

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СПЕКАНИЯ УЛЬТРА- И- НАНОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ $TiC-Mo$, ПОЛУЧЕННЫХ В ПРОЦЕССЕ ПЛАЗМЕННОЙ ПЕРЕКОНДЕНСАЦИИ

Студент

Козлова В.В.

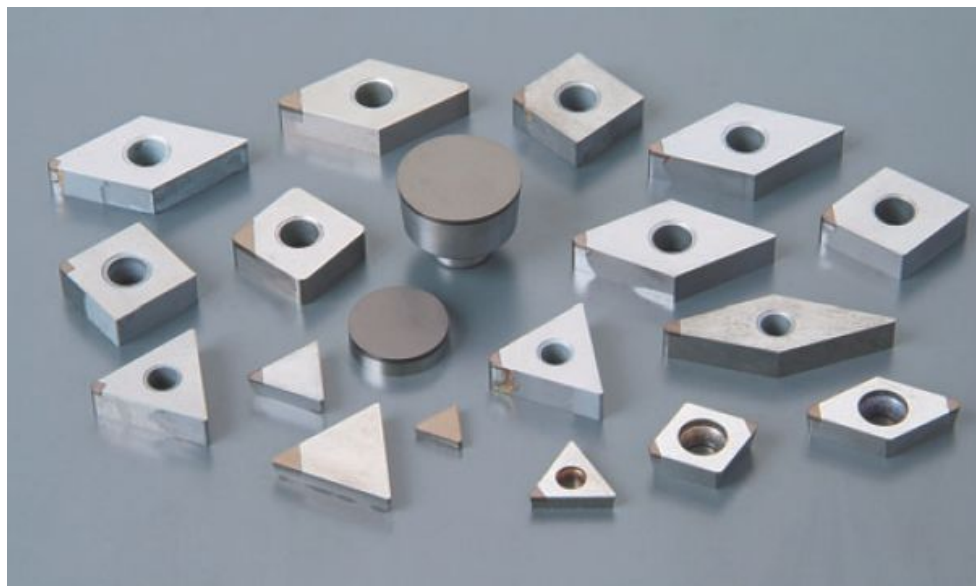
Группа: х-450001

Руководитель:

к,х,н. Ермаков А.Н.

Актуальность:

Актуальность моей работы заключается в возможности использования нанопорошков, в качестве материалов безвольфрамовой керамики инструментального направления или литейных модификаторов для внепечной обработки стали ковшей .



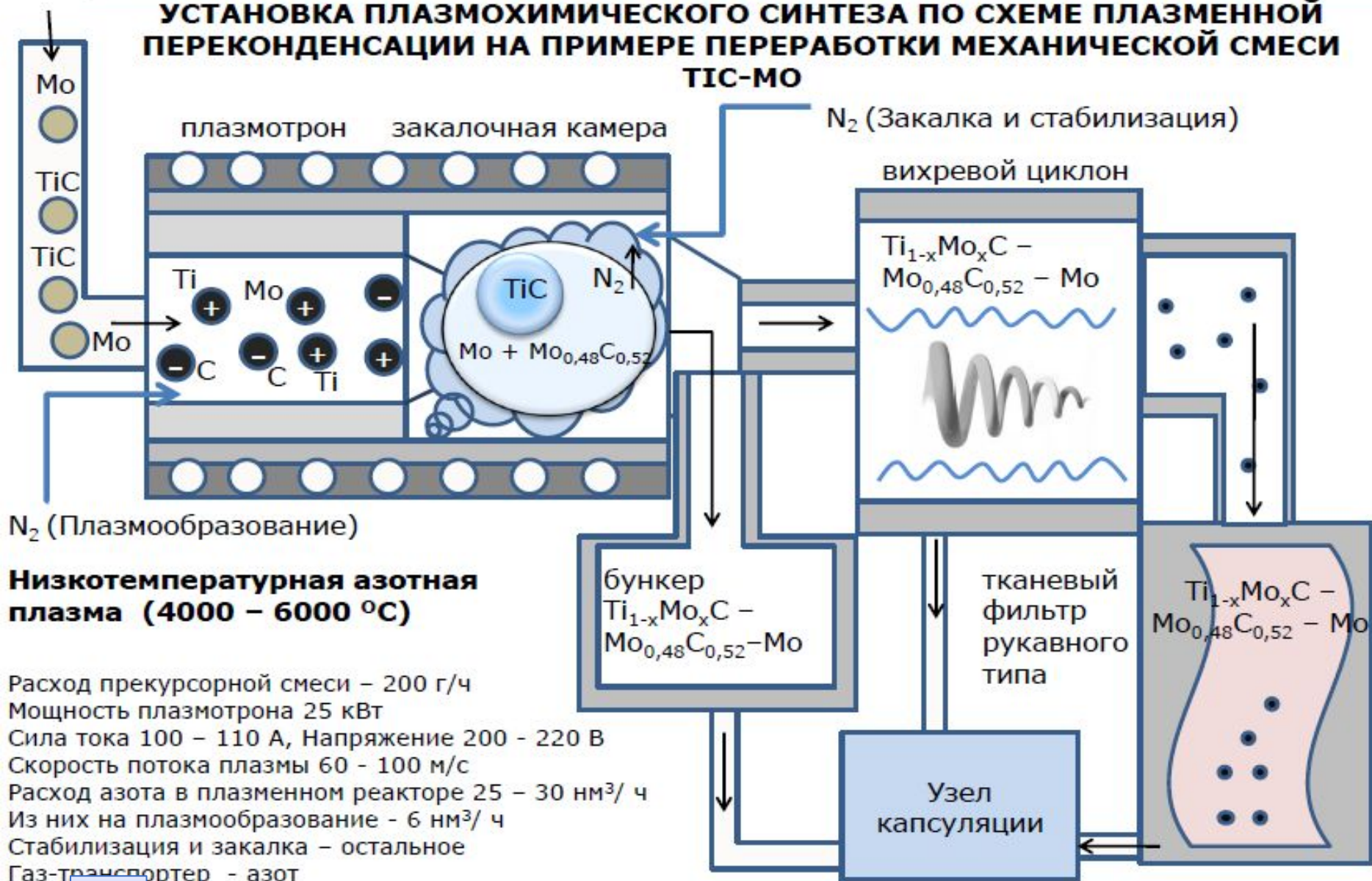
Цели:

Целью настоящей работы являлось - получение титан-молибденового карбида $Ti_{1-n}Mo_nC$ в индивидуальной форме в виде нанокристаллических и ультрадисперсных порошков в ходе плазмохимического синтеза в низкотемпературной азотной ($4000 - 6000^{\circ}C$) плазме с последующей структурно-морфологической аттестацией методами рентгенографии и растровой электронной микроскопии. Формирование закономерностей фазо- и структурообразования, протекающих в условиях жидкофазного спекания в вакууме ультра- и нанодисперсных порошковых «core-shell»-структур $TiC - Mo$ при $1500^{\circ}C$ в течение 40 мин.

Задачи:

1. Разработка модели формирования нанокристаллических частиц TiC-Mo с «core-shell»-структурой в условиях плазменной переконденсации во вращающемся цилиндре газообразного азота.
2. Осуществить жидкофазное спекание ультра - и нанодисперсных «core-shell» структур в условиях вакуума с последующей их структурно-морфологической аттестации методами рентгенографии и микроскопии.
3. Сформулировать механизм жидкофазного взаимодействия в «core-shell» структурах TiC-Mo .

УСТАНОВКА ПЛАЗМОХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА ПО СХЕМЕ ПЛАЗМЕННОЙ ПЕРЕКОНДЕНСАЦИИ НА ПРИМЕРЕ ПЕРЕРАБОТКИ МЕХАНИЧЕСКОЙ СМЕСИ ТiС-МО



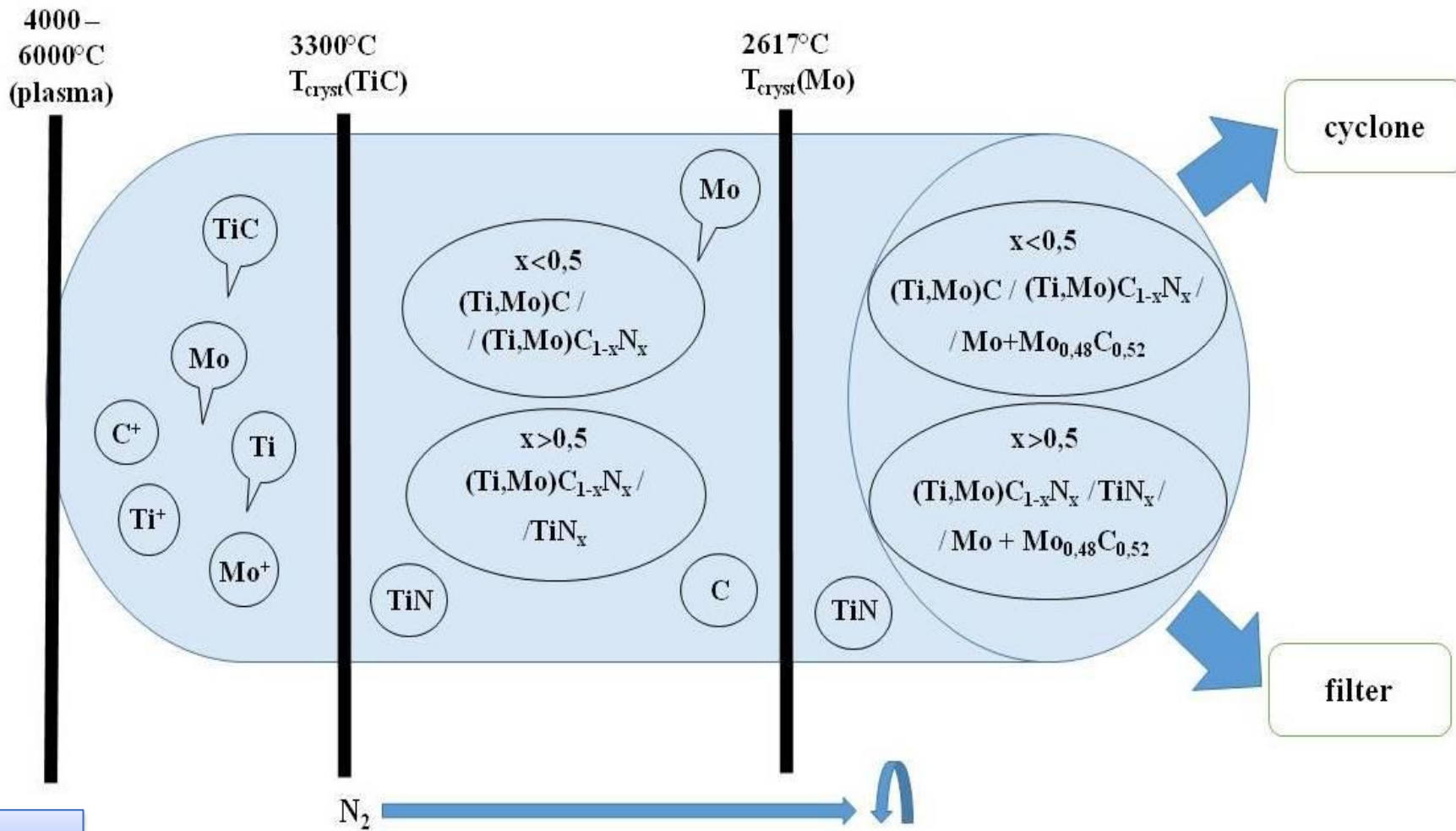
Результаты рентгенофазового анализа переконденсированных фракций TiC-Mo.

Фракция	Фазовый состав, масс.%; a, b, c, ($\pm 0.0001 \text{ \AA}$)	ρ , г/см ³	$S_{\text{уд}}$, м ² /г	d, мкм
TiC-Mo (бункер)	Mo (пр. гр. Im-3m) (37.95%), a = 3.1459 TiC (пр. гр. Fm-3m) (17.50%), a = 4.2336 Mo _{0.48} C _{0.52} (пр. гр. Pnnm) (44.55%), a = 5.1255, b = 4.7848, c = 2.9709	5.249 1	0.2928	3.903 9
TiC-Mo (циклон)	Mo (пр. гр. Im-3m)(25.95%), a = 3.1454 TiC (пр. гр. Fm-3m) (31.92%), a = 4.2341 Mo _{0.48} C _{0.52} (пр. гр. Pnnm) (42.13%), a = 5.1289, b = 4.7753, c = 2.9709	4.822 9	1.1663	1.066 7
TiC-Mo (фильтр)	Mo (пр. гр. Im-3m)(12.28%), a = 3.1419 TiC (пр. гр. Fm-3m)(34.55%), a = 4.2354 Mo _{0.48} C _{0.52} (пр. гр. Pnnm)(9.99%), a = 5.1268, b = 4.8054, c = 2.9643 TiO ₂ (пр. гр. P42/mnm) (43.18%), a = 4.5860, c = 2.9637	4.1198	14.324 9	0.101 7

Температуры кипения и плавления фазовых составляющих переконденсированной композиции TiC – Mo – Co.

Фаза	$t_{\text{кип}}, ^\circ\text{C}$	$t_{\text{крист}}, ^\circ\text{C}$
TiC	4300	3300
Mo	4885	2617
Ti	3287	1670
MoC	-	2700

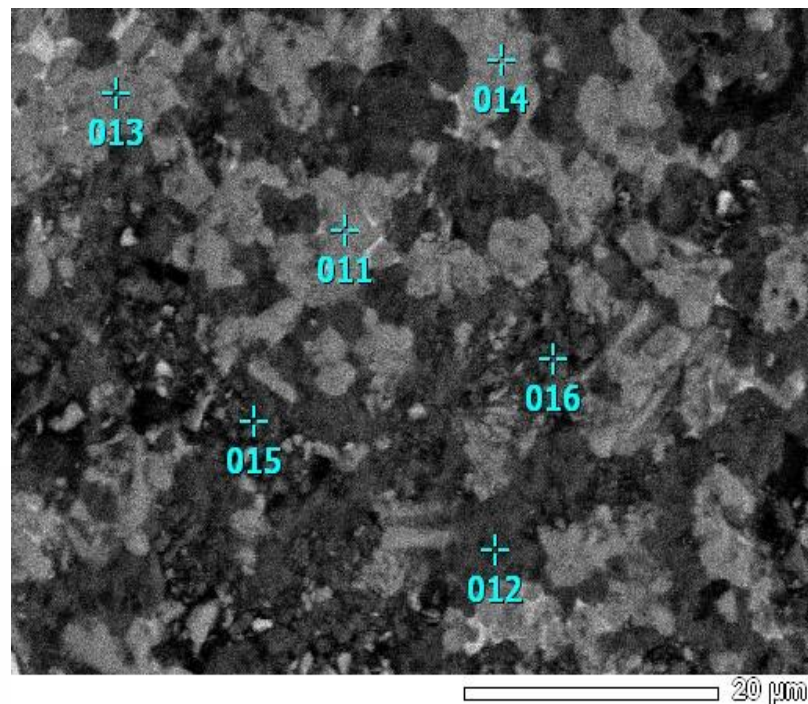
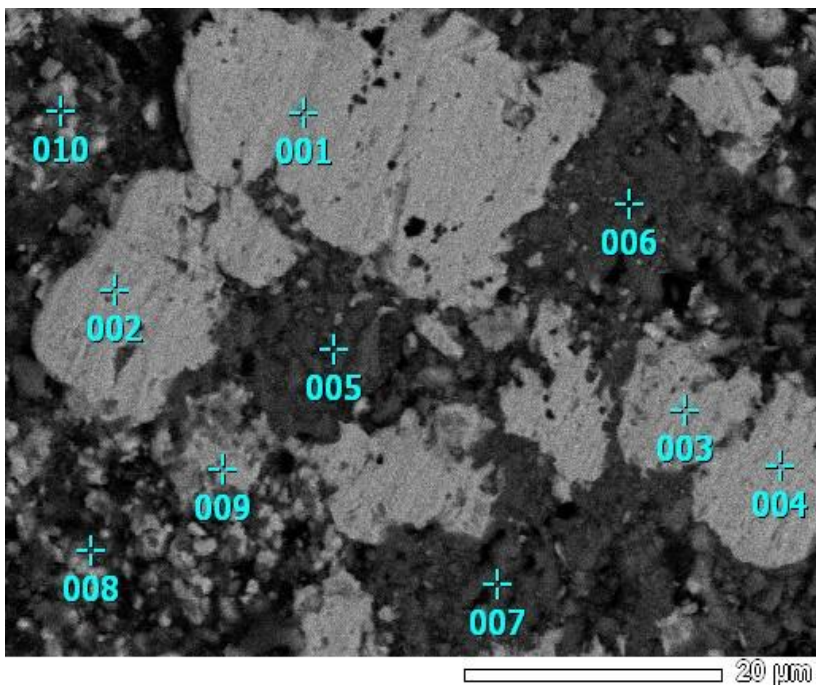
Механизм формирования «core-shell»-структуры TiC-Mo при переконденсации во вращающемся цилиндрическом токе азота



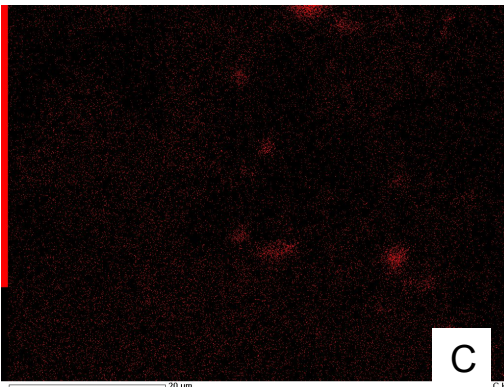
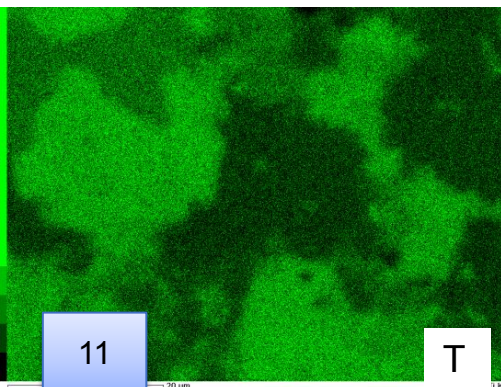
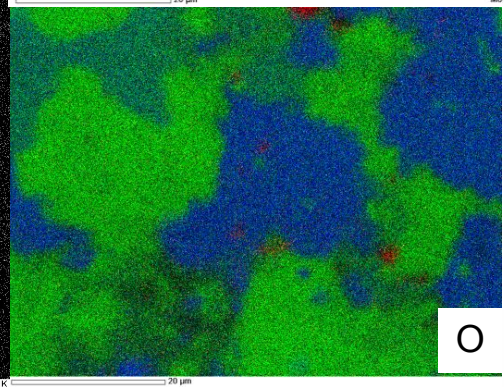
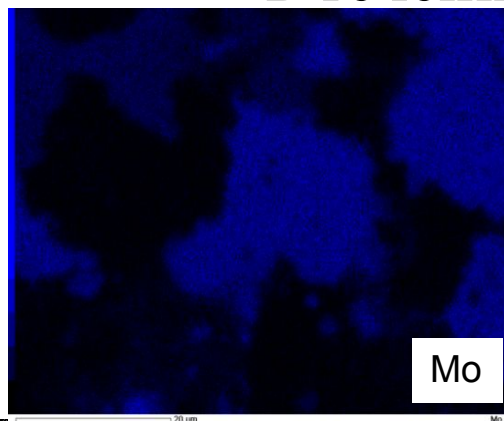
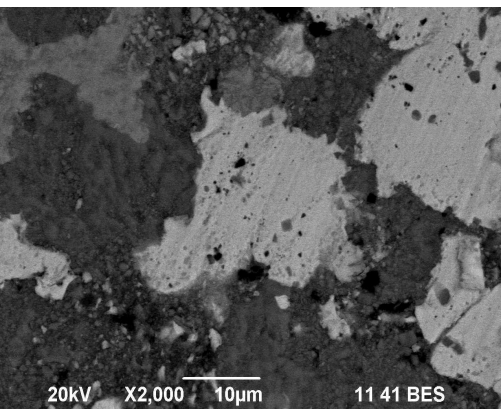
Результаты РФА TiMoC, спеченного при 1500°C в течение 40 минут.

№ п/п	Фракция	Фазовый состав, масс. %, a, b, c, (± 0.0001 Å)
1	TiC-Mo (бункер)	Ti _{1-n} Mo _n C (Fm-3m) (28.38%), a = 4.2358; Mo (Im-3m) (19.50%), a = 3.5584; C (Fd-3m) (52.13%), a = 3.1512
2	TiC-Mo (циклон)	Ti _{1-n} Mo _n C (Fm-3m) (81.55%), a = 4.2335; Mo (Im-3m) (18.45%), a = 3.1523
3	TiC-Mo (фильтр)	TiO (P42/mnm) (50.52%), a = 4.1969; Ti ₂ O ₃ (P-3m) (49.48%), a = 5.1440, c = 13.6127

Электронно-микроскопические изображения спеченной в вакууме при 1500°C в течение 40 мин. композиции TiC – Mo (фракция из бункера).

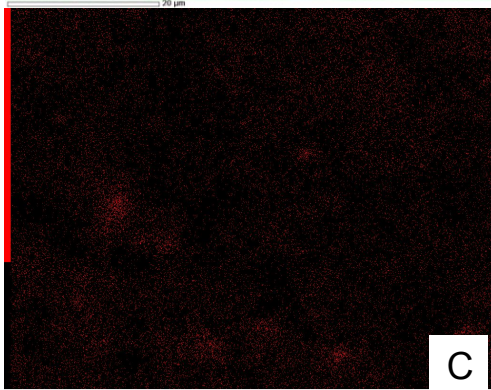
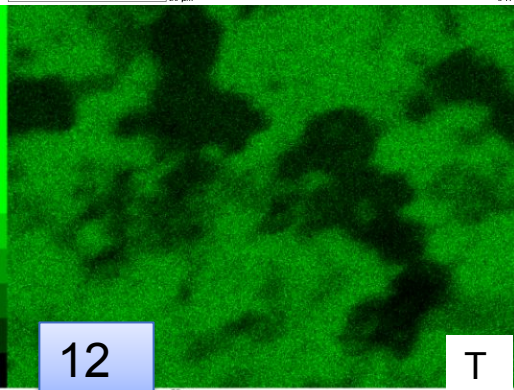
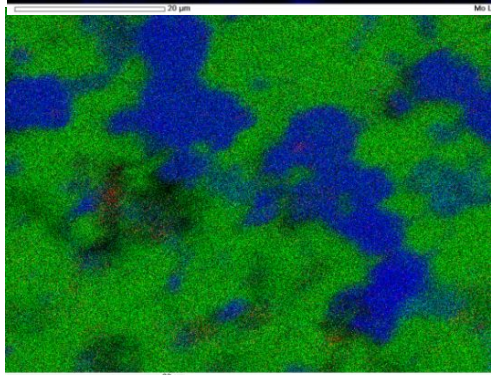
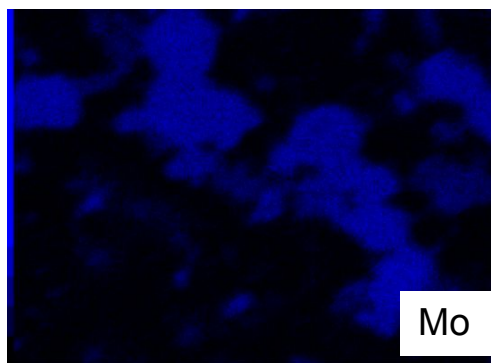
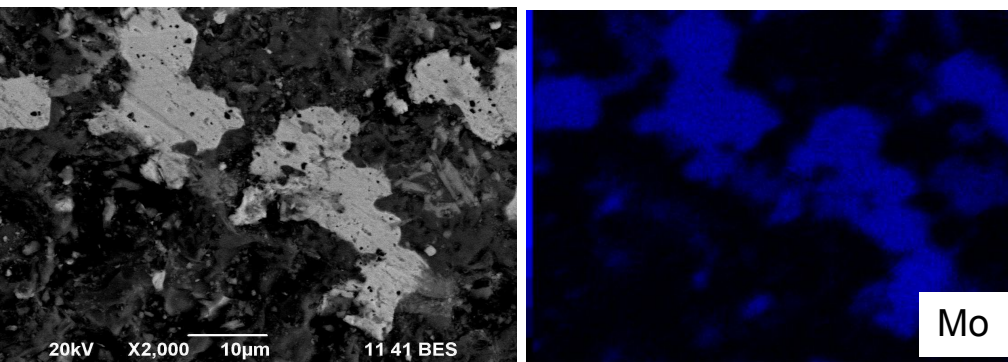


Карты распределения и результаты EDX-анализа композиата TiMoC (бункер), спеченного при 1500°C в течение 40 мин



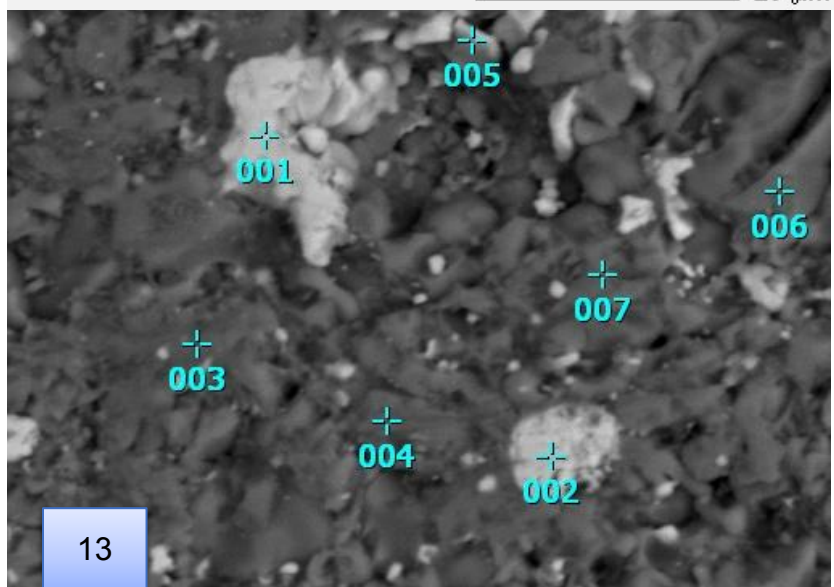
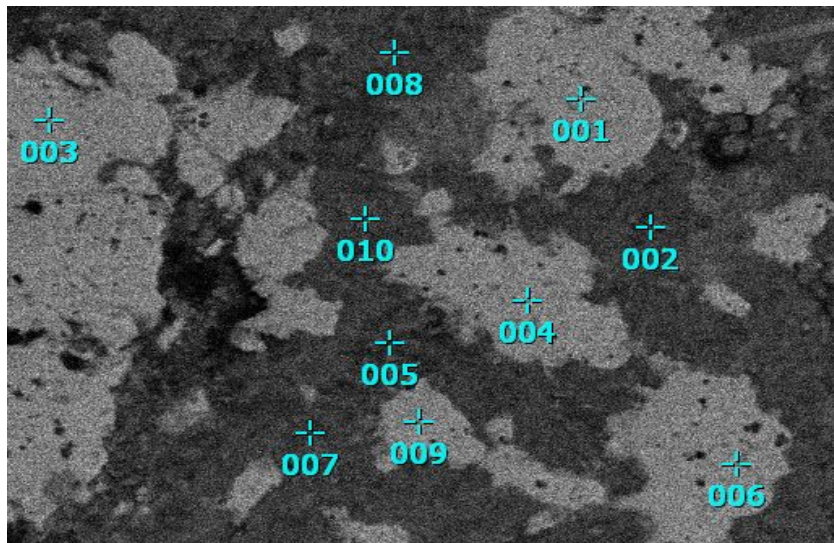
№ точки	Массовый %				
	C	N	O	Ti	Mo
1	1,46	1,43	2,00	3,02	92,09
2	2,41	3,32	1,28	2,51	90,49
3	3,25	0,27	3,20	12,42	80,86
4	2,71	2,24	2,08	2,54	90,42
5	1,00	0,51	8,89	82,08	7,52
6	-	-	4,62	89,38	6,00
7	-	2,01	3,54	82,50	11,95
8	5,16	-	5,78	31,01	58,05
9	2,03	1,40	2,83	38,70	55,03
10	2,52	-	8,45	56,72	32,32
11	3,26	0,06	4,71	45,82	46,15
12	2,35	1,97	2,24	92,66	0,79
13	1,93	-	-	57,48	40,59
14	3,07	1,59	0,37	51,02	43,95
15	2,80	-	12,47	70,06	14,67
16	2,07	0,50	6,21	67,50	23,72

Карты распределения и результаты EDX-анализа композита TiMoC (циклон), спеченного при 1500°C в течение 40 мин



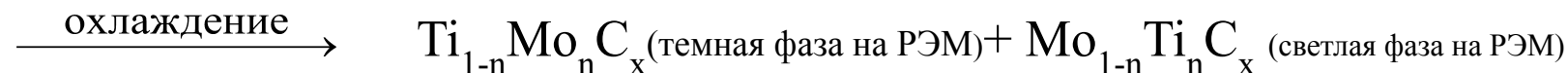
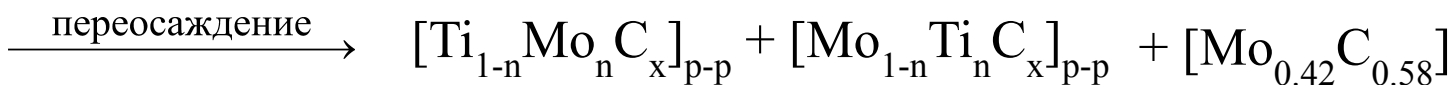
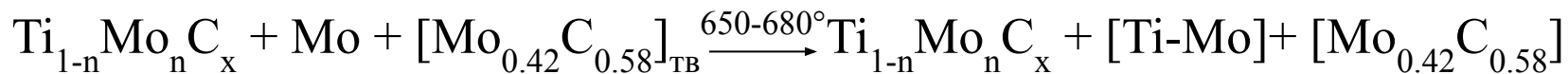
№ ТОЧКИ	Массовый %				
	C	N	O	Ti	Mo
1	2,92	0,94	0,96	22,68	72,79
2	11,55	2,09	4,58	51,39	30,40
3	2,30	1,32	2,18	22,58	71,62
4	4,44	2,99	1,45	22,42	68,70
5	0,66	1,23	5,41	89,50	3,21
6	3,36	0,72	-	23,09	72,82
7	0,34	1,48	1,67	95,10	1,41
8	-	2,31	1,11	94,14	2,43
9	0,76	2,51	0,74	28,24	67,75
10	-	2,93	0,21	86,83	10,03

Результаты EDX-анализа композита TiMoC (фильтр), спеченного при 1500°C в течение 40 мин



№ ТОЧКИ	Массовый %				
	C	N	O	Ti	Mo
1	4,43	2,26	1,69	3,93	87,69
2	5,23	2,58	1,99	4,74	85,45
3	-	-	14,75	82,37	2,70
4	-	1,91	4,46	92,67	0,96
5	-	0,74	3,39	28,84	67,02
6	-	0,85	17,47	80,80	0,88
7	-	4,10	6,24	88,97	0,69

Механизм жидкофазного взаимодействия в «core-shell» структурах TiC-Mo



Прогноз применения результатов выполненной дипломной научно-исследовательской работы

Наименование показателя	Ед. изм.	Значение
1. Количественные показатели		
1.1 Затраты на выполнение исследований всего, в том числе:	руб.	162458
Затраты на материалы и реактивы;	руб.	8200
Стоимость израсходованной в процессе исследования электроэнергии;	руб.	3472,5
Заработная плата работников, участвующих в исследовании;	руб.	11367,6
Страховые взносы;	руб.	2372,5
Затраты на содержание и эксплуатацию оборудования	руб.	78218,4
Услуги сторонних организаций	руб.	1666,7
Накладные расходы.	руб.	21059,54
1.2 Количество полученного продукта	кг	0,5
1.3 Количество сырья, пошедшего на анализ	кг	0,003
1.4 Температура синтеза	К	4273 - 6273
1.5 Время синтеза	часов	77

Выводы

1. Предложена схема «core-shell» TiC-Mo фазообразования, основанная на разделении закалочной камеры температурными барьерами, соответствующими температурам кристаллизации зафиксированных фазовых составляющих. Необходимо дополнить, что предложенная схема фазообразования протекает в условиях охлаждения парогазовой смеси со скоростью 10^5 °C/с с учетом влияния вращающегося цилиндра газообразного азота в закалочной камере, выступающего в роли охладителя реактивного парогазового потока.
2. Проведено жидкофазное спекание nano - и ультрадисперсных «core-shell» структур TiC-Mo спечённые композиции содержат в своем составе сложный титан молибден карбиды и металлический молибден. Методами РЭМ и EDX показано распределение элементов по поверхности шлифа.
3. На основе данных рентгенографии и электронной микроскопии сформулирован механизм жидкофазного взаимодействия в вакууме в системе TiC-Mo.

***Выражаю искреннюю благодарность за
помощь в проведении исследований***

***Сотрудникам УрФУ имени первого Президента России Б.Н.
Ельцина***

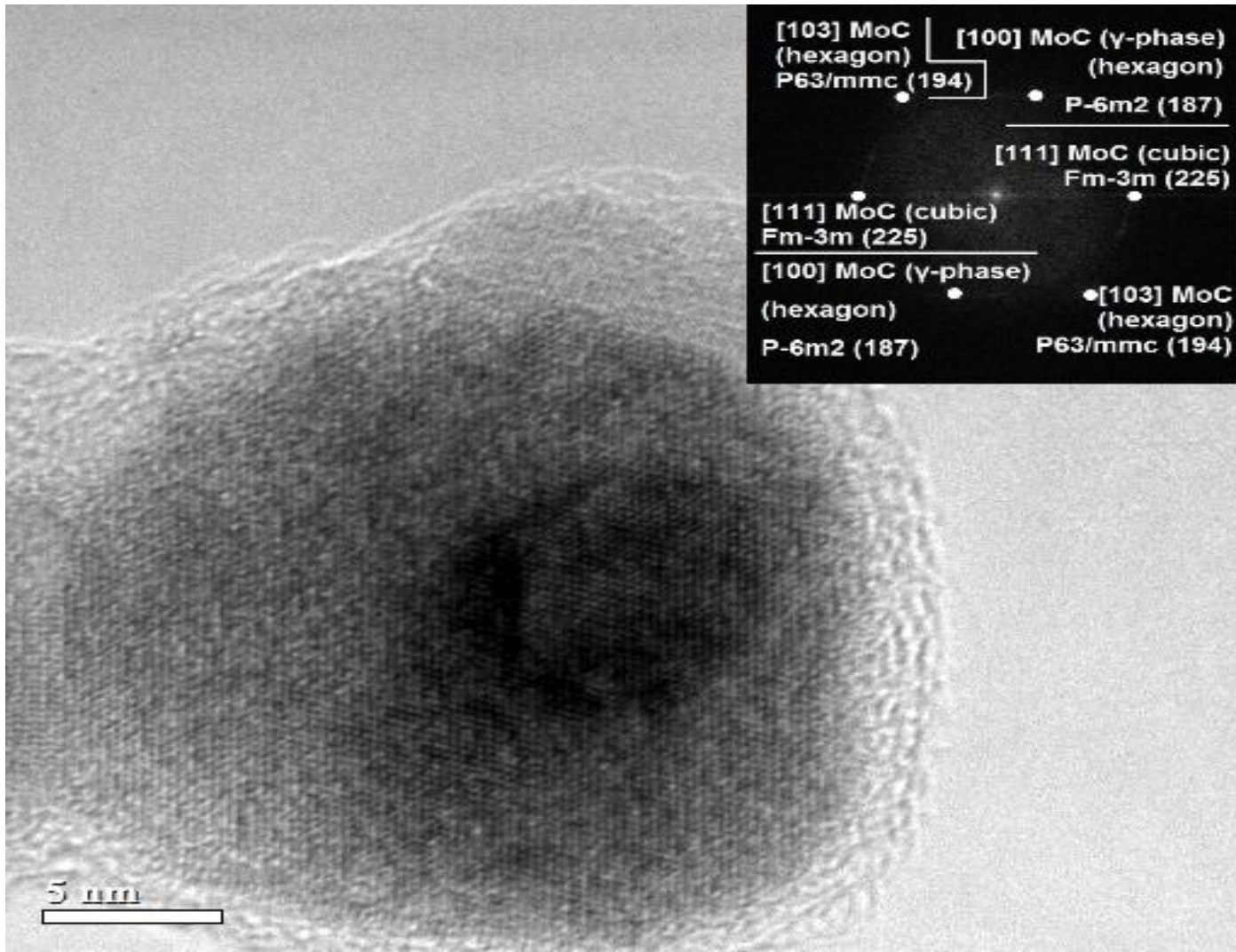
Руководителю, к.х.н. Ермакову Алексею Николаевичу

Зав.кафедрой, проф., д.х.н. Маркову Вячеславу Филипповичу

Сотрудникам института физики металлов УрО РАН



Электронно-микроскопическое ПЭМ ВР изображение и FFT-преобразование нанокристаллической частицы TiC – Mo



Электронно-микроскопические ПЭМ ВР изображения с «core-shell»-структурой частиц TiC-Mo

