

К.Э. Андраковская, М.Н. Каченюк
K.E. Andrakovskaya, M.N. Kachenuk

Пермский национальный исследовательский политехнический университет
Perm National Research Polytechnic University

КОНСОЛИДАЦИЯ КОМПОЗИЦИЙ НА ОСНОВЕ TiC МЕТОДОМ ПЛАЗМЕННО-ИСКРОВОГО СПЕКАНИЯ

CONSOLIDATION COMPOSITIONS BASED ON TiC BY SPARK PLASMA SINTERING

Показана зависимость плотности спеченного материала от температуры режима плазменно-искрового спекания и исходного состава шихты. Представлены результаты проведенных режимов, сделан вывод о целесообразности применения метода плазменно-искрового спекания для консолидации порошков на основе карбида титана TiC.

Showed the dependence of density the sintered temperature regime of spark plasma sintering and the initial composition of the charge. Presented the results of the regimes, concluded the feasibility of applying the method of spark plasma sintering powders for consolidation based on titanium carbide TiC.

Ключевые слова: плазменно-искровое спекание, карбид титана, плотность, усадка, консолидация.

Keywords: spark plasma sintering, titanium carbide, density, shrinkage, consolidation.

Плазменно-искровое спекание (ПИС) является наиболее современной техникой спекания под давлением и применяется многими исследователями с 2000 г. [1, 2]. Принцип ПИС заключается в совместном воздействии на порошковый материал импульсного постоянного тока и механического давления (рис. 1). Материал в зоне воздействия разогревается до очень высоких температур, вплоть до плазменного состояния.

Консолидацию порошков проводили на установке Dr. Synter SPS-1050b (SPS Syntex, Япония) в графитовой пресс-форме с молибденовой обечайкой при температуре 1100–1400 °С, давлении 30 МПа, изотермической выдержке 5 мин. Средняя скорость нагрева составляла 80 °С/мин. Величина тока для образцов диаметром 20 мм составляла 1100–1300 А в зависимости от конечной температуры спекания.

Спеченные образцы взвешивали на аналитических весах ВЛА-200. Плотность образцов определяли гидростатическим взвешиванием по стандартной методике [3].

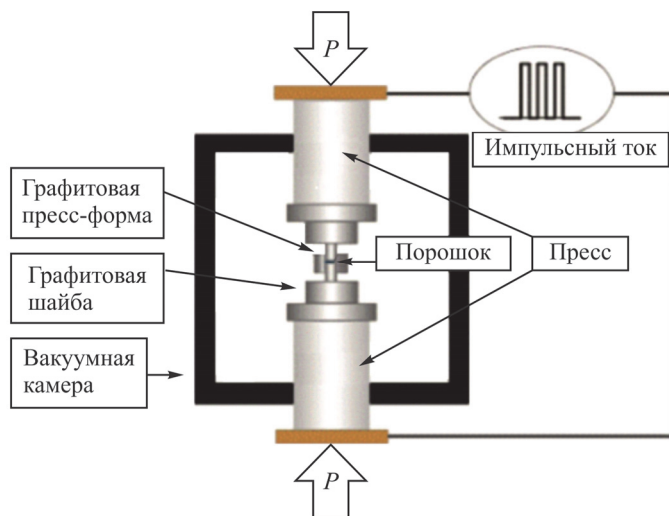


Рис. 1. Схема установки для плазменно-искрового спекания

Из графика на рис. 2 видно, что при увеличении тока происходит увеличение температуры оснастки. С увеличением температуры изменяется усадка образца. В начале режима происходит расширение пресс-формы. Далее при определенной температуре расширение сменяется усадкой, что связано с уплотнением материала. Во время выдержки изменение высоты образца отсутствует, поскольку соответствующий участок усадки горизонтален. После окончания режима, в то время как образец охлаждается, усадка начинает расти за счет термического сжатия.

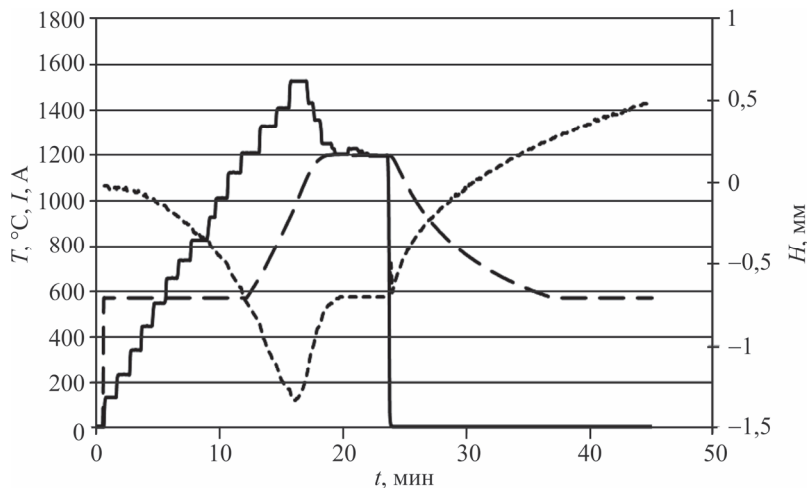


Рис. 2. Зависимость тока и усадки от времени при плазменно-искровом спекании TiC при температуре 1200 °C: — I; --- T; ---- h

При извлечении образцов на основе карбида титана без добавок из оснастки все они растрескиваются (рис. 3, а), что говорит о слабой связи между частицами (табл. 1).

Таблица 1

Результаты исследования спеченных образцов чистого TiC

№ п/п	Состав	$t, ^\circ\text{C}$	$\Delta h, \text{мм}$	$\rho, \text{г/см}^3$	$V, \%$	$P_o, \%$	$P, \%$	$P_z, \%$
1	TiC _{0,7}	1100	1,66	3,8	4,63	17,6	23	5,4
2	TiC _{0,7}	1200	1,67	4,0	3,5	14	18,9	4,9
3	TiC _{0,7}	1300	2,4	4,46	1,14	5,12	9,6	4,5
4	TiC _{0,7}	1400	2,84	4,4	1,29	5,67	10,8	5,1

Примечание: ρ – плотность, г/см³; V – водопоглощение, %; P_o – открытая пористость, %; P – пористость, %; P_z – закрытая пористость, %.

Таким образом, при исследованных температурах спекания методом ПИС невозможно получить материал на основе чистого карбида титана. На рис. 4 можно проследить, как изменялась плотность TiC, спеченного в интервале температур 1100–1400 °С.

Из графика зависимости плотности от температуры спекания следует, что до 1300 °С происходит увеличение плотности, но при дальнейшем увеличении температуры плотность не растет.

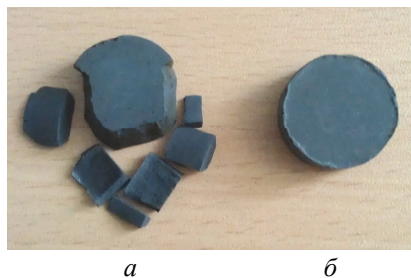


Рис. 3. Спеченные образцы: а – TiC без добавок; б – TiC+10%SiC

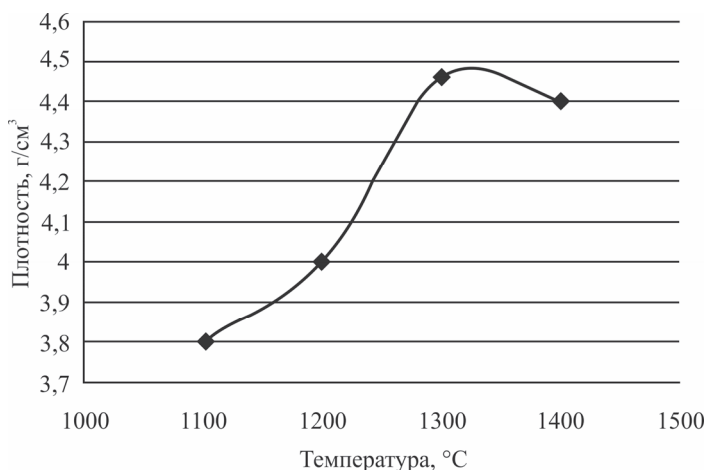


Рис. 4. Зависимость плотности от температуры при плазменно-искровом спекании TiC

Результаты исследования спеченного образца карбида титана с добавлением 6 % никеля ($\text{TiC}_{0,7}+6\%\text{Ni}$):

$t, ^\circ\text{C}$	$\Delta h, \text{мм}$	$\rho, \text{г/см}^3$	$V, \%$	$P_0, \%$	$P, \%$	$P_3, \%$
1400	2,7	5,04	0,3	5,12	9,6	4,5

Добавка никеля в порошковую смесь способствует небольшому уплотнению материала, образец так же растрескивается при извлечении из молибденовой обечайки, хотя и в меньшей степени.

Добавка SiC в порошковую смесь влияет на температурный интервал усадки материала, значительно упрочняет связи между частицами карбида титана в спеченном образце – образцы сохраняют форму после извлечения из пресс-формы (рис. 3, б), но несколько уменьшает плотность. Влияние добавки на пористость материала не наблюдается, пористость остается на уровне 16–19 % для температуры 1100 °C и 14–16 % для 1200 °C (табл. 2).

Таблица 2

Результаты исследования спеченных образцов карбида титана с добавлением 10 и 20 % карбида кремния

№ п/п	Состав	$t, ^\circ\text{C}$	$\Delta h, \text{мм}$	$\rho, \text{г/см}^3$	$V, \%$	$P_0, \%$	$P, \%$	$P_3, \%$
1	$\text{TiC}_{0,7}+10\%\text{SiC}$	1100	1,1	3,64	4,54	16,54	22,4	5,86
2	$\text{TiC}_{0,7}+10\%\text{SiC}$	1100	1,25	3,59	5,2	18,7	23,2	4,5
3	$\text{TiC}_{0,7}+10\%\text{SiC}$	1200	-	3,74	4,0	15,0	19,3	4,3
4	$\text{TiC}_{0,7}+10\%\text{SiC}$	1300	1,94	4,06	2,9	11,8	12,3	0,5
5	$\text{TiC}_{0,7}+20\%\text{SiC}$	1100	1,11	3,4	5,83	19,2	23,6	4,4
6	$\text{TiC}_{0,7}+20\%\text{SiC}$	1200	1,66	3,55	4,65	16,51	21,46	4,95

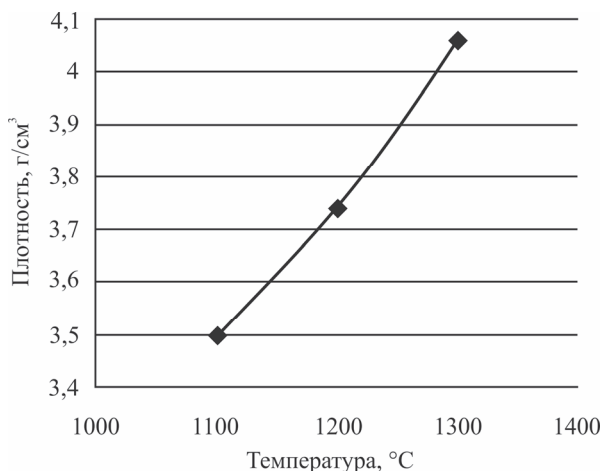


Рис. 5. Зависимость плотности от температуры при плазменно-искровом спекании $\text{TiC}+10\%\text{SiC}$

На рис. 5 можно увидеть, как изменяется плотность компактного материала в интервале температур 1100–1300 °С.

При повышении температуры ПИС плотность материала растет до некоторого предела. Добавление никеля позволяет несколько повысить прочность материала на основе карбида титана. При увеличении содержания карбида кремния снижается абсолютная плотность, а пористость остается неизменной. Для получения материала на основе карбида титана методом ПИС необходимо использовать спекающие добавки.

Список литературы

1. Effect of starting powders on the sintering of nanostructured ZrO₂ ceramics by colloidal processing / G. Suárez, Y. Sakka, T.S. Suzuki [et al.] // Science and Technology of Advanced Mater. – 2009. – Vol. 10, № 2. – P. 68–76.

2. Preparation of nanocrystalline BaTiO₃ ceramics / X.Y. Deng, D.J. Li, J.B. Li [et al.] // Science in China. Ser. E: Technological Sciences. – 2009. – Vol. 52, № 6. – P. 1730–1734.

3. ГОСТ 18847–84. Методы определения водопоглощения, кажущейся плотности и открытой пористости зернистых материалов. – М.: Изд-во стандартов, 2004. – 6 с.

Получено 7.10.2014

Андраковская Ксения Эдуардовна – магистрант, ПНИПУ, МТФ, гр. МТН-13м, e-mail: andrakovi4@yandex.ru.

Каченюк Максим Николаевич – кандидат технических наук, доцент, ПНИПУ, МТФ, e-mail: maxx@pm.pstu.ac.ru.