

## СПЕКАНИЕ МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ФОРВАКУУМНОГО ПЛАЗМЕННОГО ЭЛЕКТРОННОГО ИСТОЧНИКА

А.С. Климов<sup>1)</sup>, А.А. Зенин<sup>1)</sup>, И.Ю. Бакеев<sup>1)</sup>, А.Н. Гладышева<sup>1)</sup>, Е.М. Окс<sup>1)</sup>,<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,  
пр. Ленина 40, 634050 Томск, Россия

<sup>2)</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН, пр. Академический 2/3, Томск, Россия  
klimov@main.tusur.ru, zenin1988@gmail.com, bakeeviyu@mail.ru,  
anzhela.gladysheva@inbox.ru, oks@fet.tusur.ru

Методом электронно-лучевого спекания в форвакуумной области давления были получены металлокерамические спеченные образцы. В качестве материала для спекания была выбрана порошковая смесь, содержащая 20 % титана и 80 % оксидной керамики. Температура изотермической выдержки при спекании находилась в диапазоне 1400-1900 °С. Представлены зависимости плотности образцов от температуры спекания и распределения элементного состава по объему образцов.

**Ключевые слова:** оксидная керамика; электронно-лучевое спекание; элементный анализ; форвакуум; плазменный электронный источник.

## SINTERING OF METAL-CERAMIC POWDERS WITH USING FORE-VACUUM PLASMA ELECTRON SOURCE

A.S. Klimov<sup>1)</sup>, A.A. Zenin<sup>1)</sup>, I.Yu. Bakeev<sup>1)</sup>, A.N. Gladysheva<sup>1)</sup>, E.M. Oks<sup>1)</sup>,<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics,  
40 Lenin Ave., 634050 Tomsk, Russia

<sup>2)</sup>Institute of high-current electronics SB RAS, 2/3 Akademicheskoy Ave., 634055 Tomsk, Russia  
klimov@main.tusur.ru, zenin1988@gmail.com, bakeeviyu@mail.ru,  
anzhela.gladysheva@inbox.ru, oks@fet.tusur.ru

Metal-ceramic sintered samples were obtained by the method of electron-beam sintering in the forevacuum pressure range. As a material for sintering was chosen the powder mixture containing 20% titanium and 80% alumina ceramic. The temperature of isothermal exposure during sintering was in the range of 1400–1900 °C. The dependence of sample density on sintering temperature is presented. The dependences of the density of the samples on the sintering temperature and the distributions of the elemental composition over the volume of the samples are presented.

**Keywords:** alumina ceramic; electron beam sintering; elemental analysis; forevacuum; plasma electron source.

### Введение

В настоящее время все большее внимание уделяется улучшению физико-химических свойств уже имеющихся материалов, а также разработке и созданию новых, которые обладали бы уникальными качествами, за счет одновременного сочетания в себе свойств нескольких веществ. К данным материалам можно отнести градиентные композиционные материалы [1]. Они сочетают в себе твердость керамического материала и большую ударную вязкость металлического [2-3]. Их уникальной особенностью является плавное изменение механических свойств вследствие послойного спекания порошков различного состава. Также им присуща высокая термическая стойкость, что позволяет использовать данные материалы в различных областях деятельности, для которых характерны экстремальные условия эксплуатации.

Соединение двух или нескольких порошковых материалов можно получить при их спекании [4]. Данный процесс представляет собой операцию термической обработки с целью получения плотных и прочных материалов из порошковых изделий. Традиционные методы спекания в электрических печах не позволяют сохранить наноструктуру материала в процессе спекания компактов при

обеспечении требуемой формы, размеров, структуры и свойств изделий. Также снижается качество изделий вследствие высоких температур процесса, что приводит к образованию крупных зерен и неравномерностей на поверхности и в объеме образца [5].

Таким образом, наибольшее внимание в последнее время начали уделять нетрадиционным методам спекания, таким как лазерный, микроволновый и электронно-лучевой.

В данной работе приводятся результаты исследования материалов, полученных методом воздействия на образец низкоэнергетичным электронным пучком в форвакуумной области давлений.

### Материалы и методы исследования

Для подготовки образцов металлокерамики использовались порошки титана (Ti), а также оксидная мелкодисперсная керамика с размером частиц меньше 10 мкм. Процентное содержание порошковых смесей всех образцов был одинаковым: 20 % титана и 80 % оксидной керамики. Различной для образцов была температура выдержки, она лежала в диапазоне от 1400 до 1900 °С. Исследование структуры, элементного состава используемых материалов, а также полученных

металлокерамических порошков после спекания осуществлялось с помощью электронного сканирующего микроскопа Hitachi S-3400N с приставкой энергодисперсионного анализа Bruker XFlash 5010.

Смешивание исходных порошков проводилось в пластиковых тарах. Для определения необходимой дозировки данные порошки взвешивались с помощью профессиональных сверхточных весов FC-20 с пределом измерения 20 г и погрешностью 0.001 г. Масса исследуемых образцов до прессовки составляла порядка 0.5 г.

Перед спеканием осуществлялось холодное двусторонне прессование в пресс-формах при комнатной температуре и атмосферном давлении подготовленных порошковых смесей.

В качестве источника нагрева для спекания использовался форвакуумный плазменный источник электронов. Основные параметры источника представлены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры форвакуумного плазменного источника электронов

Table 1. Parameters of fore-vacuum plasma electron source

Ускоряющее напряжение $U_a$ , кВ	2-19 кВ
Ток разряда	0.1-1.5 А
Ток пучка	5-200 мА
Диаметр пучка	от 0.5 мм
Режим работы	непрерывный
Время непрерывной работы	до 8 часов
Рабочие газы	воздух, гелий, аргон, кислород, азот, углеводороды
Давление газа	20-30 Па – оптимальное

Спекание прессовок проводилось на экспериментальной установке, которая схематично изображена на рис. 1.

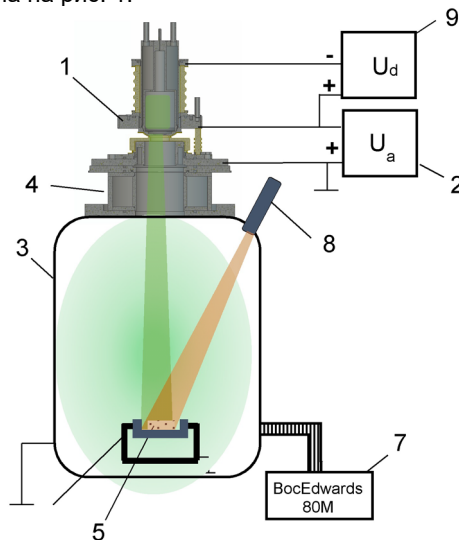


Рис. 1. Схема экспериментальной установки

Fig. 1. Scheme of experimental setup

Эмиссия электронов из плазмы и формирование пучка происходит в форвакуумном плазменном источнике электронов (1), напряжение на который подается с высоковольтного источника питания (2). Данный источник электронов устанавливается на

фланце вакуумной камеры (3). С помощью магнитной фокусирующей катушки (4) осуществляется фокусировка пучка за счет изменения протекающего в ней тока. Данный пучок направляется на обрабатываемый образец (5), который располагается в графитовом тигле (6). Давление в камере составляет порядка 30 Па и создается с помощью механического насоса (7) VocEdwards80M. Вакуумная камера предварительно откачивается до давления 5 Па, затем через механический натекаль напускается рабочий газ – гелий до рабочего давления. Для измерения температуры на поверхности образца используется инфракрасный пирометр Raytek (8) с диапазоном измерения 500-3000 °С. Значения температуры выводились на экран компьютера, а также имелась возможность сохранения их в файл.

## Экспериментальные результаты

На рисунке 2 показан график температурной зависимости образцов в процессе спекания.

В таблице 2 приведены параметры образцов до и после спекания.

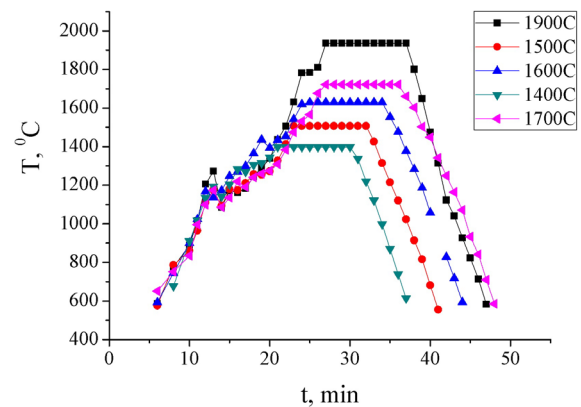


Рис. 2. Зависимость температуры на поверхности образца от времени процесса спекания

Fig. 2. Dependence of the temperature on the surface of the sample from the time of sintering

Таблица 2. Параметры образцов до и после спекания

Table 2. Parameters of samples before and after sintering

№	T, °C	Спекание	m, г	d, мм	h, мм	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>
1	1400	до	0.478	10.31	3.24	1.768
		после	0.463	9.57-10.21	3.24	1.861
2	1500	до	0.47	0.32	3.18	1.768
		после	0.451	9.16-9.74	3.05	2.109
3	1600	до	0.474	10.3	3.27	1.741
		после	0.454	8.87-9.29	3.05	2.3
4	1700	до	0.478	10.3	3.15	1.8
		после	0.442	8.88-9.25	2.92	2.345
5	1900	до	0.5	10.35	3.52	1.689
		после	0.427	8.6	2.76	2.665

Из графика, представленного на рис. 2, видно, что нагрев образцов происходил практически равномерно и одинаково. Выдержка образцов при за-

данной температуре происходила в течении 10 минут. С увеличением ускоряющего напряжения происходило увеличение мощности электронного пучка, что приводило к увеличению температуры на поверхности образца. С увеличением температуры выдержки уменьшаются геометрические размеры образцов и увеличивается их плотность (рис. 3), что подтверждает проведенную операцию спекания.

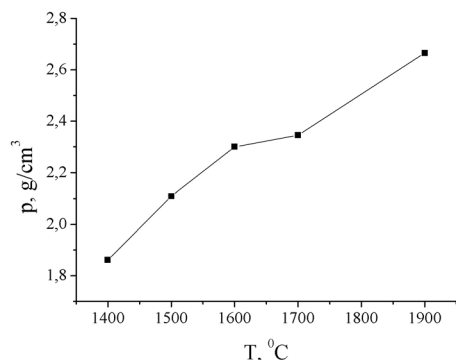


Рис. 3. Зависимости плотности спеченных образцов от температуры выдержки

Fig. 3. The dependence of the density of the sintered sample from the temperature of exposure

Для исследования состава образца по объему они заливались эпоксидной смолой и разрезались по диаметру. С помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-3400N были получены фотографии образцов в сечении. На рисунке 4 показано распределение элементов по сечению образца № 3. Содержание алюминия и кислорода оказалось равномерным по объему образца, в то время как содержание титана неравномерно. Наибольшая концентрация титана оказалась на поверхности. Можно сделать вывод, что во время спекания образца образовалась некая «рамка», в которой количество титана больше, чем в остальном объеме образца. Распределение элементов, таким образом, может быть объяснено расплавлением титана и выходом его на поверхность за счет капиллярных сил.

Такое распределение титана требует проведения дальнейших исследований.

### Заключение

Спекание металлокерамических смесей порошков электронным источником в форвакуумной области давлений позволяет получать градиентные материалы с неоднородным распределением элементов по глубине образцов. С ростом температуры изотермической выдержки повышается плотность спеченного материала.

### Библиографические ссылки

1. Mortensen A., Suresh S. Functionally graded metals and metal-ceramic composites: Part 1 Processing. *International materials reviews* 1995; 40: 239-265.
2. Naebe M., Shirvanimoghaddam K. Functionally graded materials: A review of fabrication and properties. *Applied Materials Today* 2016; 5: 223-245.

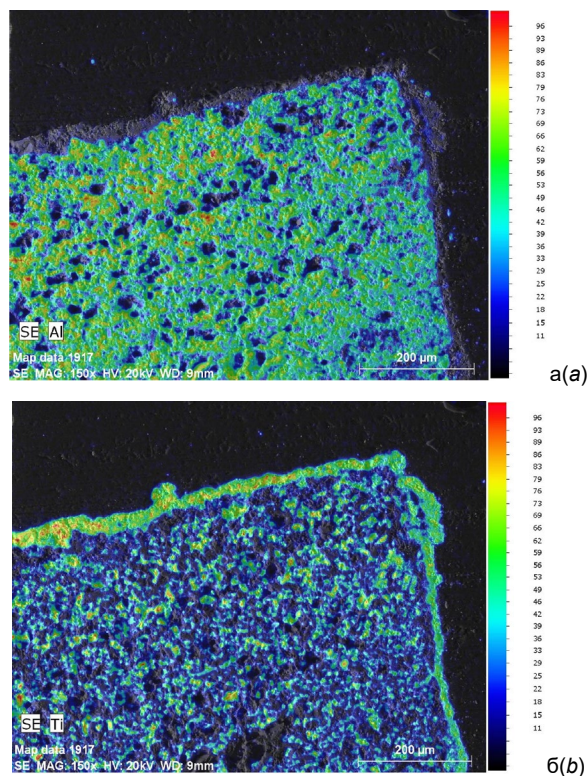


Рис. 4. Карта распределения элементов для образца с температурой выдержки 1600 °C: а - содержание алюминия (Al); б - содержание титана (Ti)

Fig. 4. Map of distribution of elements for a sample with a holding temperature of 1600 °C: aluminum content (Al) (a); the content of titanium (Ti) (b)

3. Marković S., Uskoković D. The master sintering curves for BaTi<sub>0.975</sub>Sn<sub>0.025</sub>O<sub>3</sub>/BaTi<sub>0.85</sub>Sn<sub>0.15</sub>O<sub>3</sub> functionally graded materials. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2009; 29: 2309-2316.
4. Rabin B.H., Williamson R.L. Design and Fabrication of Ceramic-Metal Gradient Materials. *Processing and Fabrication of Advanced Materials III* 1994: 145-154.
5. Казаков А.В., Климов А.С. Спекание алюмооксидной керамики электронным пучком в форвакууме. *Современные материалы техники и технологии* 2015; 2(2): 59-64.

### References

1. Mortensen A., Suresh S. Functionally graded metals and metal-ceramic composites: Part 1 Processing. *International materials reviews* 1995; 40: 239-265.
2. Naebe M., Shirvanimoghaddam K. Functionally graded materials: A review of fabrication and properties. *Applied Materials Today* 2016; 5: 223-245.
3. Marković S., Uskoković D. The master sintering curves for BaTi<sub>0.975</sub>Sn<sub>0.025</sub>O<sub>3</sub>/BaTi<sub>0.85</sub>Sn<sub>0.15</sub>O<sub>3</sub> functionally graded materials. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2009; 29: 2309-2316.
4. Rabin B.H., Williamson R.L. Design and Fabrication of Ceramic-Metal Gradient Materials. *Processing and Fabrication of Advanced Materials III* 1994: 145-154.
5. Kazakov A.V., Klimov A.S. Spkanie alyumooksidnoy keramiki elektronnym puchkom v forvakuume [Sintering of alumina ceramic by and electron beam in the forevacuum]. *Sovremennye materialy tekhniki i tekhnologii* 2015; 2(2): 59-64. (In Russian).