ДИБОРИД ТАНТАЛА, ОБРАБОТАННЫЙ КОМПРЕССИОННЫМИ ПЛАЗМЕННЫМИ ПОТОКАМИ

В данной работе образцы диборида тантала TaB_2 , полученные методом безвакуумного электродугового синтеза, подвергались обработке компрессионным плазменным потоком (КПП). Использование рентгеноструктурного анализа (РФА), сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) позволило установить модифицирующее свойство плазменной обработки. В результате обработки компрессионными плазменными потоками увеличилась плотность и однородность поверхности образцов, установлено модифицирующее действие обработки на фазовый состав образцов.

Ключевые слова: диборид тантала; рентгенофазовый анализ; компрессионно-плазменные потоки.

TANTALUM DIBORIDE PROCESSED BY COMPRESSION-PLASMA FLOWS

V.V. Uglov¹⁾, I.V. Kondrus¹⁾, M.O. Kovalenko¹⁾, A.Ya. Pak²⁾, A.A. Svinukhova²⁾
¹⁾Belarusian State University, 4 Nezavisimosti Ave., 220030 Minsk, Belarus, uglov@bsu.by
²⁾National Research Tomsk Polytechnic University, 30 Lenin Ave., 634050 Tomsk, Russia

In this work, tantalum diboride TaB₂ samples obtained by vacuum-free electric arc synthesis were subjected to compression plasma flow (CPF) treatment. The use of X-ray diffractometry (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) allowed us to establish the modifying property of plasma treatment. As a result of treatment with compression-plasma flows, the density and homogeneity of the sample surface increased, and the modifying effect of the treatment on the phase composition of the samples was established.

Keywords: tantalum diboride; X-ray phase analysis; compression-plasma flows.

Введение

Дибориды металлов зарекомендовали себя как перспективные материалы, способные выдерживать условия экстремальной эксплуатации и при этом проявлять отличные физико-механические свойства [1-6]. Особенно интересной тематикой в современном материаловедении является получение диборидов тугоплавких металлов, таких как гафний, ванадий, тантал, ниобий и многих других [3-6]. Рассматриваемый в данной работе диборид тантала (ТаВ2) проявляет выдающиеся теплофизические и механические характеристики: высокая температура плавления (>3000°) [1], высокая твердость (\sim 25 ГПа) [4], хорошая химическая стойкость при повышенных температурах [3-5], что делает его крайне перспективными для применения в аэрокосмической отрасли.

Однако их постсинтетическая обработка остается сложной технологической задачей из-за высокой температуры плавления и низкой пластичности данных материалов [4, 5]. Распространенные методы постсинтетического спекания порошков диборидов тугоплавких металлов, такие как горячее прессование (ГП), искровое плазменное спекание (ИПС) и механохимическая активация, комбинированная с высокотемпературным спеканием – имеют ряд недостатков [6]. Так, применение горячего прессования является высокоэнергозатратным, позволяющим обрабатывать детали только простой цилиндрической формы, методом, в результате которого изза неравномерного распределения температуры происходят коалесценция зерен и развитие микродефектов, негативно сказывающихся на механических и теплофизических свойствах.

В этом контексте высокотемпературная плазма рассматривается как перспективный метод модификации структуры и свойств диборидов, позволяющий локально изменять их морфологию, состав и фазовое состояние [3, 4]. На сегодняшний день исследования [7, 8] показали, что плазменная обработка в процессе синтеза приводит к формированию наноструктурированных слоев, снижению пористости и улучшению механических характеристик, что открывает новые возможности для применения этих материалов в экстремальных условиях.

Тем не менее, еще мало известно о том, к каким результатам приводит обработка направленными высокотемпературными плазменными потоками на структурное и фазовое состояние диборидов тугоплавких металлов.

Материалы и методы исследования

Исходными материалами при приготовлении образцов TaB_2 были порошки тантала и бора. Синтез соединений диборидов тантала осуществлялся на лабораторном электродуговом реакторе в воздушной атмосфере. Подробное описание процесса получения порошкообразных соединений диборидов металлов изложен в работе [2].

После спекания массивные образцы диборидов тантала помещались в условия естественного охлаждения. Затем полученные образцы проходили обработку шлифовкой и полировкой.

Исследование по модификации поверхностных свойств проводилось с использованием компрессионных плазменных потоков (КПП) средних энергий, генерируемых газоразрядным магнитоплазменным компрессором компактной геометрии [7, 8]. Образцы в камере, заполненной атмосферой азота давлением 3 Тор, располагались на расстоянии 8 см от среза внутреннего электрода. Начальное напряжение накопителя энергии составляло 4 кВ, при

общей длительности разряда ~ 100 мкс. Образцы подвергались воздействию 3 импульсов КПП.

Анализ элементного состава и исследование морфологии поверхности образцов производились на растровом электронном микроскопе LEO 1455 VP при величине ускоряющего напряжения 20 кВ.

Фазовый состав образцов изучался методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре Rigaku Ultima IV с использованием медного излучения, $\lambda = 0.15418$ нм.

Результаты и их обсуждение

В исходном состоянии образца диборида тантала в результате фазового анализа (рис. 1) было выявлено наличие двух фаз Та $_3$ В4 и Та $_2$. В результате проведенного количественного рентгенофазового анализа данные фазы находились в соотношении 17.6 и 82.4 %, соответственно. Параметры решетки для орторомбической фазы Та $_3$ В4 составили: $_4$ = 3.279 $_4$ 0.003 Å, $_5$ = 13.979 $_4$ 0.009 Å, $_6$ = 3.127 $_4$ 0.006 Å, а для гексагональной фазы Та $_2$: $_6$ = 3.0953 $_4$ 0.0002 Å, $_6$ = 3.2253 $_4$ 0.0003 Å.

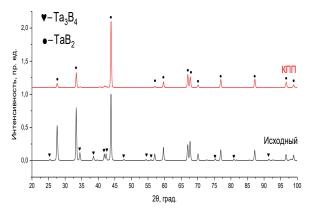


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы TaB_2 , в исходном состоянии и после обработки КПП (4 кВ, 3 имп.)

После обработки КПП соотношение орторомбической фазы Ta_3B_4 и гексагональной фазы TaB_2 составило 0.1 и 99.9 %, соответственно. Соответствующее перетектическое превращение $Ta_3B_4 + L \rightarrow TaB_2$ происходит через неконгруэнтное плавление тетрагональной фазы, диффузионное

перераспределение компонентов в сверх-быстро охлаждающемся расплаве и кристаллизации в виде гексагональной фазы [7, 8].

Стоит отметить, что обработка КПП не привела к изменению параметров решетки гексагональной фазы в рамках инструментальной погрешности определения.

Как показал анализ морфологии поверхности, проведенный с помощью растрового электронного микроскопа, после обработки КПП образцы ТаВ2, имевшие в исходном состоянии равноосную зеренную структуру с размером зерна порядка 2-5 мкм, приобрели упорядоченную игольчатую структуру. Длина такой структуры преимущественно вдоль вытянутого направления ~ 2 мкм, а ширина составляет 0.5 мкм. Также на поверхности появились трещины, обусловленные, главным образом, изменением плотности и пористости образовавшегося поверхностного слоя в сравнении с исходным спеченным состоянием образцов.

Заключение

Таким образом, обработка компрессионными плазменными потоками диборида тантала (ТаВ₂) приводит к уменьшению пористости образца и увеличению однофазности и однородности поверхностного слоя образца, следовательно, такая обработка является в целом положительной и позволяет улучшить важные эксплуатационные параметры для применения данного материала в аэрокосмической, ядерной и металлургической области.

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда проект № 25-19-00390 и Государственной программы научных исследований «Энергетические и ядерные процессы и технологии».

Библиографические ссылки

- 1. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник: в 3 т. Т. 1 / под ред. Н. П. Лякишева. Москва: Машиностроение; 1996. 992 с.
- Pak A.Y., Shanenkov I.I. Vacuumless synthesis of tungsten carbide in a self-shielding atmospheric plasma of DC arc discharge. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020; 93: 105343.
- 3. Sahoo S., Singh S.K. Densification and mechanical properties of ZrB₂–SiC composites. *Ceramics International* 2017; 43(17): 15561–15566.
- 4. Demirskyi D., Vasylkiv O. Consolidation and grain growth of tantalum diboride during spark plasma sintering. *Ceramics International* 2016; 42(15): 16674-16679.
- 5. Zhang X., Hilmas G.E. Synthesis, densification, and mechanical properties of TaB₂. *Materials Letters* 2008; 62(25): 4251-4253.
- 6. Ran S., Van der Biest O., Vleugels J. ZrB₂–SiC composites prepared by reactive pulsed electric current sintering. *Journal of the European Ceramic Society* 2010; 30(12): 2633-2642.
- Shymanski V.I., Uglov V.V., Cherenda N.N. Structure and phase composition of tungsten alloys modified by compression plasma flows and high-intense pulsed ion beam impacts. *Applied Surface Science* 2019; 491: 43-52.
- 8. Shymanski V.I., Uglov V.V., Cherenda N.N. Structure and phase composition of Nb/Ti system subjected to compression plasma flow impact. *Surface and Coatings Technology* 2015; 278: 183-189.