

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО”
ІНЖЕНЕРНО-ФІЗИЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ

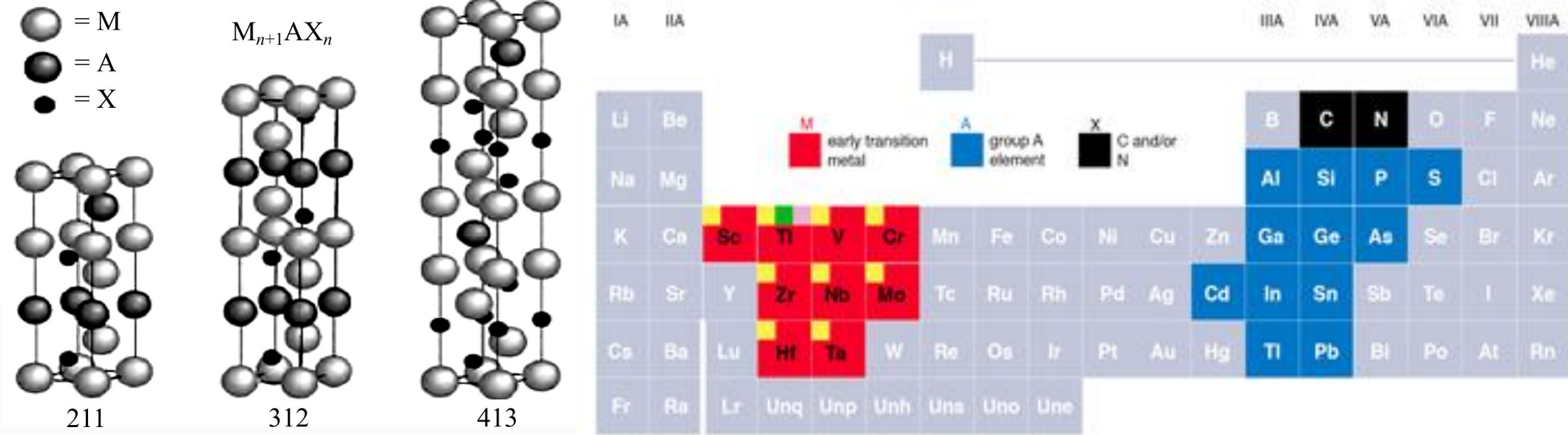
Тема роботи

«Вплив технології синтезу на структуру та
властивості металокерамічного композиту
 Ti_3SiC_2 »

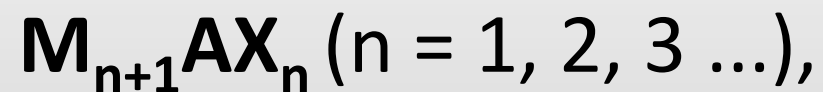
Виконав: студент гр. ФН-61м Глухоєдов Р.С.

Керівник: к.т.н. Биба Є. Г.

Київ - 2018

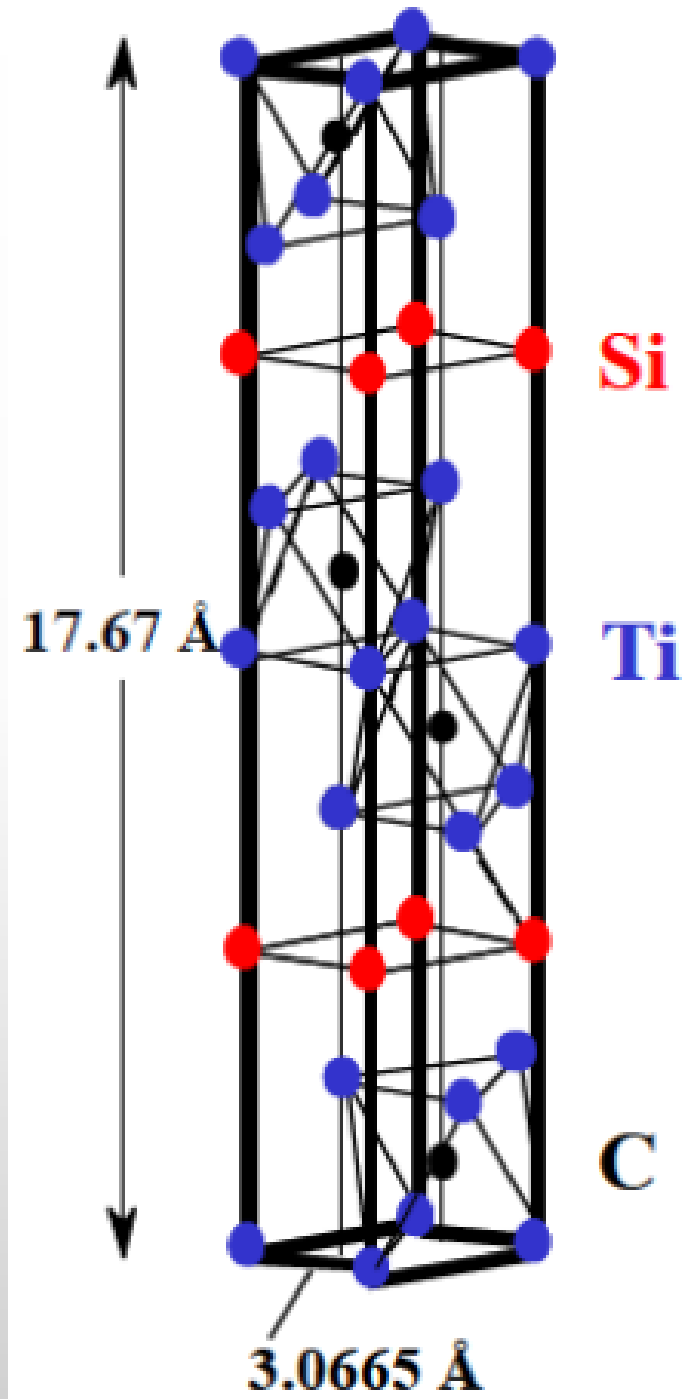


Матеріал Ti_3SiC_2 належить до класу MAX-матеріалів, які мають унікальні властивості за рахунок своєї кристалічної будови. MAX-фази є сімейством потрійних шаруватих з'єднань з формальної стехіометрією



де **M** - перехідний d-метал; **A** – p-елемент (наприклад, Si, Ge, Al, S, Sn і ін.); **X** - вуглець або азот.

Сполука Ti_3SiC_2 має унікальні характеристики, що поєднують в собі переваги металів та кераміки. Цей матеріал має значні перспективи для використання в багатьох структурних та високотемпературних областях, а також для захисту від зношування та захисту від корозії при використанні його як покриття.

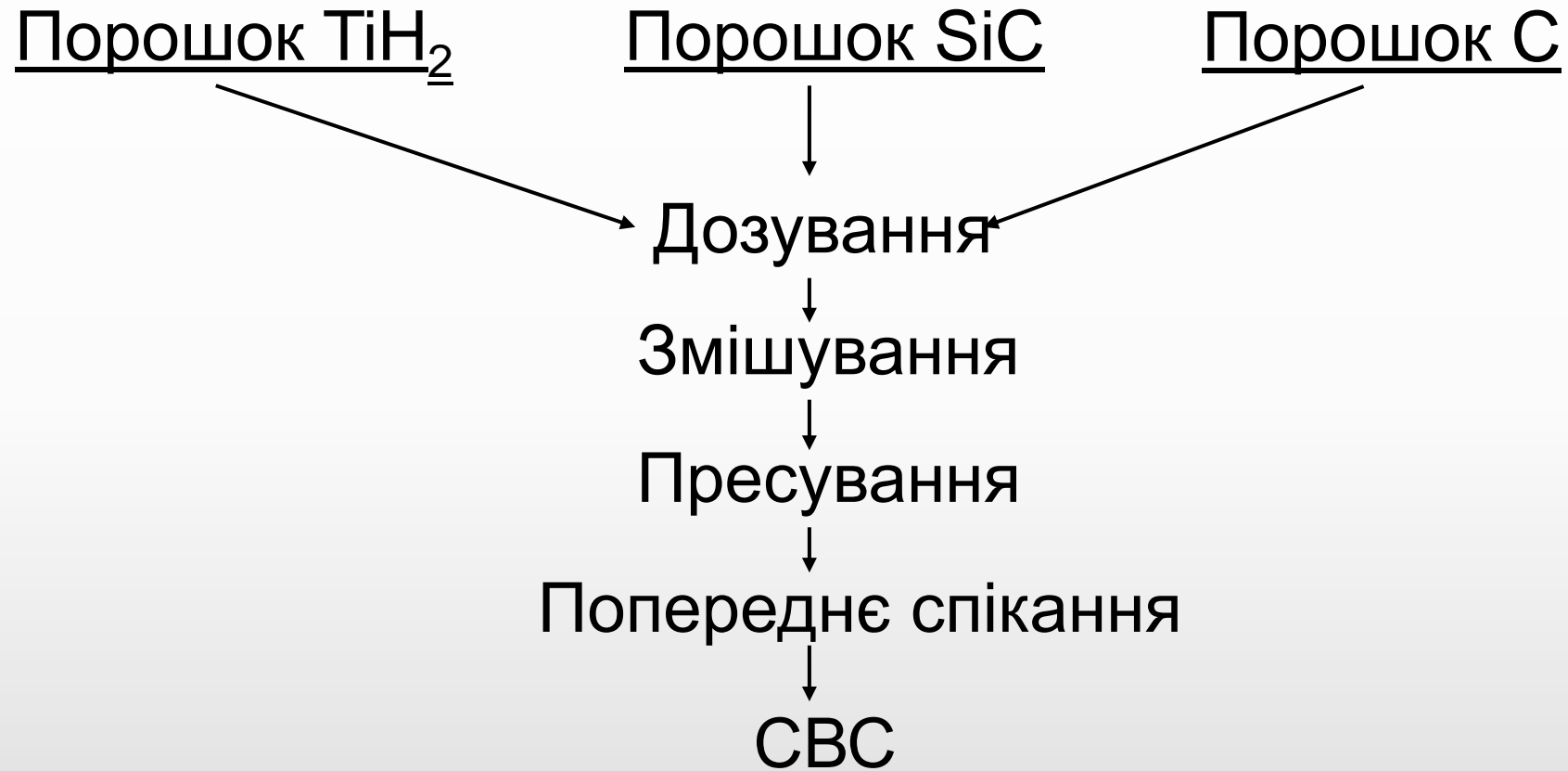


Метою роботи є дослідження впливу технології синтезу на формування структури і властивостей металокерамічного композиту Ti_3SiC_2 .

Для досягнення поставленої мети на першому етапі роботи необхідно було вирішити наступні задачі:

1. Підготувати суміш з порошків TiH_2 , SiC та C (сажі).
2. Сформуванати пресовки з отриманої суміші.
3. Провести попереднє спікання заготовок для видалення водню з порошку гідриду титану, після цього активувати процес СВС в пресовках.
4. Дослідити вплив часу витримки після проходження процесу СВС на формування структури та фізико-механічних властивостей отриманого композиту.

Технологічна схема одержання композиту Ti_3SiC_2 методом СВ

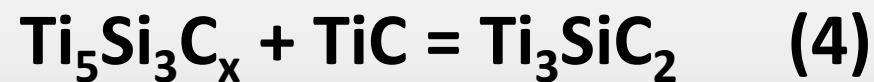
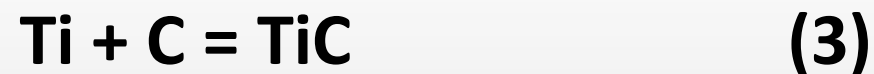


Вихідний порошок – суміш TiH_2 , SiC та C в мольному співвідношенні 2,8:1:0,8

Для реакцій, що відображають процес утворення композиту Ti_3SiC_2 , було розраховано енергію Гіббса.

Вільна енергія Гіббса, розрахована для $T = 680\text{ }^\circ\text{C}$ та $T =$

Речовина	Стандартна ентальпія утворення, $\Delta H_{\text{утв.},298}^\circ$ Дж/моль	Ентропія, $S_{\text{утв.},298}^\circ$ Дж/(моль*К)	Вільна енергія Гіббса (при $T = 680\text{ }^\circ\text{C}$), $\Delta G_{\text{утв.}}$ Дж/(моль*К)	Вільна енергія Гіббса (при $T = 1250\text{ }^\circ\text{C}$), $\Delta G_{\text{утв.}}$ Дж/(моль*К)
Ti	0	30,6	-29070	-48960
H ₂	0	130,52	-123994	-208832
C	0	5,74	-5453	-9184
TiH ₂	-123400	29,75	-151662,5	-171000
SiC	-73000	31,6	-103020	-123560
TiC	-209000	24,7	-232465	-248520
Ti ₅ Si ₃ C _x	-579000	1,71	-580624,5	-581736
Ti ₃ SiC ₂	-547000	1,65	-548567,5	-549640



Вільна енергія Гіббса протікання реакцій при $T = 680\text{ }^\circ\text{C}$

Реакція	ΔG вихідних речовин, Дж/(моль*К)	ΔG продуктів реакції, Дж/(моль*К)	Різниця ΔG , Дж/(моль*К)
1	-108558	-134754	-26196
2	-94549	-415605	-321056
3	-24711	-166396	-141685
4	-174955	-392658	-217703

Вільна енергія Гіббса протікання реакцій при $T = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$

Реакція	ΔG вихідних речовин, Дж/(моль*К)	ΔG продуктів реакції, Дж/(моль*К)	Різниця ΔG , Дж/(моль*К)
3	-36340	-233700	-197360
4	-814410	-748650	65760

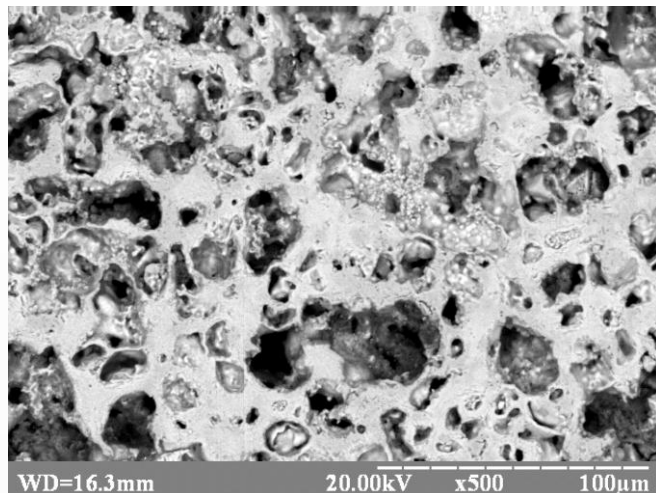
Вільна енергія Гіббса протікання реакцій при $T = 1350 \text{ }^\circ\text{C}$

Реакція	ΔG вихідних речовин, Дж/(моль*К)	ΔG продуктів реакції, Дж/(моль*К)	Різниця ΔG , Дж/(моль*К)
3	-35160	-239505	-204345
4	-828520	-878507	-49987

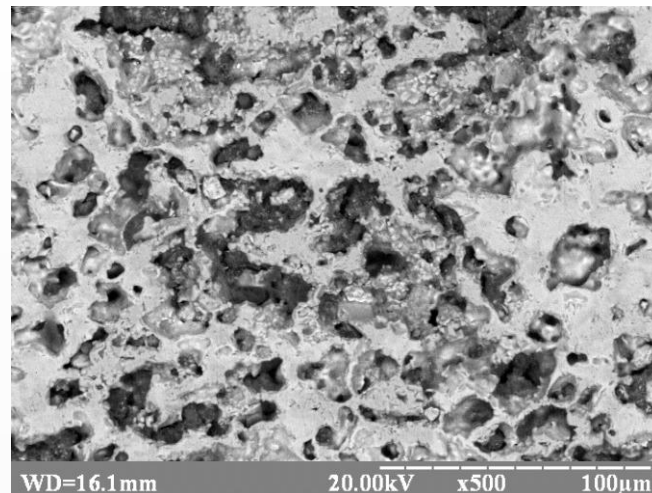
Вільна енергія Гіббса протікання реакцій при $T = 1800 \text{ }^\circ\text{C}$

Реакція	ΔG вихідних речовин, Дж/(моль*К)	ΔG продуктів реакції, Дж/(моль*К)	Різниця ΔG , Дж/(моль*К)
3	-65412	-348460	-283048
4	-1351479	-1397304	-45825

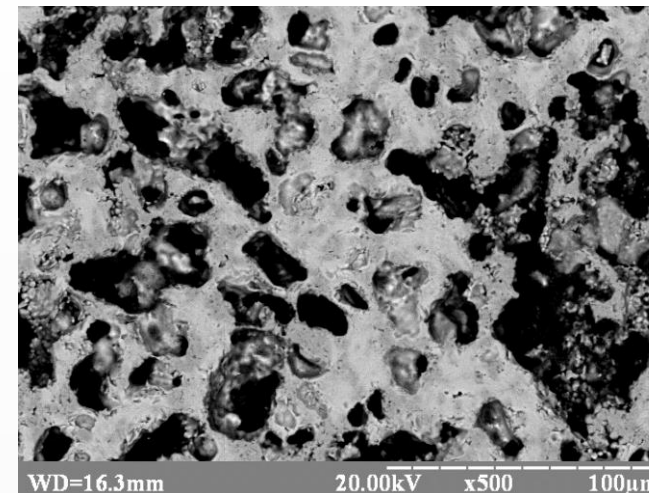
Мікроструктури отриманих зразків після проходження СВС



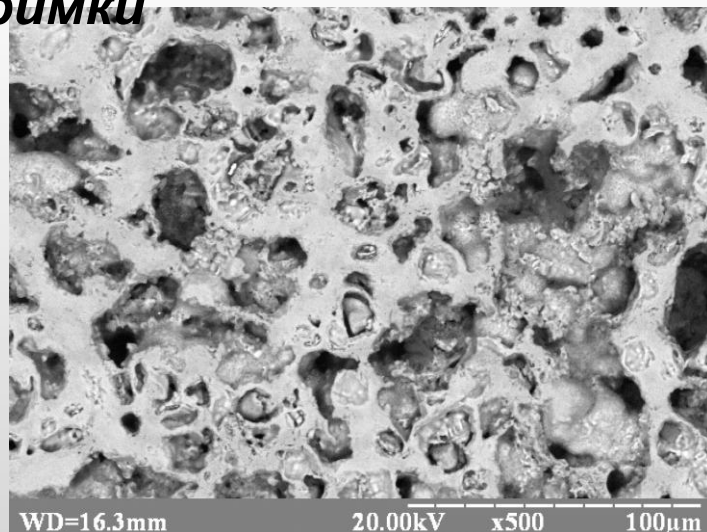
**без
витримки**



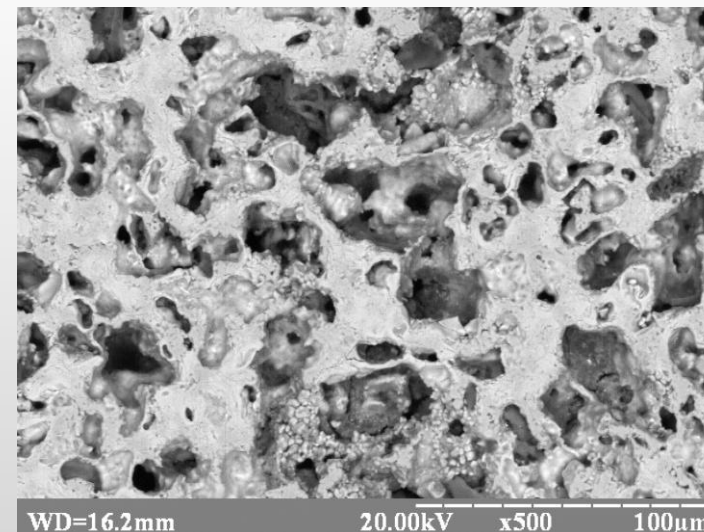
5 хв



10 хв

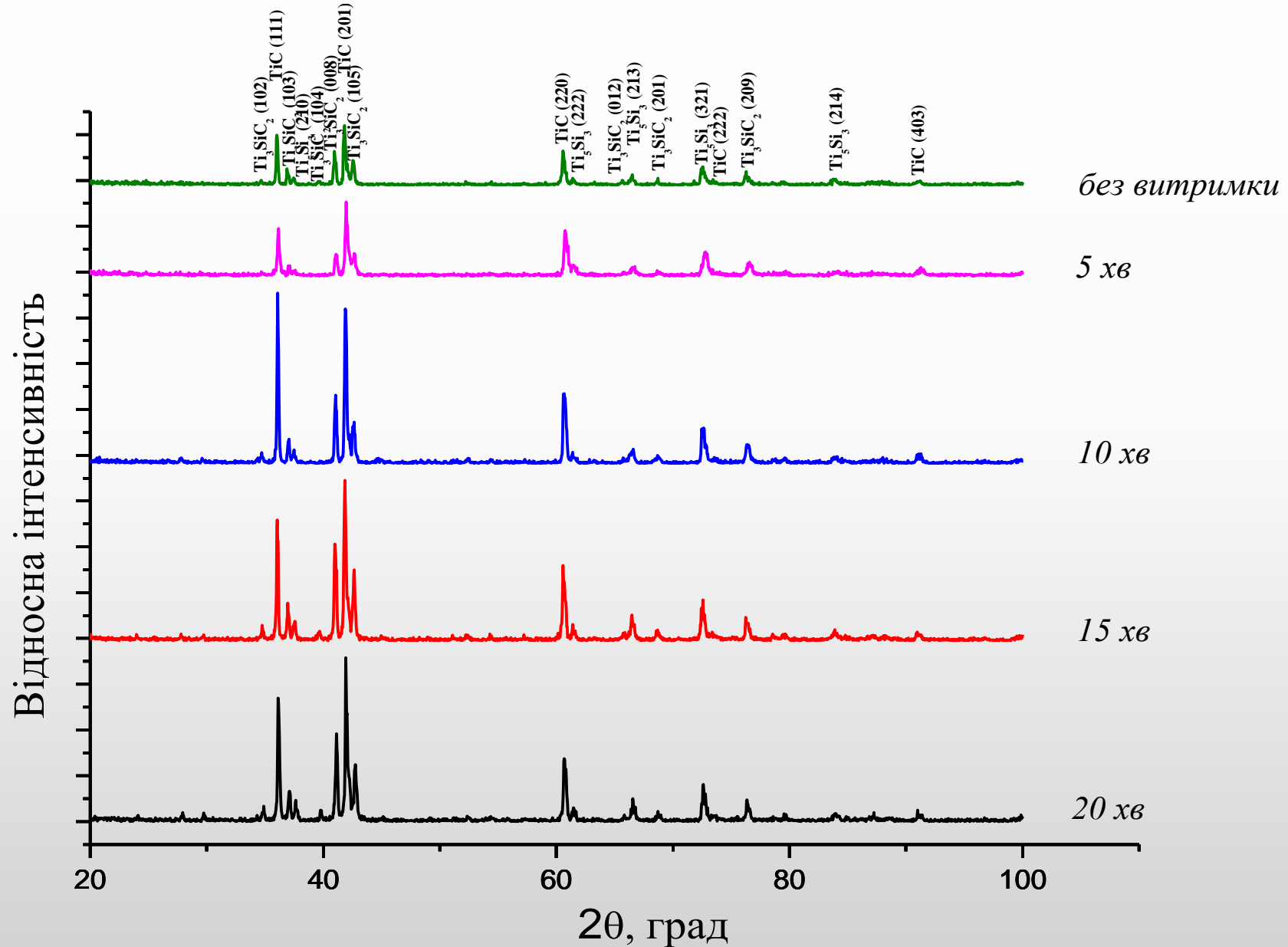


15 хв

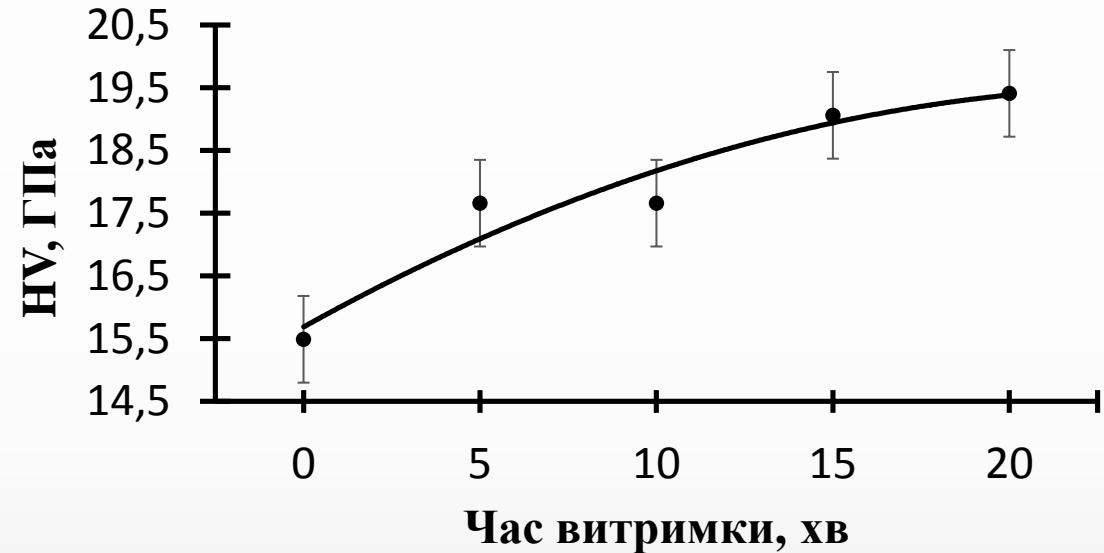
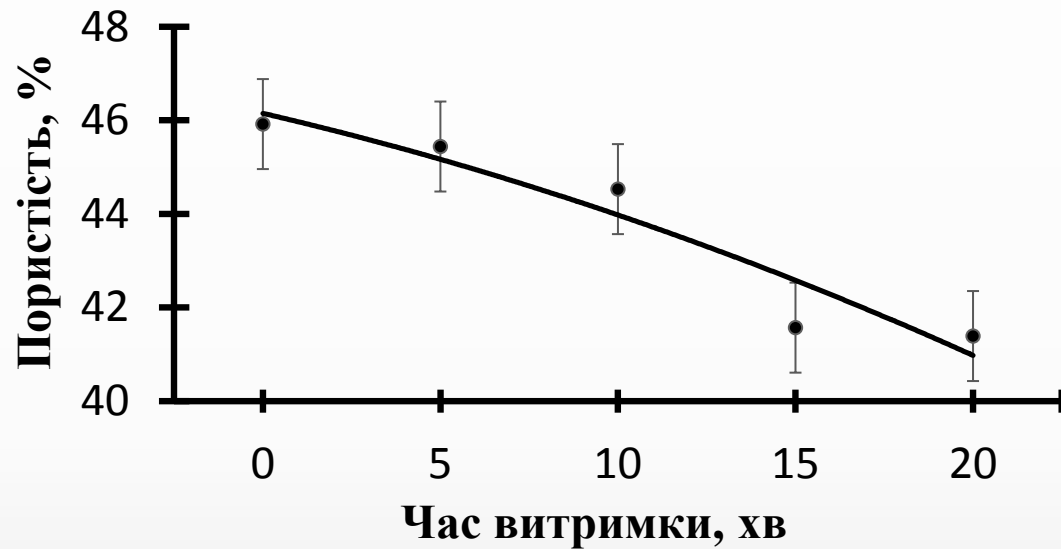


20 хв

Дифрактограми зразків з різним часом витримки після СВС



Вплив часу витримки після проходження процесу СВС на пористість, мікротвердість та межу міцності на стиск зразків



Час витримки після СВС, хв	$\sigma_b^{ст}$, МПа
0	53,50
5	57,32
10	67,52
15	89,17
20	97,32

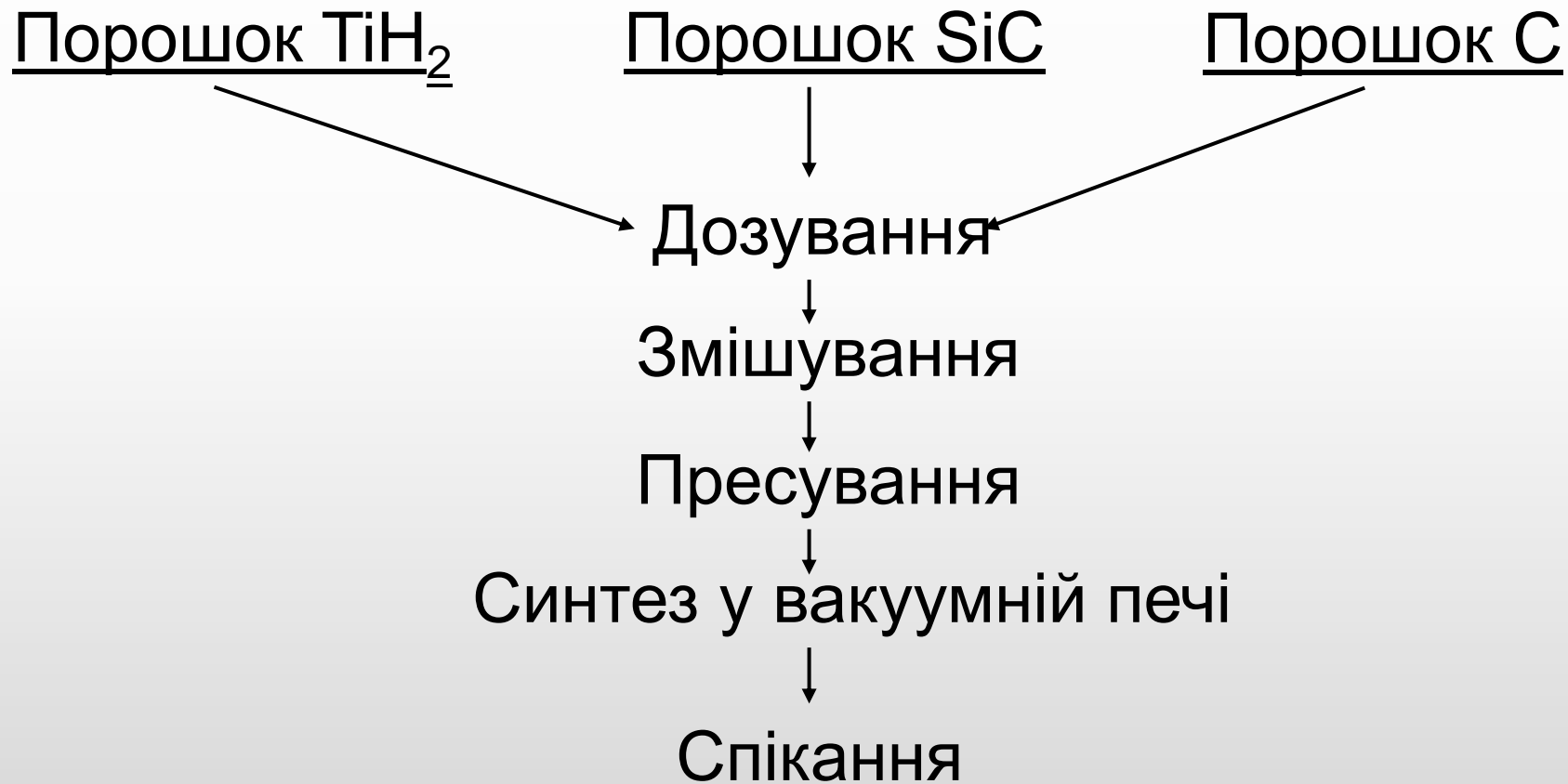
В результаті експериментів було синтезовано композит, що складався переважно з Ti_3SiC_2 та TiC , проте з достатньо високою пористістю – на рівні 40 %.

Тому далі було вирішено дослідити методи, за допомогою яких можна зменшити кінцеву пористість і отримати щільний зразок. Для цього було вирішено спочатку синтезувати матеріал Ti_3SiC_2 , який можна було б використовувати у подальших експериментах.

Перелік задач, які було поставлено для досягнення мети експерименту:

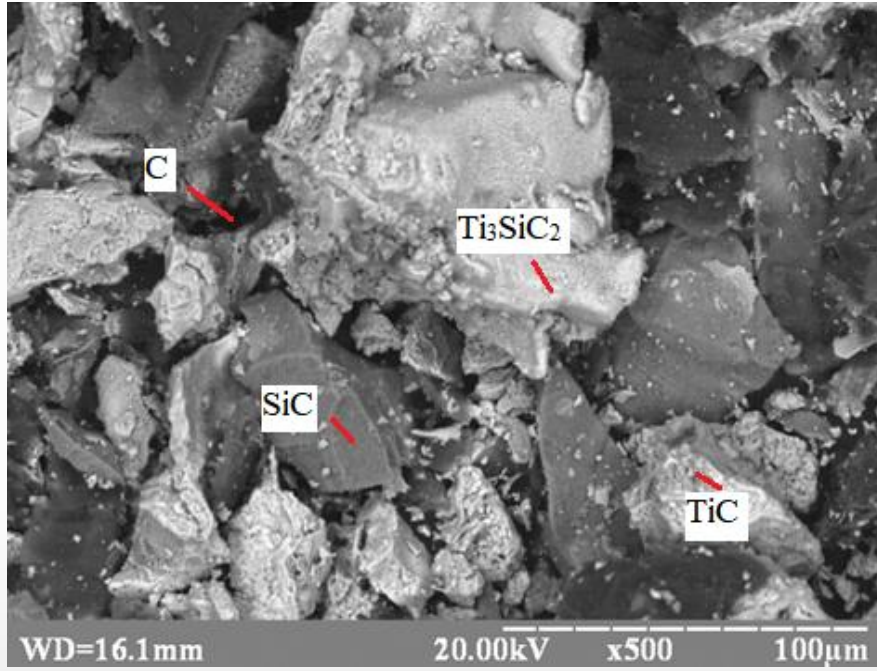
1. Підготувати суміш з порошків TiH_2 , SiC та C (графіту) в мольному співвідношенні 2,8:1:0,8.
2. Сформувати пресовки з отриманої суміші.
3. Синтезувати Ti_3SiC_2 у вакуумній електропечі.
4. Подрібнити спечені пресовки синтезованого матеріалу до порошку з середнім розміром частинок 160 мкм.
5. З отриманого порошку сформувати пресовки для подальшого спікання.
6. Провести спікання зразків трьома різними методами – електронно-променевим, іскро-плазмовим, у вакуумній електропечі.
7. Визначити фазовий склад отриманих зразків та дослідити вплив методу спікання на формування структури та фізико-механічних властивостей.

Технологічна схема одержання композиту Ti_3SiC_2 , що використовувалася в подальших дослідженнях

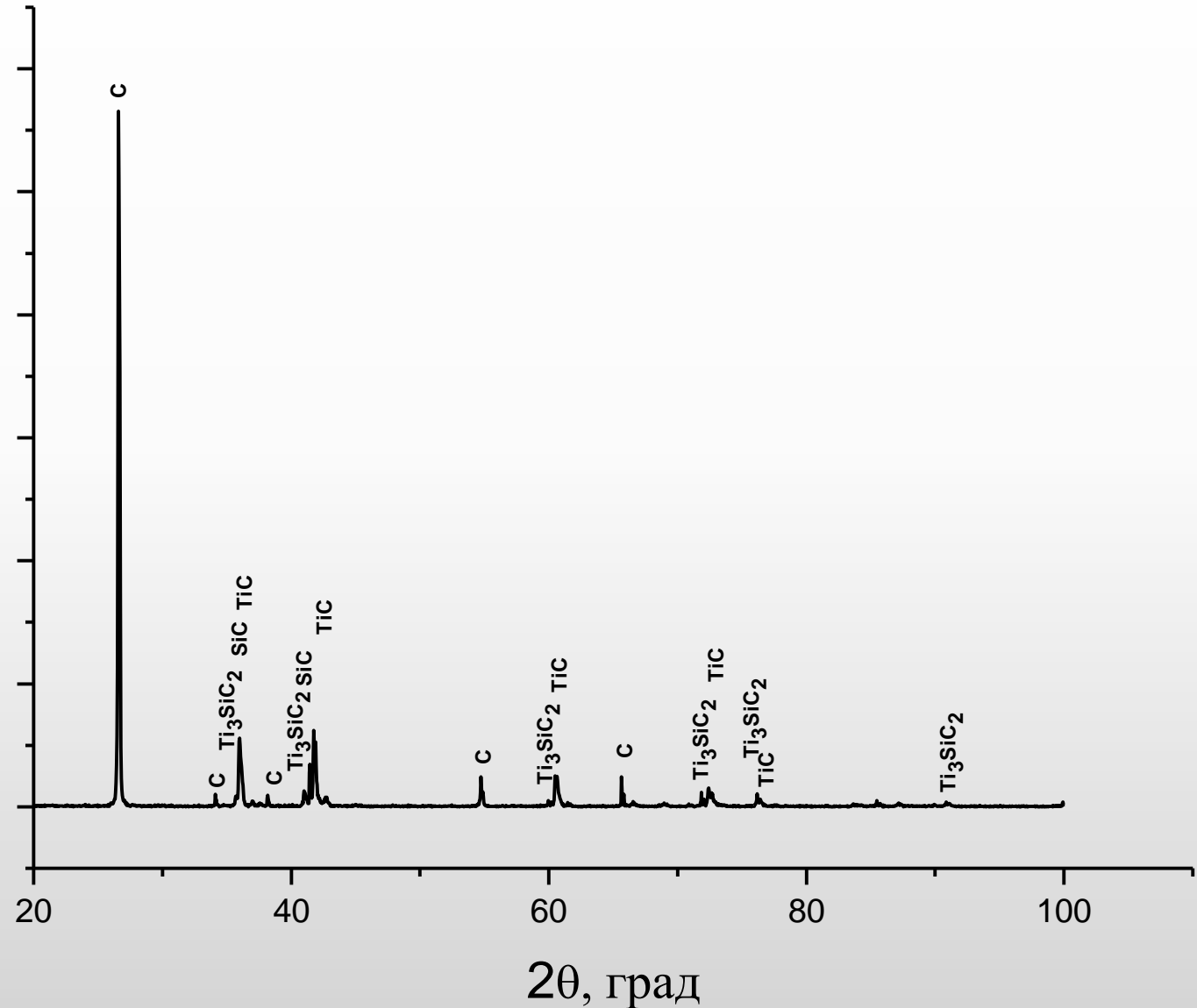


(електронно-променеве, іскро-плазмове, у вакуумній електропечі)

Мікроструктура і дифрактограма синтезованого та подрібненого композиту

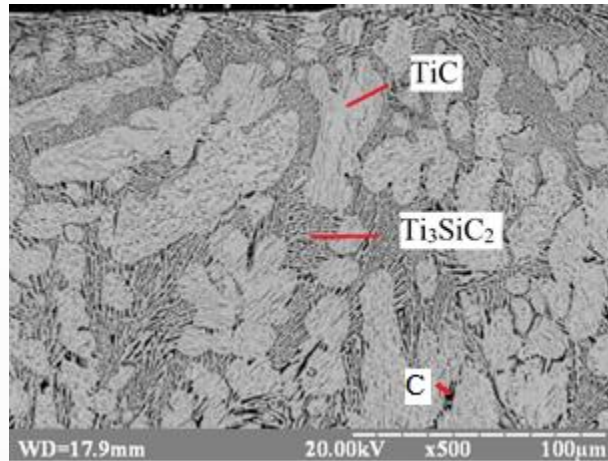


Відносна інтенсивність

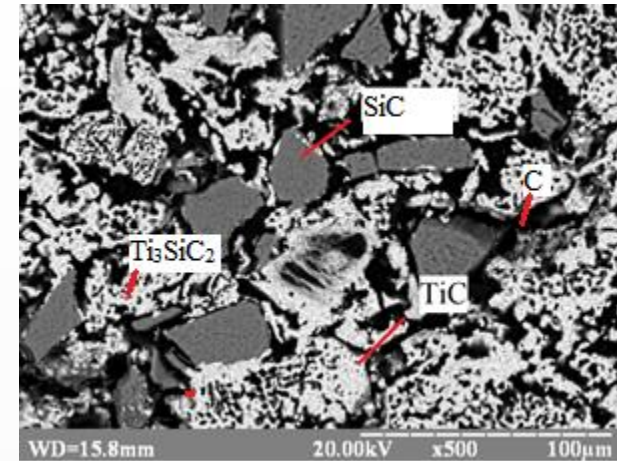


Вміст фаз за даними мікрорентгеноспектрального та дифрактометричного аналізів:
C – 60% ± 8%,
Ti₃SiC₂ – 19% ± 5%,
TiC – 14% ± 5%,
SiC – 5% ± 2%.

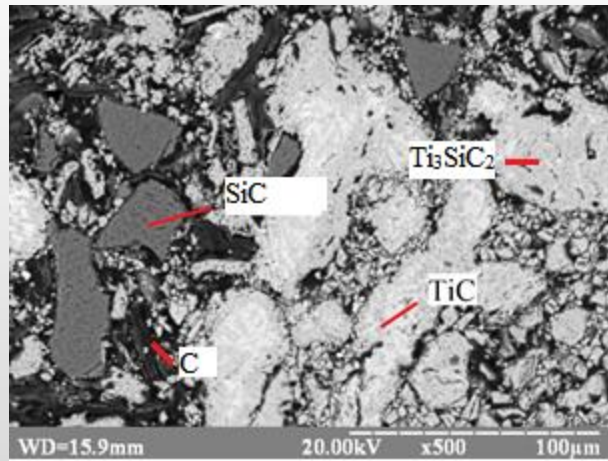
Мікроструктури зразків після спікання різними методами



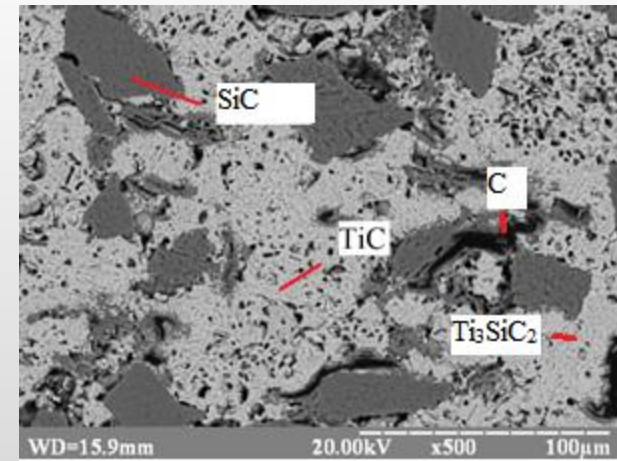
Електронно-променеве спікання (зона проплаву)



Електронно-променеве спікання (центральна зона)

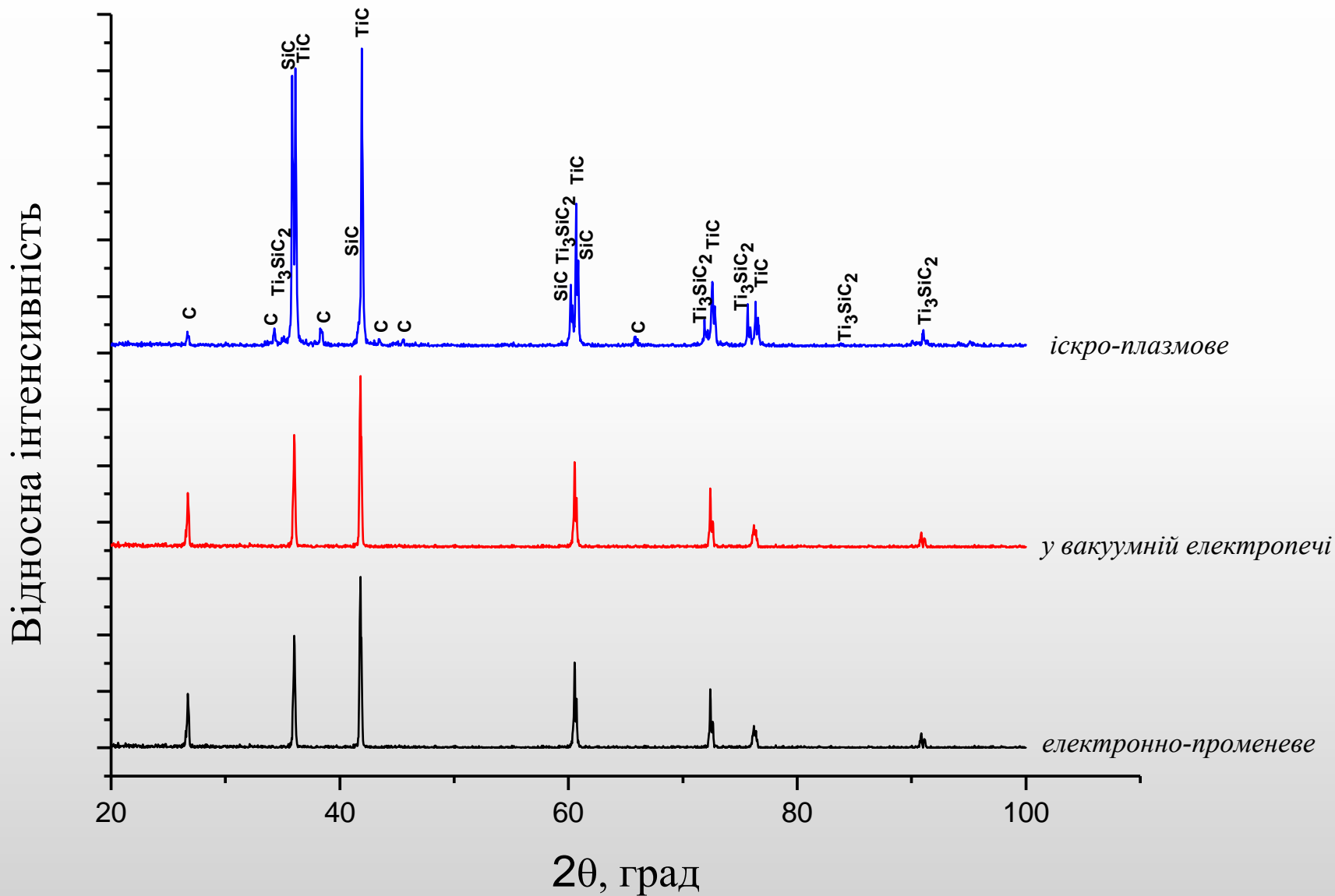


Спікання у вакуумній електродпечі



Іскро-плазмове спікання

Дифрактограми зразків після різних методів спікання



За допомогою дифрактометричного аналізу встановлено, що середній вміст вільного вуглецю після спікання знизився до рівня $12\% \pm 5\%$. Середній вміст інших фаз після спікання:

Ti₃SiC₂ – $38\% \pm 6\%$,

TiC – $46\% \pm 7\%$,

SiC – близько $3\% \pm 1\%$.

Дані пористості, мікротвердості, межі міцності на стиск для зразків, спечених різними методами

Метод спікання	Пористість, %
Електронно-променеве	43,60
У вакуумній електропечі	47,30
Іскро-плазмове	1,10

Метод спікання	HV, ГПа
Електронно-променеве (зона проплаву)	12,32
Електронно-променеве (центральна зона)	5,50
У вакуумній печі	4,56
Іскро-плазмове	22,60

Метод спікання	σ_B^{CT} , МПа
Електронно-променеве	45,32
У вакуумній печі	53,78
Іскро-плазмове	195,30

Висновки

1. Досліджено, що збільшення часу витримки після СВС позитивно впливає на структуру та властивості композиту Ti_3SiC_2 . Проте пористість зразків після синтезу залишається на рівні 40%.
2. В результаті металографічних та дифрактометричних досліджень структур встановлено, що серед досліджуваних методів найбільший вміст фази Ti_3SiC_2 в композиті досягається при іскро-плазмовому спіканні.
3. При застосуванні іскро-плазмового спікання пористість зразків не перевищує 1,1%, відповідно межа міцності становить 195,3 МПа, що в 3-4 рази вище, ніж при застосуванні радіаційного та електронно-променевого спікання.
4. Встановлено, що зразок, отриманий іскро-плазмовим спіканням, має найвищу мікротвердість в порівнянні зі зразками, що отримані іншими методами спікання, за рахунок більшого вмісту фази TiC , що має твердість на рівні 30 ГПа.

ДЯКУЮ ЗА УВАГУ!