Hu, C., and Weng, J.P., Synthesis of negative-thermal-expansion ZrW_2O_8 substrates, *Scripta Materialia*, 49(3), p. 261-266, 2003.
7. Nishiyama, S., Hayashi, T., and Hattori, T., Synthesis of ZrW_2O_8 by quick cooling and measurement of negative thermal expansion of the sintered bodies, *Journal of Alloys and Compounds*, 417(1-2), p. 187-189, 2006.

ПОЛУЧЕНИЕ НИТРИДА ТАНТАЛА СЖИГАНИЕМ СМЕСИ НАНОПОРОШКА АЛЮМИНИЯ С ПЕНТАОКСИДОМ ТАНТАЛА В ВОЗДУХЕ

С.В. ИВАХНЮК

Научный руководитель: профессор А.П. Ильин
Томский политехнический университет
ivakhnyuk-sofya@mail.ru

RECEIVING TANTALUM NITRIDE COMBUSTION OF THE MIXTURE OF ALUMINUM NANOPOWDER WITH TANTALUM PENTOXIDE IN THE AIR

S.V. IVAKHNYUK

Scientific Supervisor: Professor A.P. Ilyin
Tomsk Polytechnic University
ivakhnyuk-sofya@mail.ru

Abstract. *A new method for the synthesis of nitrides of group III-VI, it is now important because the data nitrides, and nitrides of other metals commonly used in industry. To perform qualitative and quantitative phase analysis using X-ray analysis (DRON-M3). In combustion products NP Al mixes samples of tantalum oxide Ta_2O_5 following compounds were discovered, Ta_2N , $AlTaO_4$, Al_2O_3 . The purpose of this study was to find the composition of aluminum nanopowder mixtures with tantalum oxide (Ta_2O_5), which when burned in air output corresponding nitrides was maximal.*

В настоящее время предъявляются высокие требования к материалам: они должны выдерживать эксплуатацию при высоких температурах и давлениях, быть устойчивыми в химически агрессивных средах. Среди керамических материалов особое внимание привлекают нитриды III–VI групп Периодической системы. Известно, что керамика на основе нитрида алюминия характеризуется высокой теплопроводностью (280 Вт/м·К), сравнимой с теплопроводностью металлического серебра; в то же время AlN является хорошим диэлектриком ($\rho \nu < 10^{13}$ Ом·м) и имеет достаточно высокую твердость (12 ГПа). AlN не смачивается многими жидкими металлами: алюминием, галлием и др., поэтому из алюмонитридной керамики изготавливают оборудование для производства алюминия и его сплавов [1]. Керамика на основе нитрида тантала представляет интерес в различных областях науки и техники: для радиофизики, электроники, микроэлектроники, для металлообработки в машиностроении и т. д. Получение нитрида тантала осуществляется различными способами: электролитический, плазмохимический, самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) и др., которые имеют ряд недостатков связанных с необходимостью использования сложного оборудования и высокого давления в процессе синтеза покрытий. При этом, также необходим азот высокой чистоты. Продукты синтеза представляют собой плотно спечённые материалы, поэтому их обычно измельчают в шаровых мельницах. Все это приводит к высоким энергозатратам. Разрабатываемый в Томском политехническом университете синтез нитридосодержащих керамических порошков сжиганием в воздухе порошкообразных металлов [3, 4] имеет ряд преимуществ, в сравнении с промышленными способами и СВС: низкие энергозатраты, отсутствие необходимости в сложном оборудовании [5], наличие плавно меняющихся слоёв между различными кристаллическими фазами. При сжигании нанопорошков значительная часть (до 90%) продуктов синтеза имеет субмикронные размеры. Недавно установленное явление связывания азота воздуха при горении порошкообразных металлов [6] открывает широкие возможности синтеза керамических нитридсодержащих материалов для промышленного производства. При горении нанопорошка (НП) алюминия наблюдаются две стадии, различающиеся по температуре: низкотемпературная (1000...1200 °С) и высокотемпературная (2200...2400 °С), сопровождающаяся относительно небольшими колебаниями температуры.

В качестве объектов исследования использовались грубодисперсные порошки оксида тантала (Ta_2O_5) марки «чда», а также нанопорошок алюминия (НПАл), полученный с помощью электрического взрыва проводников в аргоне. НП были получены на опытно-промышленной установке УДП-4Г, принципиальная схема которой показана на рис. 1, НИИ высоких напряжений Томского политехнического университета. Взрываема проволока с помощью механизма подачи – 3 непрерывно движется во взрывную камеру – 9. В это время происходит зарядка емкостного накопителя – 2 от источника питания – 1. При достижении провололочкой пробивного зазора происходит взрыв отрезка проволоки – 4. Образующийся аэрозоль с помощью вентилятора – 8 поступает в накопитель – 7, где НП отделяется от аргона. Рабочее напряжение, подаваемое на проводник, регулируется с помощью коммутатора – 6. Частота взрывов составляет около 1 Гц. Производительность установки для Al составляет 50 г/ч.

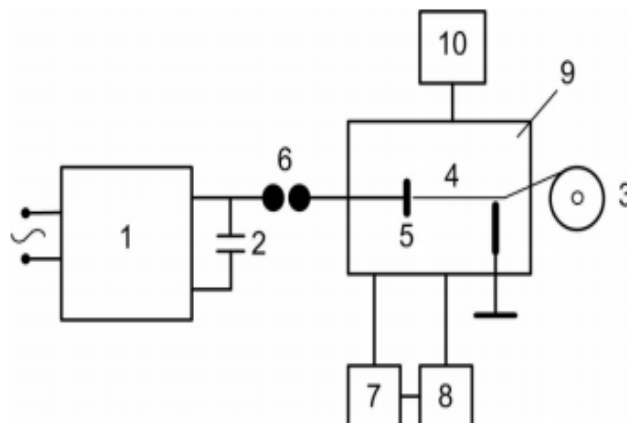


Рисунок 1 - Принципиальная схема установки УДП-4Г для производства нанопорошков методом ЭВП: 1 –источник питания; 2 – накопитель энергии; 3 – механизм подачи проволоки; 4 – взрывае́мый проводник; 5 – высоковольтный электрод; 6 – коммутатор; 7 – накопитель нанопорошка; 8 – вентилятор; 9 – взрывная камера; 10 – система газового снабжения

Навески нанопорошка алюминия и оксида тантала (V) смешиваются в боксе на кальке с использованием пробки, обернутой в кальку, так как неизвестны характеристики смесей, связанных с трением. Смешивание проводится до тех пор, пока не исчезнет неравномерность в окраске смеси. Всего приготовлено 4 образца соотношения $Ta_2O_5:Al=2:1;3:1;4:1;5:1$. Для определения фазового состава промежуточных продуктов горения их подвергали рентгенофазовому анализу (РФА) (ДРОН-3М). Присутствующие фазы были определены с помощью картотеки JCPDS-ICDD.

Для изучения промежуточных продуктов горения исследуемых смесей их зажигали на воздухе. Полученные спеки дезагрегировали и просеивали через сито с размером отверстий 63 мкм. Согласно рентгенофазовому анализу (рис. 3) в состав промежуточных продуктов горения исследуемых смесей входят Ta_2O_5 , Ta_2N , $AlTaO_4$, Al_2O_3 .

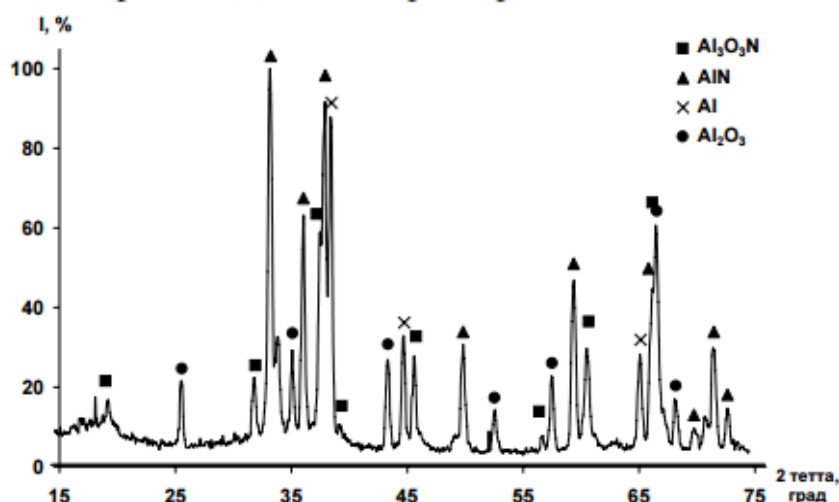


Рисунок 2 – Рентгенограмма продуктов сгорания в воздухе НП алюминия

Фазовый состав промежуточных продуктов горения аналогичен составу продуктов сгорания НП алюминия, но 100 %-ный рефлекс принадлежит фазе нитрида

тантала. Соотношение $Ta_2O_5:Al$ для промежуточных продуктов горения равно 4,0:1,0.

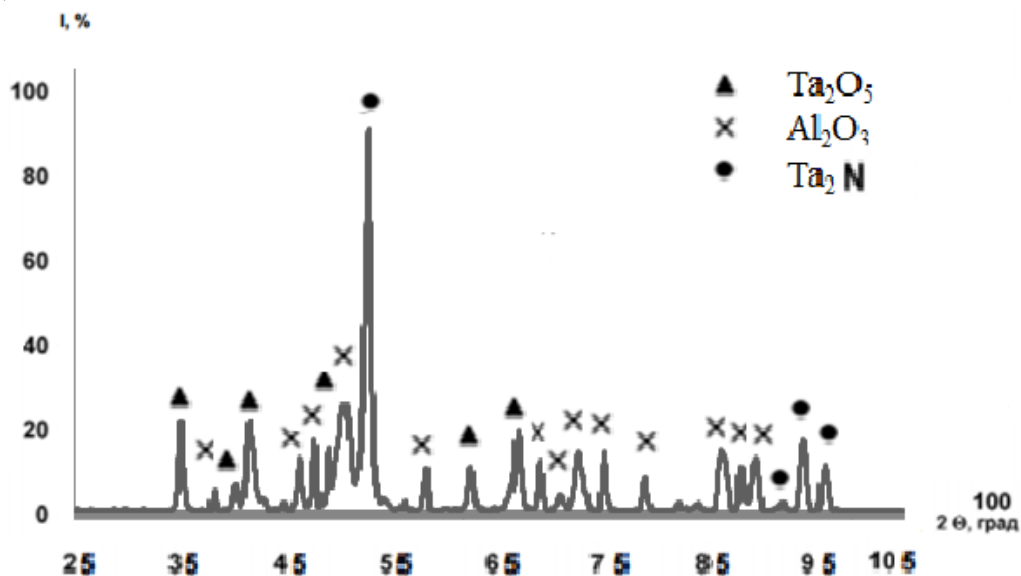


Рисунок – 3 Рентгенограмма промежуточных продуктов горения в воздухе НП алюминия

Состав продуктов сгорания изменялся в зависимости от содержания НПAl в образце. Так, нитрид тантала обнаруживается при содержании НП Al 11% масс. и более, а нитрид алюминия при 33% и выше.

Выводы

1. Впервые синтезирован нитрид тантала (Ta_2N) при горении в воздухе смесей НПAl с оксидом тантала Ta_2O_5 .
2. Выход нитрида тантала Ta_2N максимален при содержании в исходной смеси 30-35% НПAl.

Список литературы

1. Амелькович Ю.А., Ильина А.П. Получение нитридосодержащих керамических продуктов сгорания смесей нанопорошка алюминия с диоксидами титана и циркония в воздухе // Известия ТПУ. – 2008. – Т. 313. – № 3. – С. 14–18
2. Григорович В.К., Шефтель Е.Н.. Дисперсионное упрочнение тугоплавких металлов. – М.: Наука, 1980. – 305 с.
3. Ильин А.П., Проскуровская Л.Т. Двухстадийное горение ультрадисперсного порошка алюминия на воздухе // Физика горения и взрыва. – 1990. –Т. 26. – № 2. – С. 71–74.
4. Толбанова Л.О. Синтез керамических и нитридосодержащих материалов сжиганием в воздухе смесей нанопорошка алюминия с нанопорошками W и Mo и порошком Cr: Дис. канд. тех. наук. – Томск, 2007. – 222 с.
5. Химия синтеза сжиганием: пер. с яп. / Под ред. М. Коидзуми. – М.: Мир, 1998. – 247 с. 6. Назаренко О.Б. Электровзрывные нанопорошки: получение, свойства, применение. – Томск: Изд-во ТГУ, 2005. – 148 с.
6. Тихонов Д.В. Электровзрывное получение ультрадисперсных порошков сложного состава: Дис. канд. тех. наук. – Томск, 2000. – 237 с.

7. Хабас Т.А., Мельников А.Г., Ильин А.П. Синтез керамических материалов на основе оксидов магния и алюминия в режиме горения // Огнеупоры и техническая керамика. –2003. – № 11. – С. 14–19

СИНТЕЗ ПОКРЫТИЙ TiAlSiN ВАКУУМНО-ДУГОВЫМ МЕТОДОМ И ИХ ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

А. КУРЕНБАЙ¹, И.М. ГОНЧАРЕНКО^{1,2}

¹ Томский политехнический университет

² Институт сильноточной электроники СО РАН

E-mail: maral_sweet@mail.ru

SYNTHESIS OF TiAlSiN COATINGS BY VACUUM ARC METHOD AND THEIR MAIN CHARACTERISTICS

A. KURENBAI¹, I.M. GONCHARENKO^{1,2}

¹ Tomsk Polytechnic University

² Institute of High Current Electronics

E-mail: maral_sweet@mail.ru

Annotation. Comparative study of morphology and main physico-mechanical characteristics of multi-component wear-resistant coatings of the composition Ti-Al-Si-N, obtained by vacuum arc sputtering a single composite cathode in the two systems of transportation of the plasma stream. Determined the hardness, thickness, morphology of the surfaces. A comparison of adhesive strength with the elastic-plastic parameters of the coatings.

Введение

В современной технике твердые защитные покрытия на основе нитридов, карбидов и боридов переходных металлов достаточно бурно и широко внедряются в различные сферы машиностроения. Данный класс материалов необходим для решения задач связанных с повышением значений физических, химических, механических и трибологических характеристик изделий при переходе к новым более жестким условиям работы. Еще совсем недавно в промышленности было известно только одно покрытие – нитрид титана (TiN), которое, в основном, предназначалось для упрочнения режущего инструмента. Обладая высокой твердостью ($H \sim 20$ ГПа), данное покрытие, однако, из-за склонности к окислению на воздухе и старению, имеет ограничения по диапазону рабочих температур для деталей и инструмента. Верхняя граница его работоспособности не превышает 550 °С. В современных условиях покрытия представляют интерес не только для защиты инструмента, но и для увеличения ресурса газовых турбин, клапанов двигателей, деталей авиастроения и т.д. Одним из направлений решения этой проблемы является разработка многокомпонентных покрытий на основе нитрида титана. Из литературных источников известно, что введение в качестве легирующих добавок алюминия, хрома, бора и кремния в состав такого покрытия позволяет значительно расширить диапазон его применения [1-3]. Например, сравнительно недавно освоено получение наноструктурных покрытий системы Ti-Al-Si-N [4-6]. Большая заинтересованность в применении покрытий данной системы вызвана, прежде всего, их термической стабильностью и стойкостью к окислению при температурах до 800-900 °С. При этом материал покрытий