

**КЕРАМИКА TiN/Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> ПОЛУЧЕННАЯ МЕТОДОМ SPS**А.И. Усиков, Д.Ю. Герасимов, А.А. Евдокимов

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

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: trius.strannik@gmail.com

**SPS CERAMICS TiN/Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>**A.I. Usikov, D.Yu. Gerasimov, A.A. Evdokimov

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.A. Sivkov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: trius.strannik@gmail.com

*This report covers properties of ceramics produced in the system Ti-Si-N, by SPS. Hardness and fracture toughness were measured. In this research the raw material was produced by a direct synthesis in the hypersonic high-current electrical discharge plasma arc obtained using a coaxial magneto-plasma accelerator (CMPA). The phase composition of the raw material and the obtained ceramics were explored. Ceramics has the high mean value of hardness (about 20 GPa), the elastic modulus (about 333 GPa) and the fracture toughness (about  $K_{IC} = 9,03 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ).*

Материалы, полученные в системе Ti-Si-N, обладают рядом уникальных свойств: высокая твёрдость (до 50-60 ГПа [1, 2]), износостойкость, высокая температура плавления, коррозионная стойкость [3]. В настоящей работе рассматривается получение объемных керамических образцов, путем компактирования порошкообразных материалов в системе Ti-Si-N, методом искрового плазменного спекания. Данная технология, на сегодняшний день, является одной из самых перспективных. В работе [4] показано, что композиционный объемный материал на основе Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-TiN получен методом искрового плазменного спекания при температуре 1250-1300 °С. Композитный материал обладал твердостью 17,78 ГПа. Кроме того, в институте проблем материаловедения им. Францевича НАН Украины, получены объемные образцы на основе нанокompозита TiN-25%/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Компактирование осуществлялось при высоком давлении и электроразрядным спеканием. При этом твердость образцов достигала 24 ГПа, а коэффициент трещиностойкости 7,0 МПа·м<sup>1/2</sup>.

Исходный материал для получения объемного образца был получен ранее методом прямого плазмодинамического синтеза порошкообразных нанодисперсных фаз системы Ti-Si-N в гиперзвуковой импульсной струе электроразрядной плазмы сильноточного дугового разряда, получаемой с помощью коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ) [5]. Исходный материал имел размер частиц ниже 100 нм.

Образец получен на установке SPS 515S для проведения искрового плазменного спекания (ИПС). Процесс спекания основан на образовании электрических искровых разрядов на границе частиц спекаемого материала под действием импульсного электрического тока. При этом происходит частичное расплавление деформация границ частиц. Быстрый нагрев и малая продолжительность процесса

позволяет значительно сократить рост зерна, в отличие от метода горячего прессования. Компактирование порошкообразного материала осуществлялось при следующих параметрах: внутренний диаметр пресс-формы 15,0 мм; масса порошка в прессовке 3,0 г, величина усилия сжатия  $F = 5$  кН. Нагрев спекаемого образца производился со скоростью  $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$  с выдержкой при максимальной температуре  $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 5 минут.

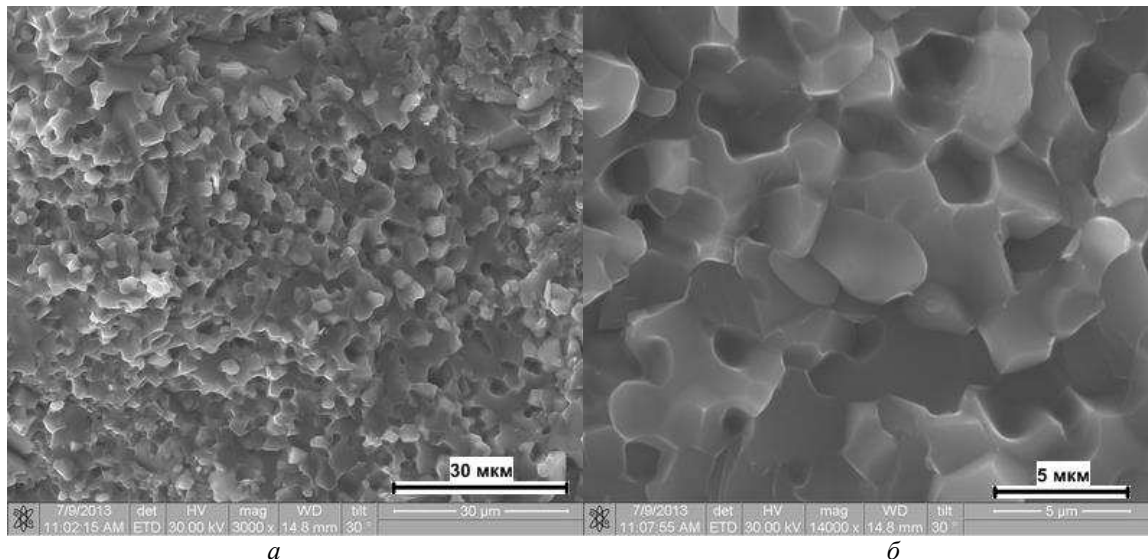


Рис. 1. Изображения, полученные на электронном сканирующем микроскопе

Полученный объёмный образец был подготовлен и исследован на сканирующем электронном микроскопе Quanta 200 3D. На рисунке 1 приведены микрофотографии структуры образца при увеличении X3000, рисунок 1, а), и X14000, рисунок 1, б). Визуализация микроснимка, рисунок 1, а), показывает о наличии небольших пор в структуре керамического образца.

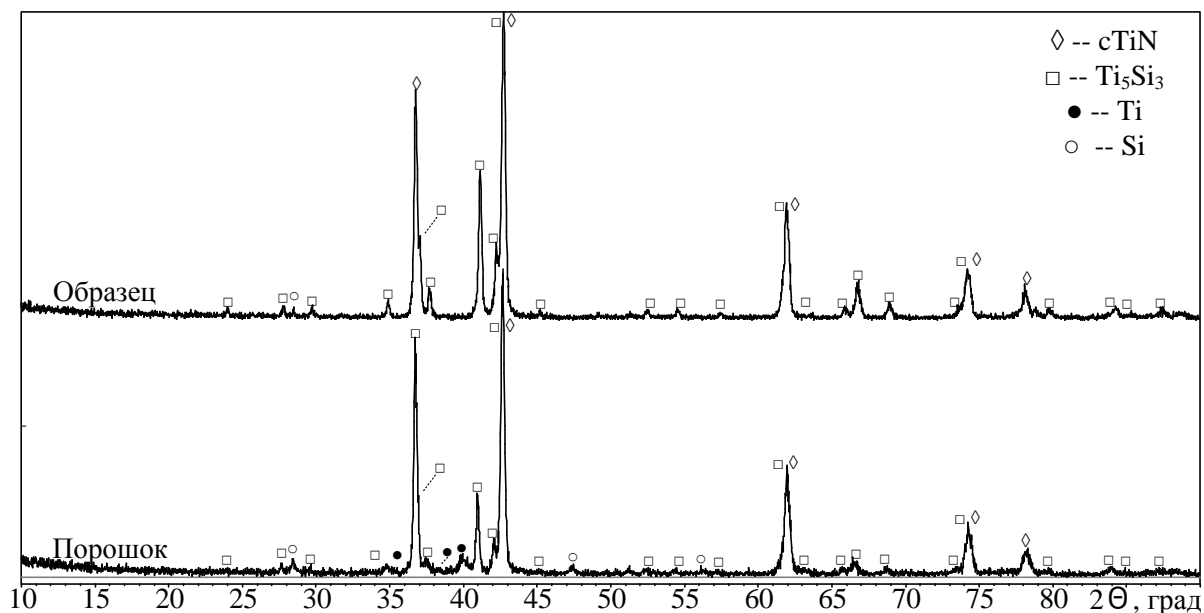


Рис. 2. XRD-спектр результатов экспериментов

Для сравнения фазового состава исходного материала и полученного объёмного образца были сняты картины рентгеновской дифракции, представленные на рисунке 2. С использованием рентгеновского дифрактометра Simadzu XRD 7000 ( $\text{Cu K}\alpha$ ). Процентный состав, полученный с помощью ПО

PowderCell 2.4 и базы структурных данных PDF4+, представлен в таблице 1. Размер ОКР, полученный для силицида титана составил 62 нм.

По данным рисунка 2 и таблицы 1 видно, что в спечённом образце концентрация силицида кремния увеличилась, за счёт реакции между кремнием, титаном и, возможно, разложения нитрида титана, с выделением газообразного азота.

Таблица 1. Данные фазового анализа порошкообразного материала и керамики на его основе

Фаза		Опыт	Порошок	Образец
cTiN	Содержание, %		66	60
Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub>			24	40
Si			4	--
Ti			6	--

Исследования физико-механических характеристик объемного образца проведены с использованием компьютеризированного комплекса Nanohardness tester. Измерения твердости, Н, ГПа, проведены при максимальной нагрузке на индентор Виккерса 300 мН. При этом было проведено несколько серий индентирования по разным радиусам отшлифованной поверхности образцов. Среднее значение твердости для образца, полученного в системе Ti-Si-N, -- 19,9 ГПа.

Модуль упругости измерялся одновременно с твердостью, E(r), ГПа, для полученного образца составил 333 ГПа. Кроме того, сравниваемые образцы были исследованы на трещиностойкость при нагрузке на индентор 5,0 кН. Коэффициент трещиностойкости для керамики, полученного из материала системы Ti-Si-N составил  $K_{IC} = 9,03 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ .

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Veprek Stan. The Search for novel, superhard materials // J. Vac. Sci. Technol. A. – 1999. – V.17. – № 5. – P. 2401–2420.
2. В.В. Кунченко, и др. Наноструктурные сверхтвердые nc-TiN/a-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> покрытия, полученные методом вакуумно-дугового осаждения // Вопросы атомной науки и техники. – 2006 г. – № 4. – С. 185–190.
3. Г.В. Самсонов, Л.А. Дворина, М.М. Рудь. Силициды. – М.: Металлургия, 1979. – 272 с.
4. Norhayati Ahmad, Hidekazu Sueyoshi. Properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-TiN composites fabricated by spark plasma sintering by using a mixture of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and Ti powders // Ceramics International 36. – 2010. – P. 491-496.
5. Пат. № 2459394 РФ. Н05Н 5/03. Коаксиальный магнитоплазменный ускоритель. / Сивков А.А., Герасимов Д.Ю., Евдокимов А.А. Заявлено: 06.12.2010, Опубл. 20.08.2012, Бюл.: №23.