

Одностадийный способ получения ультратугоплавкого композита на основе системы TaC–ZrC

В.А. Щербаков*, А.Н. Грядунов, С.Г. Вадченко

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук, Черноголовка, Россия

*vladimir@ism.ac.ru

Ультратугоплавкий композит с температурой плавления $\approx 4000^\circ\text{C}$, синтезирован на основе системы TaC–ZrC [1], представляют интерес для использования в аэрокосмической отрасли для производства изделий, обладающих большим ресурсом работы при высокой температуре в условиях эрозионного износа.

Композиты получали многостадийными способами, включающими стадии синтеза порошков тугоплавких соединений TaC и ZrC, измельчение до микронного размера частиц, синтез сложных карбидов (Ta_4ZrC_5), повторное их измельчение и последующее спекание или горячее прессование. С целью уменьшения температуры спекания однофазные нанокристаллические порошки сложных карбидов получали методом золь-гель методом [2].

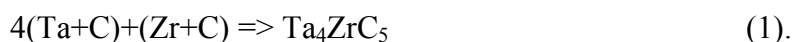
Порошки однофазных композитов Ta_4ZrC_5 получены самораспространяющимся высокотемпературным синтезом (СВС) с использованием смеси порошков тантала, циркония и сажи, механически активированной в течение 5 минут в шаровой мельнице [3]. После измельчения продукта СВС ультратугоплавкие композиты консолидировали электроискровым спеканием.

Недостатками описанных выше методов получения ультратугоплавких материалов является многостадийность процесса, высокие затраты электроэнергии, низкая производительность.

В ИСМАН разработан эффективный метод, сочетающий экзотермический синтез в режиме электротеплового взрыва (ЭТВ) и консолидацию горячего продукта в условиях квазиизостатического сжатия. В настоящей работе впервые с помощью данного метода впервые в одну стадию получен ультратугоплавкий композит - Ta_4ZrC_5 . Осуществление экзотермического синтеза и консолидации ультратугоплавкого композита в одну технологическую стадию позволило исключить длительные (многочасовые) промежуточных стадии получения и измельчение тугоплавких соединений.

Целью работы является исследование возможности получения однофазного ультратугоплавкого композита Ta_4ZrC_5 одностадийным методом, сочетающим ЭТВ гетерогенной смеси порошков тантала, циркония и сажи, и консолидацию целевого продукта в условиях квазиизостатического сжатия.

Экзотермическую реакцию синтеза ультратугоплавкого композита проводили по схеме:



Реакционные смеси готовили из порошков тантала (марки ТаПМ) циркония (марки ПЦрК-1), и углерода (марки П804-Т). Смесь смешивали в планетарном активаторе АГО-2С при ускорении 90 г. Механическую активацию порошков проводили в две стадии. На первой производили активированное смешение порошков тантала и циркония в течение от 0 до 30 минут. На второй – к полученной смеси активированных металлических порошков добавляли сажу и смешивали в течение четырех минут.

Из приготовленной смеси прессовали цилиндрические образцы высотой $h=12$ мм и диаметром $d=15$ мм до относительной плотности 0,5. Исследуемый образец помещали в реакционную пресс-форму. Лабораторная установка для синтеза ультратугоплавкого композита методом ЭТВ под давлением подробно описана в [4]. В экспериментах исследуемый образец сжимали давлением 100 МПа и нагревали джоулевым теплом до осуществления экзотермического взаимодействия реагентов в режиме теплового взрыва.

Микроструктуру композитов изучали с помощью автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа сверхвысокого разрешения Zeiss Ultra plus. Фазовый состав СВС-композитов изучали с помощью дифрактометра «ДРОН-3» с использованием монохроматического $Cr-K_{\alpha}$ излучения, компьютерной программы “Crystallographica Search Match” и базы дифракционных данных Power Diffraction File (PDF-2, ICDD, USA, Release 2011). Для исследования использовали шлифы синтезированных образцов.

На рис. 1 представлена микроструктура композита Ta_4ZrC_5 , полученного при ЭТВ механически активированной смеси. Видно, что в ходе ЭТВ сформировался однофазный композит Ta_4ZrC_5 с размером частиц 2–3 мкм. Однофазный состав композита Ta_4ZrC_5 подтверждается результатами рентгенофазового анализа (рис. 2).

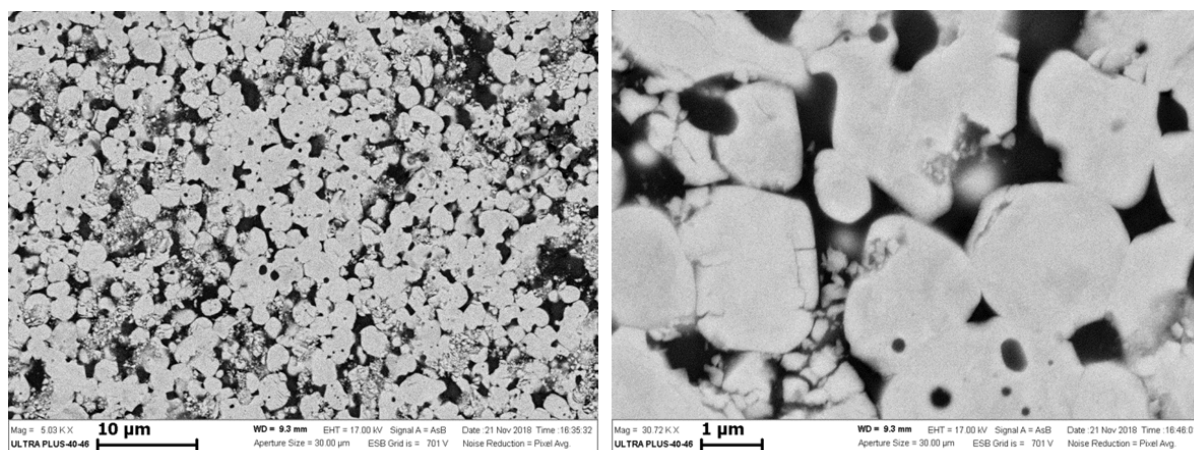


Рис. 1. Микроструктура композита Ta_4ZrC_5 , полученного при ЭТВ активированной смеси порошков.

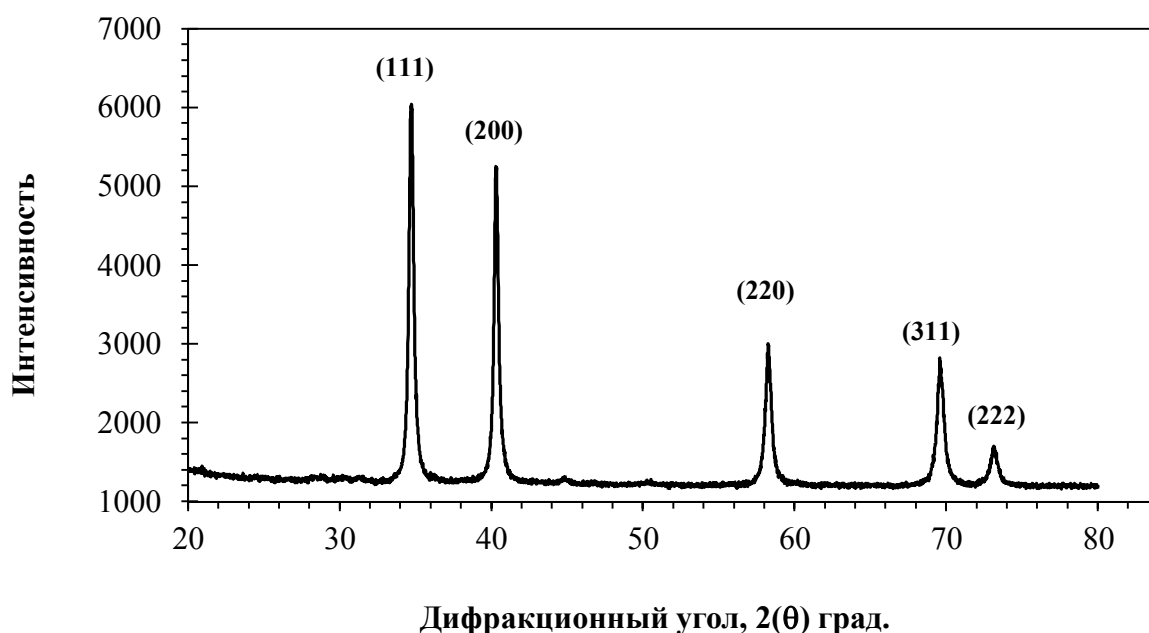


Рис. 2. Дифрактограмма композита Ta_4ZrC_5 , полученного при ЭТВ механически активированной смеси порошков.

Таким образом, разработан эффективный одностадийный метод, сочетающий экзотермический синтез в режиме электротеплового взрыва (ЭТВ) и консолидацию горячего продукта в условиях квазиизостатического сжатия, с помощью которого синтезирован ультратугоплавок композит Ta_4ZrC_5 . Условием синтеза однофазного композита является использование смеси порошков тантала, циркония и углерода, механически активированной в две стадии: на первой стадии производится активированное смешение порошков тантала и циркония в течение 20 минут, на второй – добавляли сажу и смешивали в течение четырех минут. В ходе ЭТВ под давлением

100 МПа сформировался однофазный композит Ta_4ZrC_5 с размером частиц 2–3 мкм. Остаточная пористость ультратугоплавкого композита – 8–10%.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (Грант № 19-08-01085 А) с использованием оборудования центра коллективного пользования ИСМАН.

Литература

1. Agte C., Alterthum H. Systems of high-melting carbides: Contributions to the problem carbon fusion. *Technical Physics*, 1930, *vol.* 11, No. 6, pp.182–191
2. Симоненко Е.П., Игнатов Н.А., Симоненко Н.П., и др. Синтез высокодисперсных сверхтугоплавких карбидов тантала-циркония Ta_4ZrC_5 и тантала-гафния Ta_4HfC_5 через золь-гель технику // *Журн. неорган. хим.* 56(11), (2011) 1763–1769.
3. Patsera E.I., Levashov E.A., Kurbatkina V.V. et al. Production of ultra-high temperature carbide (Ta,Zr)C by self-propagating high-temperature synthesis of mechanically activated mixtures // *Ceram. Int.* 41(7), (2015) 8885–8893.
4. Щербаков В.А., Щербаков А.В., Алымов М.И., Баринов В.Ю., Ковалев И.Д., Маликина Т.Д., Альхименок А.И. Получение композитов TiB_2-CrB методом электротеплового взрыва под давлением. // *Фундаментальные исследования*, 2, (2018) 39–45.