

Получение шихты сверхтвердого материала TiN-Cu на основе коаксиального ускорителя с использованием комбинированного электрода

СИВКОВ А.А., ГЕРАСИМОВ Д.Ю., ЕВДОКИМОВ А.А., УСИКОВ А.И.

Показана возможность использования коаксиального магнитоплазменного ускорителя КМПУ с комбинированным электродом-стволом для получения шихты сверхтвердого материала на основе TiN-Cu. Некоторые добавки, например медь, вводятся для повышения физико-механических характеристик. Рентгеноструктурный анализ показал, что продукт динамического синтеза состоит из двух фаз: с TiN и Cu. Данный способ позволяет регулировать соотношение компонентов шихты в широких пределах за счет изменения геометрии медной втулки и электромагнитного взаимодействия полей в ускорителе и получать порошковые композиции в едином процессе.

Ключевые слова: нитрид титана, медь, коаксиальный магнитоплазменный ускоритель, комбинированный электрод, плазодинамический синтез

Основной областью использования ультрадисперсных порошков (УДП) высокотвердых материалов, в частности нитрида титана плазодинамического синтеза, является получение сверхтвердых керамических изделий и композиционных твердых сплавов. Некоторые добавки, например медь, вводятся с целью повышения физико-механических характеристик, таких как твердость, прочность, трещиностойкость, износостойкость, термостойкость [1, 2]. Для получения объемных высокотвердых материалов необходимы ультрадисперсные порошковые композиции (шихта) с необходимым содержанием требуемых добавок при условии их равномерного перемешивания. Процесс приготовления шихты традиционными методами может быть достаточно трудоемким и длительным, требующим специального оборудования. Предложенный в статье плазодинамический метод на основе коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ) [3] позволяет получать порошковые композиции в едином процессе. Приведены результаты исследований по получению ультрадисперсных порошковых композиций TiN-Cu с помощью КМПУ.

Устройство и принцип действия КМПУ при электропитании от емкостного накопителя энергии описаны в [4]. Ускоритель позволяет получать УДП нитрида титана [5]. При ускорении сильноточного дугового разряда типа Z-пинч происходит электроэрозионный износ поверхности электродов ускорителя, изготовленных из титана. Нарботанный электроэрозионным путем титан выносится плазменной струей в пространство камеры-реактора, заполненное техническим азотом. Динамический синтез нитрида титана происходит при распылении электроэрозионной плазмы в камеру-реактор.

Введение меди в состав УДП TiN достигается за счет установки медной цилиндрической втулки

(рис. 1) в начало ускорительного канала (УК) титанового ствола КМПУ при использовании титанового центрального электрода. Ранее проведенные исследования [6] показали, что электроэрозионный износ поверхности УК значительно зависит от степени экранирования его стенкой ствола, которая, в свою очередь, прямо зависит от поперечной проводимости стенки как короткозамкнутого витка. Чем меньше экранирование, т.е. чем эффективнее проникновение аксиального поля соленоида в объем УК, тем больше электроэрозионный износ. Естественно, медная втулка будет повышать степень экранирования, т.е. отрицательно влиять на электроэрозионный износ. В этой связи проведена серия экспериментов при использовании как цельной цилиндрической медной втулки, так и с продольными разрезами.

Эксперименты проведены при следующих условиях: емкость накопителя энергии $C = 24$ мФ, зарядное напряжение $U_{зар} = 3,5$ кВ, материал электродов — титан марки ВТ1-0, длина УК

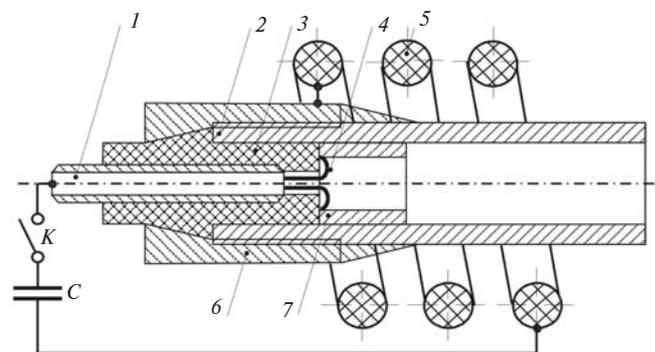


Рис. 1. Конструкция КМПУ: 1 — центральный электрод; 2 — электрод-ствол; 3 — изолятор центрального электрода; 4 — электровзрывающиеся проводники; 5 — соленоид; 6 — заглушка; 7 — медная втулка; K — ключ; C — емкостный накопитель энергии

$L_{\text{ук}} = 230$ мм, диаметр УК $d_{\text{ук}} = 21$ мм, толщина стенки электрода-ствола $s = 2$ мм, длина медной втулки 64 мм, внутренний диаметр медной втулки 17 мм, камера-реактор заполнена азотом при нормальном давлении. Инициирование сильноточного дугового разряда типа Z-пинч осуществлялось путем электровзрыва проводников 4 (рис. 1). При проведении экспериментов осциллографировались напряжение на электродах ускорителя $U(t)$ и рабочий ток $I(t)$. Подведенная к ускорителю энергия $W(t)$ определялась интегрированием кривой мощности. В таблице приведены основные экспериментальные данные, а типичные осциллограммы и энергетические характеристики, соответствующие опыту 1, приведены на рис. 2.

Анализ энергетических параметров с цельной и разрезанной втулкой показал их практическую идентичность. Однако, как видно из таблицы, снижение степени экранирования объема УК медной втулкой за счет ее продольного разреза обеспечило почти двукратное увеличение электроэрозионной наработки меди. При этом наработка титана прак-

тически сохранилась. Таким образом, использование медной втулки с продольными разрезами является более эффективным с точки зрения электроэрозионной наработки материала.

Для определения качественных характеристик продукт динамического синтеза был подвергнут аналитическим исследованиям методами рентгеновской дифракции (XRD) и сканирующей электронной микроскопии (ТЕМ). На рис. 3 приведен XRD-спектр порошкообразного материала, полученного с использованием дифрактометра Shimadzu XRD 6000 (CuKa-излучение). Количественный оценочный анализ дифрактограмм проведен с помощью программы полнопрофильного рентгеноструктурного анализа Powder Cell 2.4 и базы структурных данных PDF4+. Кроме того, на рис. 3 приведены основные данные полнопрофильного анализа: соотношение кристаллических фаз в массовых процентах, средний размер областей когерентного рассеяния (ОКР); величина внутренних микроискажений Dd/d и параметры кристаллической решетки.

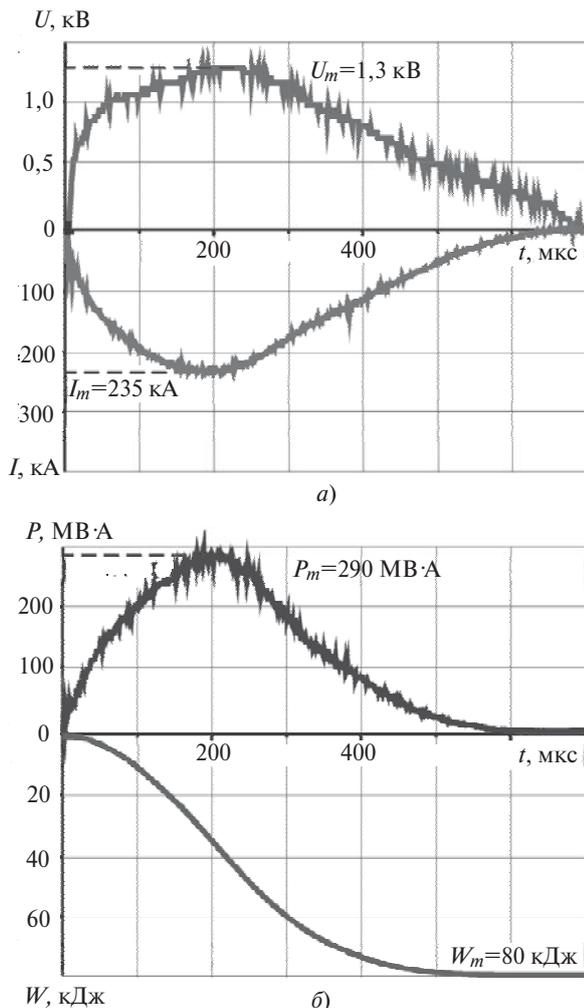


Рис. 2. Типичные осциллограммы $U(t)$ и $I(t)$, а также кривые мощности $P(t)$ и подведенной энергии, соответствующие опыту 1 (табл. 1)

Параметры	Номер опыта	
	1	2
Наличие продольных разрезов на медной втулке	Нет	Да
Максимальное напряжение U_m , кВ	1,3	1,3
Максимальный ток I_m , кА	235	230
Подведенная энергия W , кДж	80	87
Эродированная масса титана Dm_{Ti} , г	8,5	11,3
Удельная эродированная масса титана Dm_{Ti}/W , г/кДж	0,11	0,13
Эродированная масса меди Dm_{Cu} , г	3,2	7,2
Удельная эродированная масса меди Dm_{Cu}/W , г/кДж	0,04	0,08

Рентгеноструктурный анализ показывает, что основной составляющей полученного продукта динамического синтеза является кубический нитрид титана. Фракция меди в исследуемой пробе присутствует в количестве примерно 7% при использовании обычной медной втулки и примерно 14% при использовании втулки с продольными разрезами. Средние размеры ОКР фазы нитрида титана составляют от 60 до 73 нм, а для меди более 100 нм.

Для подтверждения результатов рентгенофазового анализа было проведено исследование порошкообразных материалов TiN-Cu методом просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ). Иссле-

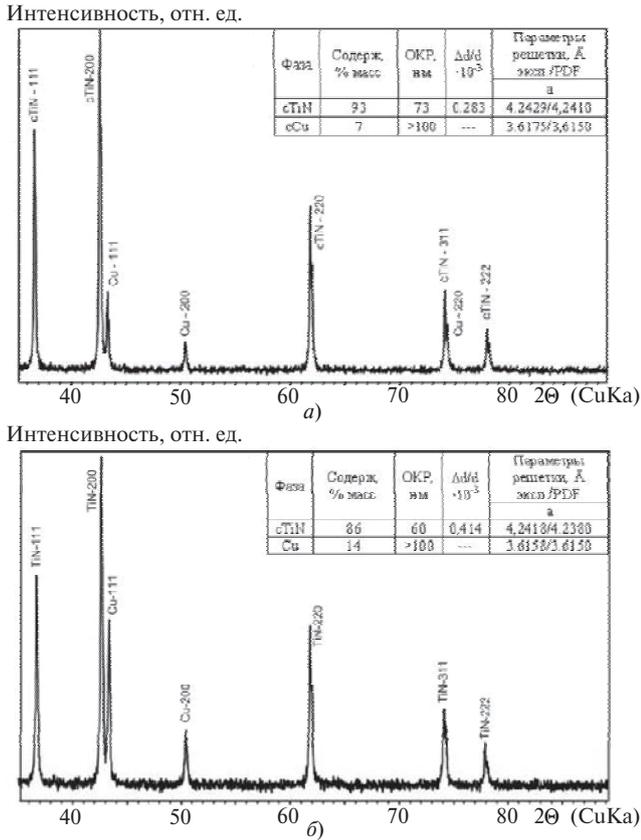


Рис. 3. Рентгеновские дифрактограммы и данные рентгеноструктурного анализа: а — опыт 1 (см. табл.); б — опыт 2 (см. табл.)

дование проводилось при помощи просвечивающего электронного микроскопа Phillips CM-12 на длине волны 680 нм. Как видно по картинам дифракции электронов, в продукте присутствуют в основном две фазы: нитрид титана и кубическая медь.

На микроснимке (рис. 4,а) отчетливо видны частицы двух типов: по-видимому, светлые частицы с меньшей плотностью и темные с большей. Светлые частицы соответствуют нитриду титана, а темные — меди. Визуальный анализ показывает, что частицы нитрида титана имеют средний размер частиц от 70 до 100 нм, а средний размер темных частиц (меди) более 100 нм, что в совокупности согласуется с результатами полнопрофильного рентгеноструктурного анализа.

Кроме того, рассматриваемое скопление дает типичную картину электронной дифракции, однозначно соответствующую двухфазной системе с TiN и Cu. Частицы порошка являются наноразмерными монокристаллами с TiN (рис. 4,б и в), о чем свидетельствует характер электронной дифракции на этом скоплении и темнопольные изображения в свете соответствующих рефлексов. Эти данные по содержанию фазы с TiN и размерам монокристаллических частиц также вполне соответствуют оценкам методом XRD.

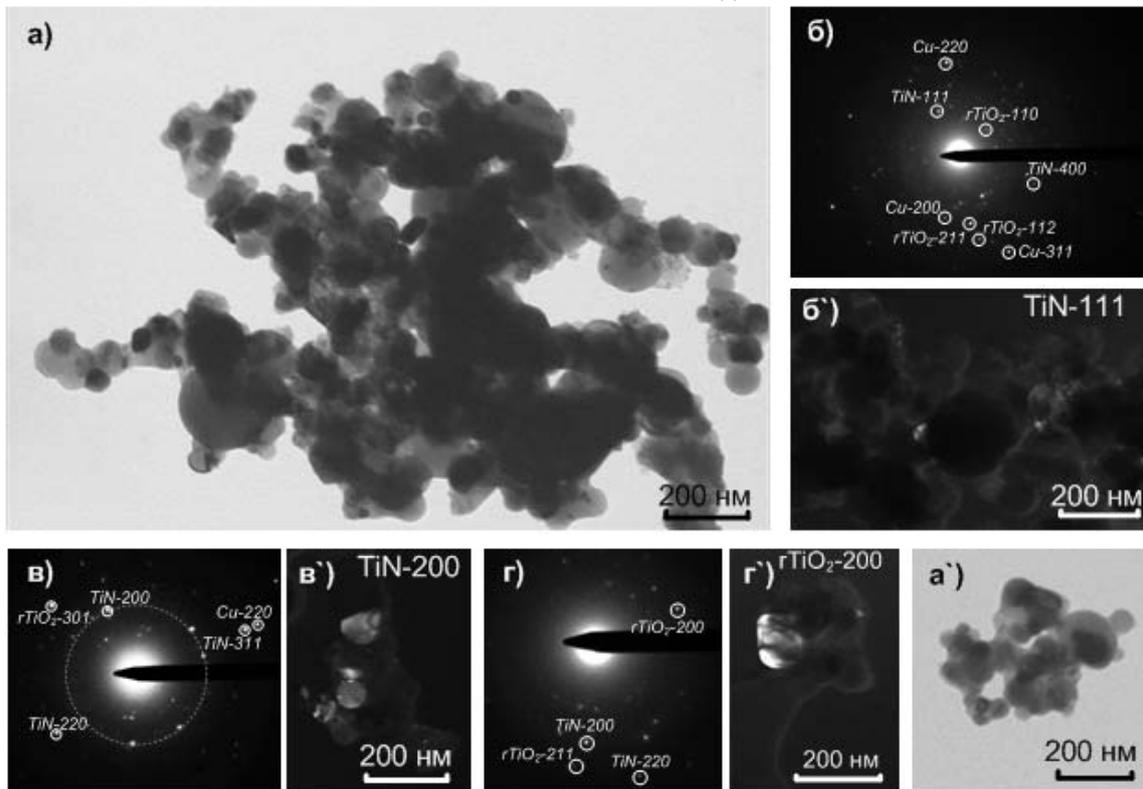


Рис. 4. Данные TEM-исследований УДП-фракции шихты TiN-Cu: а — съемка скоплений в светлом поле; б — микродифракция и темнопольный снимок TiN-111; в — микродифракция и темнопольный снимок TiN-200; г — микродифракция и темнопольный снимок rTiO₂-200

Следует отметить, что на картинах электронной дифракции присутствуют рефлексы диоксида титана со структурой рутила (рис. 4,з). Поскольку данная фаза практически отсутствует на XRD-спектрах, причиной того может быть малая доля и(или) малые размеры.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Abadias G., Tse Y.Y., Michel A., Jaouen C., Jaouen M. Nanoscaled composite TiN/Cu multilayer thin films deposited by dual ion beam sputtering: growth and structural characterization. — *Thin Solid Films*, 2003, vol. 433, iss. 1–2, pp. 166–173.
2. Andreasena K.P., Jensena T., Petersena J.H., Chevalliera J., Buttigera J., Schellb N. The structure and the corresponding mechanical properties of magnetron sputtered TiN–Cu nanocomposites. — *Surface and Coatings Technology*, 2004, vol. 182, Iss. 2–3, pp. 268–275.
3. Патент № 2150652 (РФ). Коаксиальный ускоритель Сивкова / А.А. Сивков. 2000, — БИ. № 16.
4. Сивков А.А., Герасимов Д.Ю., Цыбина А.С. Электроэрозионная наработка материала в коаксиальном магнетроплазменном ускорителе для нанесения покрытий. — *Электротехника*, 2005, № 6, с. 25–33.

Elektrichestvo (Electricity), 2015, No. 3, pp. 49–52.

Obtaining a Charge of Superhard Material on the Basis of TiN-Cu in a Coaxial Accelerator Using a Combined Electrode

A.A. SIVKOV, D.Yu. GERASIMOV, A.A. EVDOKIMOV and A.I. USIKOV

The possibility of using a coaxial magnetoplasma accelerator with a combined shaft electrode for obtaining a charge of superhard material on the basis of TiN-Cu is demonstrated. Some additions, e.g., copper, are introduced for obtaining better physicomachanical characteristics. An X-ray structural analysis has shown that the dynamic synthesis product consists of two phases: one with TiN and the other with Cu. The use of this method makes it possible to adjust the ratio of charge components in a wide range by changing the copper bushing geometry and the electromagnetic interaction of fields in the accelerator, and to obtain powder compositions in a single process.

Key words: titanium nitride, copper, coaxial magnetoplasma accelerator, combined electrode, plasmodynamic synthesis

REFERENCES

1. Abadias G., Tse Y.Y., Michel A., Jaouen C., Jaouen M. Nanoscaled composite TiN/Cu multilayer thin films deposited by dual ion beam sputtering: growth and structural characterization. — *Thin Solid Films*, 2003, vol. 433, iss. 1–2, pp. 166–173.
2. Andreasena K.P., Jensena T., Petersena J.H., Chevalliera J., Buttigera J., Schellb N. The structure and the corresponding mechanical properties of magnetron sputtered TiN–Cu nanocomposites. — *Surface and Coatings Technology*, 2004, vol. 182, iss. 2–3, pp. 268–275.
3. Patent No. 2150652 (RF). *Koaksial'nyi uskoritel' Sivkova* (Sivkov Coaxial accelerator)/A.A. Sivkov. *Bulleten' of Inventions*, 2000, No. 16.
4. Sivkov A.A., Gerasimov D.Yu., Tsybina A.S. *Elektrotekhnika (Power Engineering)*, 2005, No. 6, pp. 25–33.
5. Sivkov A.A., Naiden E.P., Gerasimov D.Yu. *Sverkh'tverdye materialy (Superhard materials)* Kiev, 2008, No. 5, pp. 33–39.
6. Saigash A.S., Sivkov A.A., Gerasimov D.Yu., Sharipov R.R., Privezentsev S.I. *Elektrotekhnika (Power Engineering)*, 2006, No. 12, pp. 32–37.

Authors: Sivkov Aleksandr Anatol'yevich (Tomsk, Russia) — Doctor Techn. Sci., Professor, Tomsk Polytechnical University (TPU).

Gerasimov Dmitrii Yur'yevich (Tomsk, Russia) — Cand. Techn. Sci., Senior Lecturer, TPU.

Evdokimov Andrei Anatol'yevich (Tomsk, Russia) — Cand. Techn. Sci., Ph. D. Student, TPU.

Usikov Anton Ivanovich (Tomsk, Russia) — Assistant at the TPU.

5. Сивков А.А., Найден Е.П., Герасимов Д.Ю. Прямой динамический синтез нанодисперсного нитрида титана в высокоскоростной импульсной струе электроэрозионной плазмы. — (Киев). *Сверхтвёрдые материалы*, 2008, № 5, с. 33–39.

6. Сайгаш А.С., Сивков А.А., Герасимов Д.Ю., Шарипов Р.Р., Привезенцев С.И. Влияние внешнего магнитного поля на электроэрозионный износ поверхности ускорительного канала коаксиального магнетроплазменного ускорителя. — *Электротехника*, 2006, № 12, с. 32–37.

[13.10.14]

Авторы: Сивков Александр Анатольевич окончил электрофизический факультет Томского политехнического института (ТПИ) в 1975 г. Защитил докторскую диссертацию в 2002 г. Профессор Томского политехнического университета (ТПУ).

Герасимов Дмитрий Юрьевич окончил факультет автоматики и электроэнергетики ТПУ в 2002 г. Кандидатскую диссертацию защитил в 2005 г. Доцент ТПУ.

Евдокимов Андрей Анатольевич окончил электротехнический институт ТПУ в 2010 г. Кандидатскую диссертацию защитил в 2013 г. Аспирант ТПУ.

Усиков Антон Иванович окончил электротехнический институт ТПУ в 2012 г. Сотрудник ТПУ.

