

Некоммерческое акционерное общество
«Университет имени Шакарима города Семей»

УДК 621.762

На правах рукописи

МУХАМЕДОВА НУРИЯ МЕЙРАМКАНОВНА

**Исследование структурно-фазового состояния и физико-механических
свойств материала на основе кремния и технического углерода**

6D072300 – «Техническая физика»

Диссертация на соискание степени
доктора философии (PhD)

Научные консультанты:
д.ф.-м.н., профессор М.К. Скаков (РК);
PhD, ассоциированный профессор
Ш.Р. Курбанбеков (РК)

Зарубежный научный консультант:
dr. hab. inż., prof. Wojciech Wieleba (ПИ)

Республика Казахстан
Семей, 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
ОПРЕДЕЛЕНИЯ	5
ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ	6
ВВЕДЕНИЕ	7
1 СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ	12
1.1. Структурно-фазовые состояния карбидокремниевой керамики	12
1.2 Физико-механические свойства материалов на основе SiC.....	20
1.3 Методы и технологии получения материалов на основе карбида кремния ..	23
1.4 Применение карбидокремниевых материалов.....	25
1.5 Заключение по аналитическому обзору, постановка цели и задач исследований	29
2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	31
2.1 Материалы исследования.....	31
2.2 Соотношение исходных компонентов	31
2.3 Формирование однородных порошковых композиций и их последующее спекание	32
2.3.1 Механоактивация порошковых композиций	32
2.3.2 Методика индукционного нагрева	33
2.3.3 Методика проведения искроплазменного спекания	35
2.4 Методы исследования карбидокремниевой керамики	37
2.4.1 Рентгеноструктурный фазовый анализ	37
2.4.2 Растровая электронная микроскопия	38
2.4.3 Просвечивающая электронная микроскопия	38
2.4.4 Плотность, пористость материала	39
2.4.5 Твердость материала	41
2.4.6 Испытания на износостойкость	42
2.4.7 Предел прочности.....	43
3 РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ	44
3.1 Определение чистоты исходных компонентов.....	44
3.2 Получение керамического карбидокремниевое материала методом индукционного нагрева на стенде ВЧГ-135	47
3.3 Получение карбидокремниевой керамики методом искроплазменного спекания.....	50
Выводы по третьей главе	51
4 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ИНДУКЦИОННОГО НАГРЕВА	52
4.1 Структурные образования в карбидокремниевой керамике при индукционном нагреве.....	52

4.2 Фазообразование карбидокремниевой керамики, спеченной индукционным методом.....	56
Выводы по четвертой главе	60
5 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ ОБРАЗЦОВ	
КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ	
ИСКРОПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ	61
5.1 Влияние параметров ИПС на структурно-фазовые характеристики карбидокремниевой керамики	61
5.1.1 Формирование микроструктуры материалов на основе SiC при проведении ИПС.....	61
5.1.2 Фазовые образования карбидокремниевой керамики после высокотемпературного воздействия ИПС	69
5.2 Зависимость свойств керамического материала от параметров ИПС	76
5.2.1 Влияние температуры спекания на коэффициент трения	76
5.2.2 Воздействие параметров ИПС на интенсивность износа карбидокремниевой керамики	87
5.2.3 Влияние параметров ИПС на плотность и пористость материала на основе SiC.....	88
5.2.4 Предел прочности карбидокремниевой керамики при ее получении методом ИПС.....	91
Выводы по пятой главе	94
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	96
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	100
ПРИЛОЖЕНИЕ А Патент и авторское свидетельство на изобретение.....	111
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Акт внедрения результатов работы в деятельность филиала «ИАЭ».....	113
ПРИЛОЖЕНИЕ В Акт внедрения результатов работы в учебный процесс ..	114

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В ходе выполнения диссертационной работы были использованы следующие нормативные ссылки:

ГОСТ 7.1. Библиографическая запись. Библиографическое описание. Общие требования и правила составления, 2003.

ГОСТ 2169-69. Кремний технический. Технические условия. – М.: Изд-во стандартов, 1970.

ГОСТ 17022-81. Графит. Типы, марки и общие технические требования. – М.: Изд-во стандартов, 1982.

ГОСТ 23775-79. Методы определения предела прочности на сжатие, изгиб, разрыв (диаметральное сжатие). – М.: Изд-во стандартов, 1979.

ГОСТ 9450-76. Металлы. Измерение твердости по Виккерсу. – М.: Изд-во стандартов, 1975.

ГОСТ 25.503-97. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. М.: Изд-во стандартов, 1997.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящей диссертации применяют следующие термины с соответствующими определениями:

Износостойкость – свойство материала оказывать сопротивление изнашиванию в определенных условиях трения, оцениваемое величиной, обратной скорости изнашивания или интенсивности изнашивания.

Индукционный нагрев – метод бесконтактного нагрева электропроводящих материалов токами высокой частоты и большой величины.

Искроплазменное спекание – это совмещение методов горячего прессования и электростимулированного спекания. В композициях основным средством спекания является процесс консолидации порошка под действием импульсных токов и разрядной плазмы.

Коррозионная стойкость – способность материалов сопротивляться коррозии, определяющаяся скоростью коррозии в данных условиях. Для оценки скорости коррозии используются как качественные, так и количественные характеристики.

Коэффициент термического линейного расширения – физическая величина, характеризующая относительное изменение объема или линейных размеров тела с увеличением температуры на 1 К при постоянном давлении.

Механоактивация – активирование твердых веществ их механической обработкой. Измельчение в ударном, ударностирающем или истирающем режимах, приводящее к накоплению структурных дефектов, увеличению кривизны поверхности, фазовым превращениям и даже аморфизации кристаллов, что влияет на их химическую активность.

Радиационная стойкость – способность веществ сохранять свои характеристики, например, физико-механические, электрические и прочие, под воздействием радиации.

Термостойкость – свойство материалов противостоять, не разрушаясь, напряжениям, вызванным изменением температуры.

Теплоемкость – физическая величина, определяемая как отношение количества теплоты, поглощаемой/выделяемой термодинамической системой при бесконечно малом изменении ее температуры, к величине этого изменения.

Теплопроводность – способность материальных тел проводить тепловую энергию от более нагретых частей тела к менее нагретым частям тела путем хаотического движения частиц тела (атомов, молекул, электронов и т. п.).

Трибология – это наука об износе, трении и смазке, изучающая поведение взаимодействующих поверхностей и других трибоэлементов при относительном движении в естественных и искусственных системах.

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ВЧГ	–	Высокочастотный генератор
ИАЭ НЯЦ РК	–	Институт атомной энергии Национального ядерного центра Республики Казахстан
ИПС	–	Искроплазменное спекание
КТЛР	–	Коэффициент термического линейного расширения
МА	–	Механическая активация
МОН РК	–	Министерство образования и науки Республики Казахстан
РК	–	Республика Казахстан
СЭМ	–	Сканирующий электронный микроскоп
ЭДС	–	Энергодисперсионный спектрометр
COD	–	Crystallography open database (открытая база данных кристаллографии)
PDF-2 ICDD	–	A comprehensive database of powder diffraction patterns (обширная база данных порошковых дифрактограмм)
σ	–	Предел прочности, МПа

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

В настоящее время промышленность Казахстана претерпевает большие изменения, это приводит к тому, что необходимо создавать новые технологии и способы получения принципиально новых материалов и совершенствования уже используемых, которые будут способствовать не только развитию научной области, но и отдельных секторов промышленности.

Карбидокремниевая керамика обладает такими свойствами, как высокая термopрочность, термостойкость, коррозионная стойкость, износостойкость, устойчивость к агрессивным средам. Также исследования карбида кремния показывают, что он обладает такими важными характеристиками, как высокая стойкость к повышенным температурам, химическая стабильность, а также стойкость к радиационному воздействию.

На сегодняшний день областью применения таких материалов является машиностроение, металлургия, химическая промышленность, атомная промышленность и т.д. Стоит отметить, что материалы на основе карбида кремния применяют в энергетических реакторах в качестве слоя триструктурально-изотропного покрытия для элементов ядерного топлива, в машиностроении в качестве торцевых механических уплотнителей, компонента композитной брони и дисковых тормозов. Кроме того, данный материал рассматривается как кандидатный материал оболочки твэлов ядерных энергетических реакторов [1-5].

Известно, множество технологий, позволяющих получить материалы на основе карбида кремния. Традиционные, известные всему миру способы и технологии получения карбидокремниевых материалов заключаются в пропитке графитовой заготовки жидким кремнием, или же горячем прессовании кремния и углерода с применением эвтектических добавок.

На сегодняшний день производство материалов на основе карбида кремния в Казахстане отсутствует, а тем более с применением вторичных продуктов промышленности в качестве исходных компонентов.

В связи с вышеуказанным является актуальным получить карбидокремниевый материал с использованием в качестве исходных компонентов вторичные продукты промышленности, таких как графитовый и кварцевый лом.

Также стоит отметить, что согласно Государственной программе индустриально-инновационного развития Республики Казахстан, утвержденной Указом Президента Республики Казахстан № 874 от 1 августа 2014 года необходимо придание нового уровня технологичности приоритетным секторам обрабатывающей промышленности и создание основы для их развития.

Целью настоящей диссертационной работы является разработка способа получения карбидокремниевых материалов с использованием в качестве исходных компонентов вторичные продукты промышленности, свойства,

которых не уступают аналогичным материалам, полученным известными способами.

Для реализации данной цели были поставлены следующие основные задачи исследования:

- получить карбидокремниевую керамику методом индукционного нагрева;
- получить карбидокремниевую керамику методом искроплазменного спекания;
- оценить количество фазы SiC, образовавшуюся в опытных образцах, полученных методами индукционного нагрева и ИПС;
- изучить физико-механические характеристики полученного карбидокремниевого материала;
- установить особенности влияния параметров твердофазного спекания на структуру и свойства полученного керамического материала.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Способ получения карбидокремниевой керамики с использованием в качестве исходных компонентов вторичные продукты промышленности.
2. Влияние основных термодинамических параметров спекания на изменения структурно-фазового состава карбидокремниевой керамики.
3. Изменение физико-механических свойств карбидокремниевой керамики в зависимости от параметров спекания.

Научная новизна диссертационной работы заключается в том, что:

1. Впервые разработан способ получения карбидокремниевого материала с использованием вторичных продуктов промышленности в качестве исходных компонентов (Патент РК на изобретение №32057. бюл. №9, опуб. 15.05.2017 г.).
2. Впервые получена карбидокремниевая керамика методом искроплазменного спекания с использованием в качестве исходных компонентов кварцевый и графитовый лом.
3. Установлены особенности структурно-фазового состояния и физико-механических свойств карбидокремниевой керамики, полученной методом ИПС.

Предмет исследования: Структурно-фазовый состав и физико-механические свойства карбидокремниевой керамики, полученной с применением разработанного способа спекания.

Объект исследования: материал из карбидокремниевой керамики, полученный путем индукционного и искроплазменного спекания графитового и кварцевого лома.

Методы исследования:

- сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия;
- рентгеноструктурный анализ;
- статистические и численные методы;
- физические и механические методы испытания.

Практическая значимость

Полученные результаты могут быть востребованы и использованы при проектировании предприятий по производству карбидокремниевой керамики и выпуску изделий из нее для различных отраслей промышленности Казахстана, таких как машиностроение, ядерная энергетика, нефтедобывающая и др.

Разработанный способ получения материала на основе кремния и технического углерода с использованием вторичных продуктов промышленности в качестве исходных компонентов защищен авторским свидетельством и может быть использован практиками-материаловедами для создания материала, обладающего улучшенными физико-механическими и трибологическими свойствами.

Полученные результаты применимы в научном и учебном процессе, что подтверждается наличием актов внедрения в деятельность филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК и НАО «Университет имени Шакарима города Семей».

Личный вклад автора

Личный вклад автора состоит в постановке задач исследования, анализе литературных данных и патентном поиске, участии в экспериментах по получению образцов карбидокремниевой керамики, расчету исходных компонентов на основе стехиометрии и температурного режима нагрева для индукционного и искроплазменного спекания. Совместно со специалистами Филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК были проведены электронно-микроскопические, металлографические, рентгеноструктурные и физико-механические исследования образцов полученной карбидокремниевой керамики. Анализ полученных результатов и формулировка основных выводов проведены совместно с научными консультантами.

Связь темы с планами научно-исследовательских программ

Основные экспериментальные результаты настоящей диссертационной работы были получены при финансовой поддержке Государственного учреждения «Комитет науки Министерства образования и науки Республики Казахстан» в рамках Договора №271 от 12.02.2015 года по теме «Способ получения силицированного графита».

Степень обоснованности и достоверности результатов, полученных в работе, обеспечивается корректностью, точностью и оригинальностью поставленных задач, применением хорошо апробированных экспериментальных методов и методик исследования, большим объемом экспериментальных данных, их статистической обработкой и сопоставлением полученных данных с ранее опубликованными результатами исследований известных ученых СНГ и дальнего зарубежья. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МОН РК, в рецензируемых зарубежных научных журналах, входящих в базы данных компаний Thomson Reuters, Scopus, а также в сборниках материалов международных и отечественных конференций.

Апробация результатов работы

Основные результаты диссертационной работы были представлены на 6 международных конференциях:

1. XXII Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика», Национальный исследовательский университет МЭИ (г. Москва, Россия, 25-26 февраля 2016 г.);

2. XI международная научно-техническая конференция «Eurasia Science» (г. Москва, Россия, 31 октября 2017 г);

3. XVI Курчатовская междисциплинарная молодежная научная школа, посвященная 75 летнему юбилею НИЦ «Курчатовский институт» (г. Москва, Россия, 6-9 ноября 2018 г);

4. V Международная конференция «Фундаментальные основы механохимических технологий» (FBMT-2018) (г. Новосибирск, Россия, 25-28 июня 2018 г);

5. VIII Международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала», Национальный ядерный центр Республики Казахстан (г. Курчатов, Казахстан, 11-13 сентября 2018 г.);

6. IX Международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала», Национальный ядерный центр Республики Казахстан (г. Курчатов, Казахстан, 7-9 сентября 2021 г.).

А также на 2 конференциях-конкурсах:

1. XV Конференция-конкурс НИОКР молодых ученых и специалистов РГП НЯЦ РК, Национальный ядерный центр РК, (г. Курчатов, Казахстан, 18-20 мая 2016 г.);

2. XVI Конференция-конкурс НИОКР молодых ученых и специалистов РГП НЯЦ РК, Национальный ядерный центр РК, (г. Курчатов, Казахстан, 3-5 мая 2017 г.).

Кроме того, основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры «Техническая физика и теплоэнергетика», на объединенных научных семинарах инженерно-технологического факультета НАО «Университет имени Шакарима города Семей», на Научно-техническом совете НАО «Университет имени Шакарима города Семей», Казахско-польских научных семинарах докторантов PhD во Вроцлавском университете науки и технологии (Wrocław University of Science and Technology) (г. Вроцлав, Польша), а также на научно-технических советах РГП НЯЦ РК и Филиала «Института Атомной Энергии» РГП НЯЦ РК.

Публикации

Всего по теме диссертации опубликованы 18 печатных работ в соавторстве, из них: 8 работ (7 статей, 1 патент на изобретение Республики Казахстан) опубликованы в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МОН РК; 1 статья

опубликована в зарубежном научном издании, входящего в базы данных Scopus и Web of Science); 3 статьи опубликованы в других изданиях; 6 тезисов и докладов в сборниках материалов международных и республиканских конференций.

Структура и объем диссертации

Работа состоит из введения, пяти разделов, заключения, списка использованных источников и приложений. Диссертационная работа изложена на 114 страницах, содержит 73 иллюстраций, 11 таблиц, 28 формул и список использованных источников из 141 наименования.

1 СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ

Настоящая глава содержит обзор научно-технической литературы и результаты патентного поиска, посвященные исследованиям карбидокремниевой керамики, а также ее последующего применения в промышленности РК. Особое внимание было уделено структурно-фазовому состоянию и физико-механическим свойствам керамики, полученной известными на сегодняшний день методами. На основе анализа литературных данных выполнена постановка задач исследования.

1.1. Структурно-фазовые состояния карбидокремниевой керамики

В качестве промышленного материала карбид кремния (SiC) используется с прошлого века. Благодаря таким свойствам, как сохранение прочности при высоких температурах (термостойкость), стойкости к окислению, высокой теплопроводности и износостойкости карбидокремниевые материалы были выделены как одни из важных конструкционных материалов. Такое сочетание свойств обусловлено высококовалентной (до 88%) химической связью между атомами кремния и углерода [6-8].

Однако, из-за крайне низкого коэффициента самодиффузии, уплотнение порошков карбида кремния при его изготовлении возможно только при высоком давлении и температуре, превышающей 1500 °С. В связи с этим, для успешного спекания карбида кремния необходимо использование вспомогательных средств и добавок, что приводит к усложнению метода получения данного рода материала [9-10].

Карбидокремниевые материалы имеют равноосную и мелкозернистую микроструктуру с размером зерна от 1 до 4 мкм, обладают хорошей жаропрочностью и стойкостью к окислению [11-14], также имеют высокодефектную прочность при комнатной температуре [15-19].

Среди разработанных к настоящему времени методов получения плотного карбидокремниевых материала, наиболее распространенными методами являются:

- спекание без давления в твердом состоянии (SiC);
- инфильтрация реакции связанного карбида кремния с расплавленным кремнием (SiSiC);
- горячее прессование.

Однако материалы, полученные с применением вышперечисленных методов имеют такой недостаток, как аномальный рост зерен, что приводит к анизотропии. Данный недостаток возникает вследствие проведения длительного спекания при высокой температуре и высоком давлении [20-33].

Фундаментальной структурной единицей карбида кремния является ковалентносвязанный первично-упорядоченный тетраэдр SiC₄, либо CSi₄. Из-за разницы в электроотрицательности между атомами кремния и углерода,

ионный вклад в связь которого составляет около 12%, можно оценить по формуле Полинга [34-36].

Наиболее примечательной особенностью кристаллической структуры карбида кремния является его политипизм, заключающийся в том, что кристаллическая структура имеет ряд различных одномерных упорядоченных последовательностей без каких-либо изменений в стехиометрии [36-40].

Кристаллы SiC представлены в ряде модификаций, имеющих как гексагональную, так и тригональную симметрию. Оттом в своих работах было показано, что все кристаллографические модификации SiC имеют на самом деле очень похожую структуру: все они состоят из одинаковых слоев, перпендикулярных шестиугольной или тригональной оси. Однако в направлении этих осей каждая структура имеет свое собственное расстояние повторения, возникающее в результате характерного изменения укладки из одинаковых слоев. Тетраэдры SiC_4 или CSi_4 выстроены так, что атомы находятся на узлах правильных шестиугольных сетей в параллельных плоскостях, как показано на рисунке 1 [41-43]. Расстояния от плоскости углерода до соседних плоскостей кремния имеют соотношение 1:3 по отношению к межплоскостному расстоянию углерод-углерод. Это приводит к тому, что ось симметрии перпендикулярна и полярна этим плоскостям.

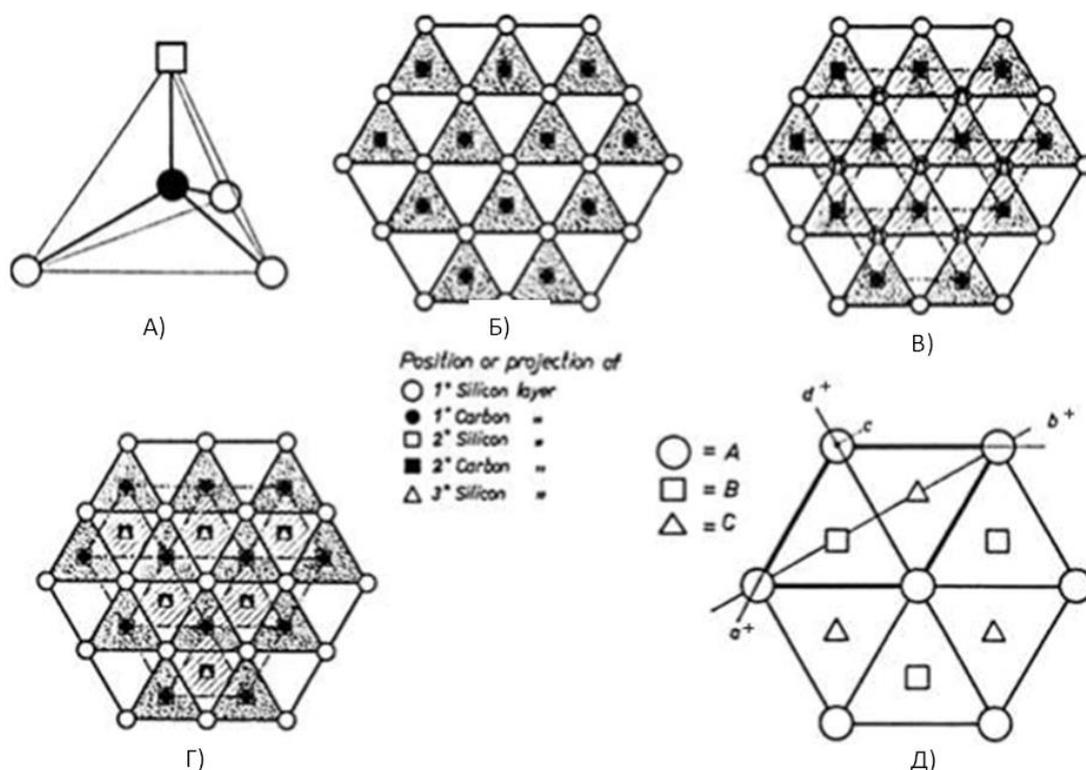


Рисунок 1 – Позиции атомов кремния и углерода в карбиде кремния [8, с. 15]

Атом углерода, который находится над центральной частью треугольника, образовался за счет налипания трех атомов кремния в шестиугольной кремниевой сети. Четвертый атом кремния, который относится ко второму

слою кремния и связан с этим атомом углеродом, имеет ту же проекцию, что и этот атом кремния (рисунок 1а и 1б). Атомы же третьего слоя кремния соединены также с атомами второго углеродного слоя и могут занимать положение, имеющее свою проекцию на атомы первого слоя кремния (рисунок 1в) или на центр треугольника, не покрытого проекциями атомов первого углеродного слоя (рисунок 1г).

Одинаковые последовательные слои тетраэдров ориентированы либо параллельно (рисунок 1б), либо антипараллельно (рисунок 1в). Различные структуры возникают вследствие того, что характерная последовательность чередования тетраэдрических слоев образует повторяющееся звено.

На основании вышеприведенного, стоит отметить, что образование кубической структуры происходит при том условии, что каждый второй слой параллелен предыдущему слою, а образование гексагонального типа происходит в случае антипараллельности каждого второго слоя относительно предыдущего слоя.

Другой способ визуализации структурообразования в поли типах SiC показан на рисунке 2. Различные политипные структуры, могут быть представлены в виде полярных каркасов, образованных слоями тетраэдров SiC₄ или CSi₄, в которых все тетраэдры имеют одну вершину вне плоскости слоя.

Следуя обозначениям, предложенным Ягодзинским в работах [44, 45], любой отдельный слой в этих последовательностях укладки может быть описан как имеющий локальную кубическую (k) или шестиугольную (h) кристаллическую решетку.

Как видно из рисунка 2, последовательность укладки политипа, приводит к структуре, которая может быть получена из кубического политипа двойника вращения на границе через каждые три слоя.

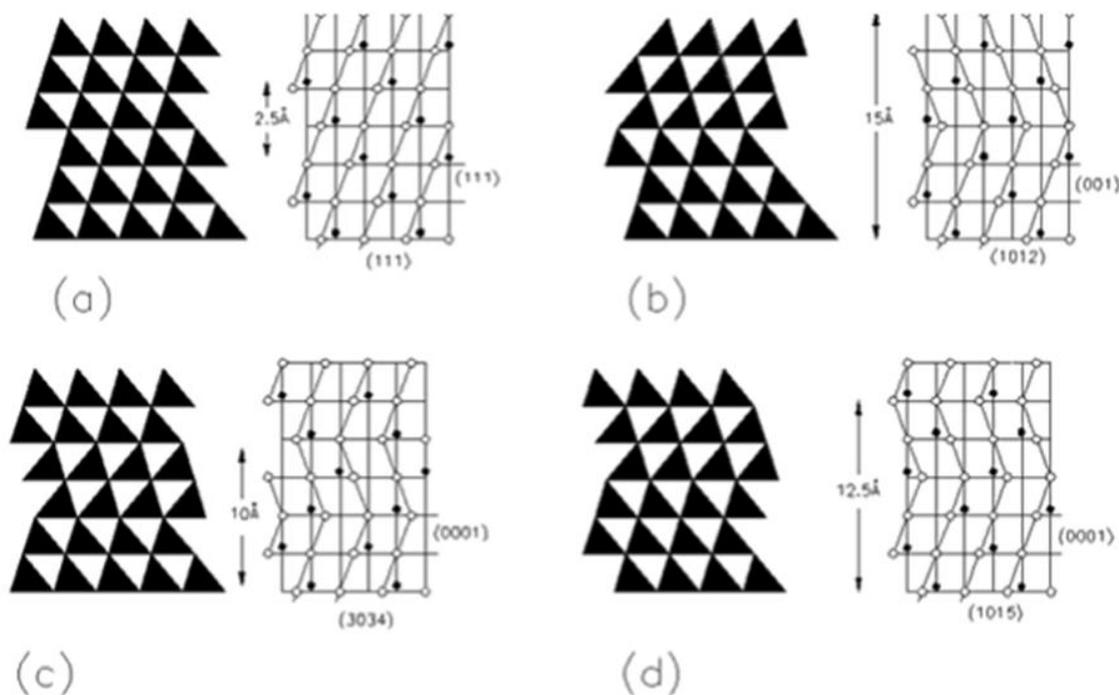


Рисунок 2 – Схема основных политипов карбида кремния [2, с. 19]

Первым, кто попытался объяснить причину политипизма SiC был Лундквист. Он предположил, что образование политипов контролируется примесями. Идея заключалась в том, что определенные примеси могут стабилизировать некоторые обычные малопериодические политипы. Однако существование большого количества долгопериодических политипов приводит к выводу о том, что стабилизация примесей не может быть единственным эффектом, который необходимо учитывать.

Также было предложено много других теорий обширного политипизма SiC, в частности, для объяснения возникновения политипов с очень длинным периодом, таких как 1560H или 4680R и т. д. Однако до сих пор нет ни одной простой теории, которая может удовлетворить и объяснить все экспериментальные данные.

Существующие теории политипизма карбида кремния можно разделить на две категории: теории, основанные на кинетических соображениях роста, а также те, которые вытекают из термодинамической основы.

Почти все теории роста можно рассматривать как вариации теории спирали, рост вокруг винтовой дислокации [34, с.2689] с повторением политипа, определяемым высотой ступени спирали. Ряд экспериментальных наблюдений поддерживают эту теорию, включая открытие спиралей роста и измерения высоты ступеней на поверхности кристаллов.

Основной аргумент в пользу этого механизма, заключается в том, что он позволяет объяснить образование практически любого политипа, особенно когда теория модифицируется, чтобы включить спиральный рост в разломных структурах [36, с. 95]. Другая модификация этой теории спирального роста была предложена Вандом и Ханоккой [41, с. 70], которые предположили, что дислокация является результатом эпитаксиального роста на инородном теле.

Мадрикс и Стейнбергер [42, с.106], которые предположили, что дефекты упаковки, возникающие во время роста, впоследствии расширяются вокруг винтовой дислокации, образуя регулярный массив дефекта упаковки и новый политип. Однако не было проведено ни одного эксперимента в подтверждение данной теории.

Кроме того, было несколько предложений относительно того, как могут возникнуть большие векторы Бюргерса для начальной дислокации, либо по отдельности или в результате близко расположенного скопления дислокаций.

Таким образом, образование различных политипов SiC, по-видимому, остается не до конца изученными. Из-за ряда очевидных несоответствий теории спирального роста Ягодзинский [43, с. 225] предложил теорию, основанную на равновесной термодинамической основе. Он предположил, что кубический политип был наиболее стабильным, а все остальные возникли в результате упорядочения разломом внутри этой структуры, т.е., трансформация после роста.

Также применение энергетического подхода, использовал Шнеер [46]. Он интерпретировал политипизм как явление порядок-беспорядок. Однако такая модель связывает определенный температурный диапазон для каждого

политипа, хотя обычно это не наблюдается. Из-за особенностей строения политипов SiC ожидаются небольшие различия во внутренних энергиях. Однако, по измерениям длины связи и ширины запрещенной зоны, становится очевидным, что они не являются незначительными. Установлено, что политип 2H имеет наибольшую ширину запрещающей зоны и, следовательно, наибольшую энергию связи.

Из этих измерений можно сделать вывод, что наиболее распространенными и стабильными политипами являются 2H и 3C [47]. Однако их возникновение на начальных стадиях роста в диапазоне температур 1673÷2273 К может быть связан с его высокой симметрией. Эти факторы могут привести к легкому зарождению и быстрому росту по нескольким направлениям с образованием крупных кристаллов, ограниченных низкоэнергетической формой [48].

Параметры политипов карбида кремния приведены на рисунке 3.

Параметр политипа		3C-SiC	2H-SiC	4H-SiC	6H-SiC
Структурная группа		<i>F43m</i>	<i>P63mc</i>	<i>P63mc</i>	<i>P63mc</i>
Гексагональность, %		0	100	50	33
Чередование слоев (рисунок 1.1.1)		<i>ABC</i>	<i>AB</i>	<i>ABCB</i>	<i>ABCACB</i>
Период решетки, нм	<i>a</i>	0,43589 – 0,43596	0,30753 – 0,30810	0,3070 – 0,3081	0,3073 – 0,3081
	<i>c</i>	–	0,5031 – 0,5048	1,0053 – 1,0080	1,51092 – 1,51200
Табличные значения, нм	<i>a</i>	0,4359	0,3079	0,3073	0,3080
	<i>c</i>	–	0,5053	1,053	1,5117
Плотность, г/см ³		3,215	3,219	3,215	3,212
Ширина запрещенной зоны, эВ		2,39	3,33	3,26	3,02
Подвижность электронов при 300 К, см ² ·В ⁻¹ ·С ⁻¹		≤1000	–	≤850	≤450
Подвижность дырок при 300 К, см ² ·В ⁻¹ ·С ⁻¹		≤40	–	≤120	≤100

Рисунок 3 – Параметры политипов карбида кремния [2, с. 20]

Коллективом авторов таких работ как [47, с. 15], было установлено, что путем сшивки либо совмещения атомов можно получить полиморфные разновидности карбидокремниевой керамики из наноструктур-предшественников. Условием для такого превращения является расположение всех атомов предшественников в эквивалентных кристаллографических состояниях. Фазы карбида кремния, полученные модельным синтезом, вероятнее всего не могут быть получены экспериментальным методом. Однако данный метод может позволить и объяснить все возможные полиморфные структуры карбида кремния. К примеру, если предшествующей структурой является карбидокремниевый слой, то в качестве структурой предшественников могут быть рассмотрены три типа карбидокремниевых слоев, которые состоят из: 1) шестиугольников; 2) четырех и восьмиугольников; 3) четырех, восьми и двенадцатиугольников [49-54].

Стоит отметить, что все полиморфы играют непосредственную роль в формировании микроструктуры карбидокремниевых материалов.

Одним из ярких примеров является то, что в работах [35, с. 85, 37, с. 192, 42, с. 106] было изучено влияние исходных компонентов β -SiC и α -SiC модификаций на образование микроструктуры керамического материала, полученного жидкофазным спеканием. Важно отметить, что получение карбидокремниевой керамики с использованием в качестве исходного компонента α -SiC порошок, образуется гексагональная структура с пластинчатыми зёрнами, где среднее отношение длины к диаметру 1,4. Кроме того, стоит отметить, что при использовании β -SiC порошок, происходит фазовый переход, а именно переход $\beta \rightarrow \alpha$. Данный фазовый переход приводит к возрастанию зёрен SiC пластинчатой формы, а максимальное отношение длины зёрна к его диаметру будет составлять 3,8. На основании проведенных исследований, авторами была предложена модель роста зёрен SiC с высоким отношением длины к диаметру. Суть предложенной модели заключается в том, что в качестве исходных порошков для получения карбидокремниевой керамики необходимо использовать порошки β -SiC и α -SiC модификаций со средним размером частиц порядка 0,5 и 0,6 мкм, соответственно. Авторы исследовали две партии порошков, состоящих из 73,86 мас. % SiC с β либо α фазами, 14,92 мас. % Al_2O_3 и 11,22 мас. % Y_2O_3 . В качестве дополнительной добавки применялся порошок из Al_2O_3 , Y_2O_3 либо $5Al_2O_3 \cdot 3Y_2O_3$. Отжиг проводился в течение 0,5 – 7,0 ч при температуре 1950 °С в среде аргона [40, с. 283, 41, с. 70].

Как отмечают авторы работы [42, с. 107], керамический материал, полученный с применением жидкофазного спекания при температурах от 1850 °С до 1900 °С, обладает высокой плотностью. Так же карбидокремниевый материал на основе SiC, полученный жидкофазным спеканием имеет высокую прочность и низкую истираемость при комнатной температуре. Ползучесть и устойчивость к окислению у такого материала сопоставима с аналогичным материалом, полученным с применением твердофазного спекания при температуре 1300 °С. Такие показатели свойств карбидокремниевых материалов дают возможность его применения в качестве высокотемпературного конструкционного материала.

Необходимо отметить, что при времени выдержки менее 1 ч в образцах полученного материала, не происходит фазового перехода, а микроструктура характеризуется равноосными зёрнами. На рисунке 4 показана микроструктура полученного материала на основе α -SiC и β -SiC после жидкофазного спекания. Трёхмерная морфология зёрна карбида кремния приведена в виде шестиугольных пластин. Приведенные на рисунке 4б пластины, в свою очередь, имеют высокое соотношение сторон по сравнению со сторонами, указанными на рисунке 4а. При использовании в качестве исходного порошка карбида кремния модификации β -SiC образовывалась микроструктура, характеризующаяся вытянутыми пластинчатыми кристаллами, показанными на рисунке 4, а также происходил фазовый переход от β к α .

Однако, на получение материала данным методом, необходимо затратить не менее 3-4 ч для обеспечения фазового перехода, а также получения более однородной структуры.

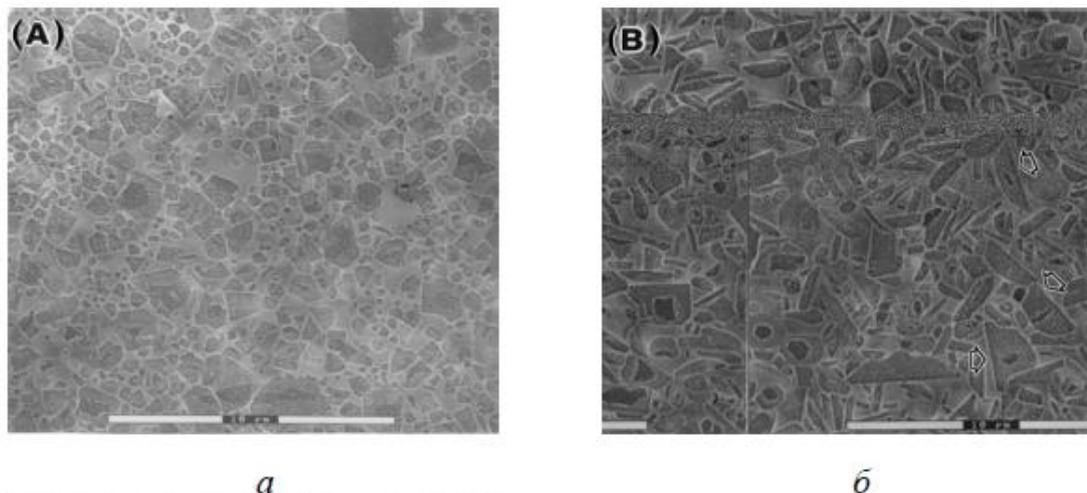


Рисунок 4 – Микроструктура керамического материал, полученного с применением жидкофазного спекания [42, с.108]

В работе [43, с. 225] авторы пропитывают углеродистую основу жидким кремнием при температуре 1600 °С. Проведенные исследования структуры показывают степень проникновения кремния в углерод для получения карбида кремния при различном времени выдержки при указанной температуре. На рисунке 5 приведены результаты СЭМ-исследований.

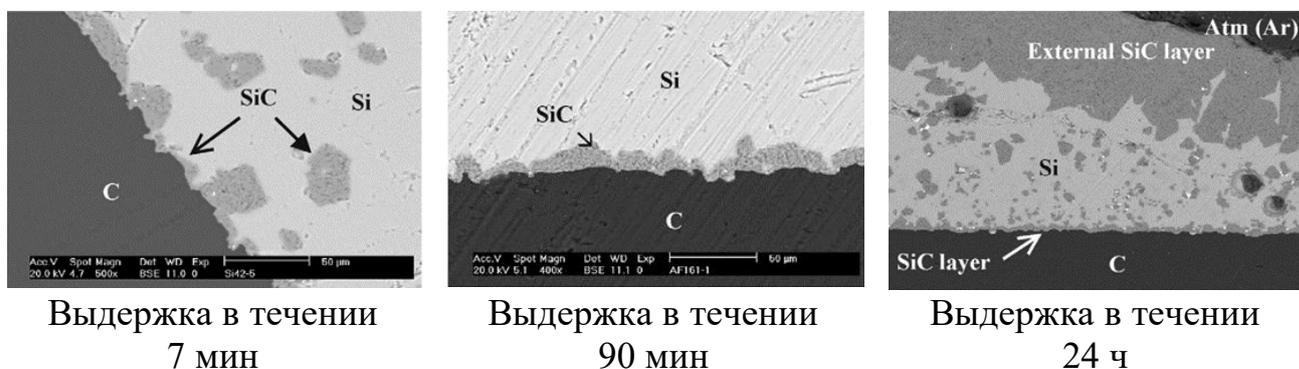


Рисунок 5 – Поверхности карбидокремниевой керамики при спекании жидкофазным методом [43, с. 226]

СЭМ исследования (рисунок 5) показывают, что структура материала однородна, состоит из смежных, и беспорядочно ориентированных кристаллитов, идентифицированные методом рентгеновской дифракции как кубическая фаза β -карбида кремния. Анализ методом рентгеновской дифракции показывает только присутствие кубической фазы SiC. Сплошной слой SiC представляет собой шероховатый монослой случайно расположенных кристаллов SiC на углеродной поверхности. Скорость роста слоя SiC очень

высока. Толщина 4 мм достигается в течение менее 5 минут после контакта между реагентами, а средняя толщина слоя составляет около 10 мм через 1 час. В этом случае фактическое время реакции между жидким кремнием и углеродом может быть менее пяти минут, тогда как для соответствующего времени реакции при прогрессивном силицировании эффективное время реакции составляет 1 час. Таким образом, можно сделать вывод, что образование карбида кремния происходит в основном в течение первой минуты контакта, т.е. первичный слой SiC отделяет жидкий кремний от углерода и, следовательно, предотвращает дальнейшую реакцию [40, с.283].

Однако, для получения карбидокремниевых материалов жидкофазным спеканием при температуре 1600 °С, также необходимо довольно длительное время, порядка 24 ч для эффективного и равномерного силицирования.

Коллектив авторов [40, с. 283, 41, с. 70, 42, с. 105, 43, с. 225] изучил микроструктуру карбидокремниевой керамики, спеченной жидкофазным методом с добавлением оксида алюминия в незначительных количествах. Это связано с тем, что авторы пытались улучшить межатомные связи в карбиде кремния за счет межатомных связей оксида алюминия. На рисунке 6 приведена микроструктура полученного материала, которая характеризуется пластинчатыми зёрнами карбида кремния.

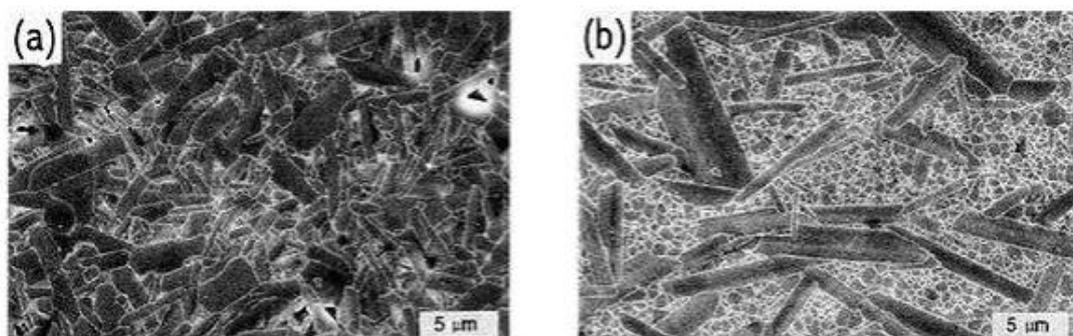
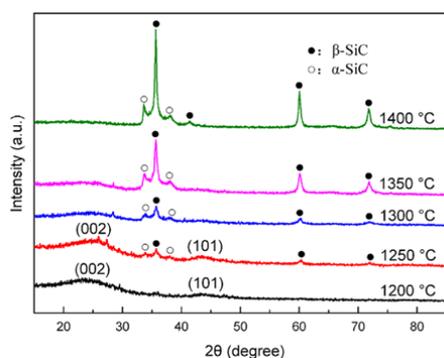


Рисунок 6 – Микроструктура карбидокремниевой керамики, спеченной жидкофазным методом [42]

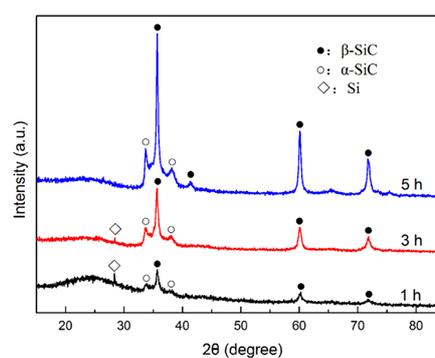
Было установлено, что для получения качественной карбидокремниевой керамики, необходимо определенное содержание фазы карбида кремния. Это необходимо для того, чтобы повысить прочностные свойства материала.

Однако, при добавлении окиси алюминия, изменяются структурные особенности материала, а именно увеличение количества пластинчатых зёрен, которая снижает интенсивность износа материала.

Авторами работ [55-59] было исследовано фазовое состояние карбидокремниевой керамики, полученной при разных температурах методом высокотемпературного спекания. На рентгенограммах образцов керамики SiC/C, полученных при разных температурах, пики соответствуют кубической фазе β -SiC. Пики, соответствующие гексагональной фазе α -SiC и β -SiC, наблюдались после 3 ч выдержки (рисунок 7).



а) После 3 ч выдержки



б) При температуре 1350°

Рисунок 7 – Рентгенограммы полученной карбидокремниевой керамики [44, с. 337]

Таким образом, стоит отметить, что карбид кремния и материалы на его основе имеют множество структурных политипов. Атомы углерода и кремния находятся в положении sp^3 -гибридизации. К политипизму карбида кремния приводит то, что вне зависимости от кристаллической решетки ему характерен ближний порядок, а именно атомы углерода могут иметь связи только с атомами углерода и наоборот, однако его последующий порядок может отличаться от предыдущего [52, с. 1236, 53, с. 2656, 55, с. 1632].

Данные отличия имеют периодический характер и позволяют определить полученный политип. Структурные отличия политипов карбидокремниевых материалов проявляются на всех его свойствах, в особенности электрофизических, температурных и т.д. Это дает возможность различного практического применения в зависимости от политипа материала.

1.2 Физико-механические свойства материалов на основе SiC

В настоящее время керамика на основе карбидокремниевых материалов в зависимости от области применения отличается своими свойствами и характеристиками. Данные характеристики в свою очередь, могут значительно изменяться в заданном направлении.

Получаемая в настоящее время керамика на основе карбида кремния, предназначена для обширного применения, в особенности, в развитии промышленности не только Казахстана, но и всего мира. Карбидокремниевая керамика на основе SiC характеризуется таким набором физико-механических свойств как низкая пористостью и плотность, высокая прочность при сжатии, изгибе, разрыве и т.д. [60-61]. Среди теплофизических характеристик карбидокремниевой керамики стоит отметить такие параметры как теплопроводность, удельную теплоемкость, а также коэффициент термического линейного расширения [62-64].

Существует большое количество работ [9, с. 89, 65], которые содержат информацию о свойствах карбидокремниевых материалов. Из этих данных нам известно, что плотность карбидокремниевой керамики варьируется от 2,10 до 3,15 г/см³, прочность при сжатии от 120 до 4200 МПа, прочности при изгибе от

70 до 410 МПа, коэффициент теплопроводности при температуре 300 К лежит в пределах от 110 до 170 Вт/мК, динамический модуль упругости от 95 до 430 ГПа. Все имеющиеся данные о структуре и свойствах карбидокремниевых материалов не систематизированы, так как отсутствуют данные о технологии и способах их получения, из-за чего возникает сложность при их анализе.

К примеру, для использования карбидокремниевой керамики в высокотемпературных условиях, ее физико-механические и теплофизические свойства изучают при температурах от 20° до 1500 °С [66-69].

Важно знать и природу происхождения карбида кремния. Данный материал происходит из муассанита, редкого минерала класса природных карбидов состава SiC. Он представляет собой бесцветные кристаллы с подобным алмазу блеском. Содержание в природе данного материала очень мало и его можно найти лишь на немногих месторождениях корунда, а также в некоторых типах метеоритов. Данный материал был открыт в 1893 году в Аризоне Фердинандом Анри Муассаном, и уже в 1905 году минерал был назван в его честь [70]. Плотность природного карбида кремния, муассанита, составляет 3,21 г/см³.

Стоит отметить, что также и методы получения карбидокремниевой керамики влияют на ее физико-механические свойства.

К примеру, образцы карбидокремниевой керамики, полученные методом золь-гель, по сравнению с материалами, полученными с применением других методов, имеют низкую плотность, которая составляет порядка 1,86 г/см³, т.е. данный материал является высокопористым. Это происходит из-за того, что при проведении карбонизации и карботермического восстановления гелиевых прекурсоров выделяется большое количество газов [71-74]. Для промышленного применения этот метод достаточно дорогой, так как требует дорогостоящих прекурсоров, особенно по сравнению с классическим методом Ачесона.

Стоит также отметить такие физические характеристики получаемой карбидокремниевой керамики, как трение. В работе [75-76] были изучены фрикционные и износостойкие свойства мезоуглеродных микрошариков на основе графита в сравнении с силицированным графитом, керамики на основе карбида кремния (рисунок 8).

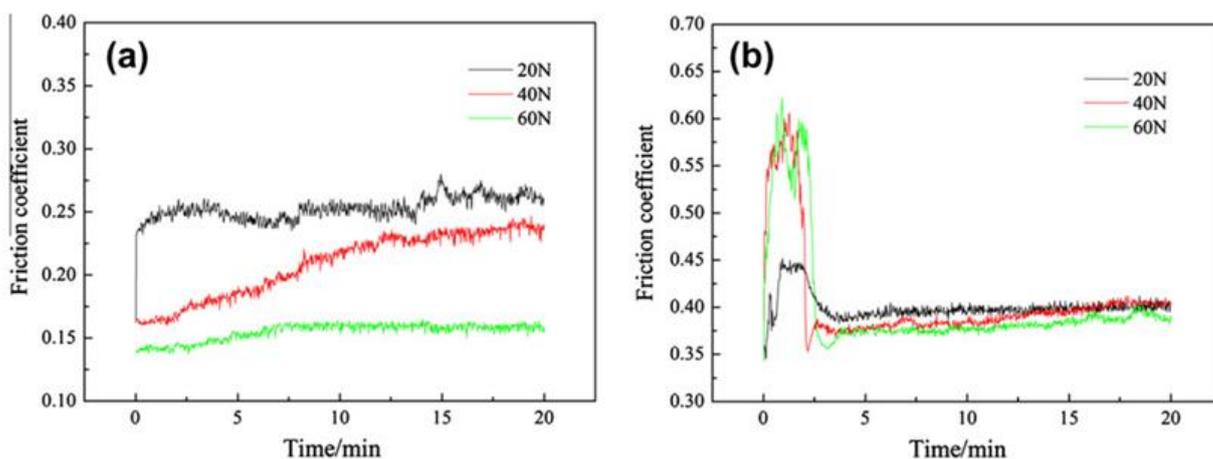


Рисунок 8 – Зависимость коэффициента трения графита (а) и силицированного графита (б) от времени при различных нагрузках [74, с. 1818]

Исследования, представленные в работах [74, с.1818, 75, с. 23, 76, с. 25] показали, что при нагрузках 20 – 60 Н полученный материал имеет низкий коэффициент трения, который лежит в интервале от 0,15 до 0,26. Также стоит отметить, что коэффициент трения графита варьировался от 0,26 при 20 Н до 0,15 при 60 Н. Установлено, что коэффициент трения чувствителен к приложенной нагрузке, а именно, он уменьшается с увеличением приложенной нагрузки. Как видно из исследования, силицированный графит имеет более высокий коэффициент трения по отношению к обычному графиту. При трех различных нагрузках трение быстро увеличивалось и достигало переходного пика. Примерно через 2 мин линия сглаживалась; сила трения уменьшалась и выходила на установившийся режим. Установившиеся коэффициенты трения были почти одинаковыми, а именно (0,375 – 0,40) и в дальнейшем оказались уже нечувствительным к приложенной нормальной нагрузке (20–60 Н).

В работе коллектива авторов [74, с.1819, 75, с. 25] представлены результаты экспериментов по сухому трению и износу карбидокремниевой керамики в контакте с керамическими шарами Si_3N_4 , Al_2O_3 , ZrO_2 и WC-Co при нагрузке 5 Н, при комнатной температуре. Результаты показали, что коэффициент трения SiC варьировался в пределах 0,5-0,65 по отношению к шару из Al_2O_3 , в пределах 0,62-0,67 по отношению к Si_3N_4 . Авторами было установлено, что материалы SiC с тонкой глобулярной микроструктурой имели более низкий коэффициент трения и скорость изнашивания, чем материалы SiC с более крупной стержневидной микроструктурой. Результаты показали, что с аналогом ZrO_2 и WC-Co скорость износа SiC уменьшилась, в то время как с керамическим аналогом Si_3N_4 скорость износа SiC была примерно на один порядок выше.

В работе [76, с. 25] изучено влияние интенсивности износа на структуру карбидокремниевой керамики. За основы была взята керамика с различной микроструктурой, такой как удлиненные зерна SiC, крупные равноосные зерна SiC и мелкие равноосные зерна SiC, приведенные на рисунке 9.

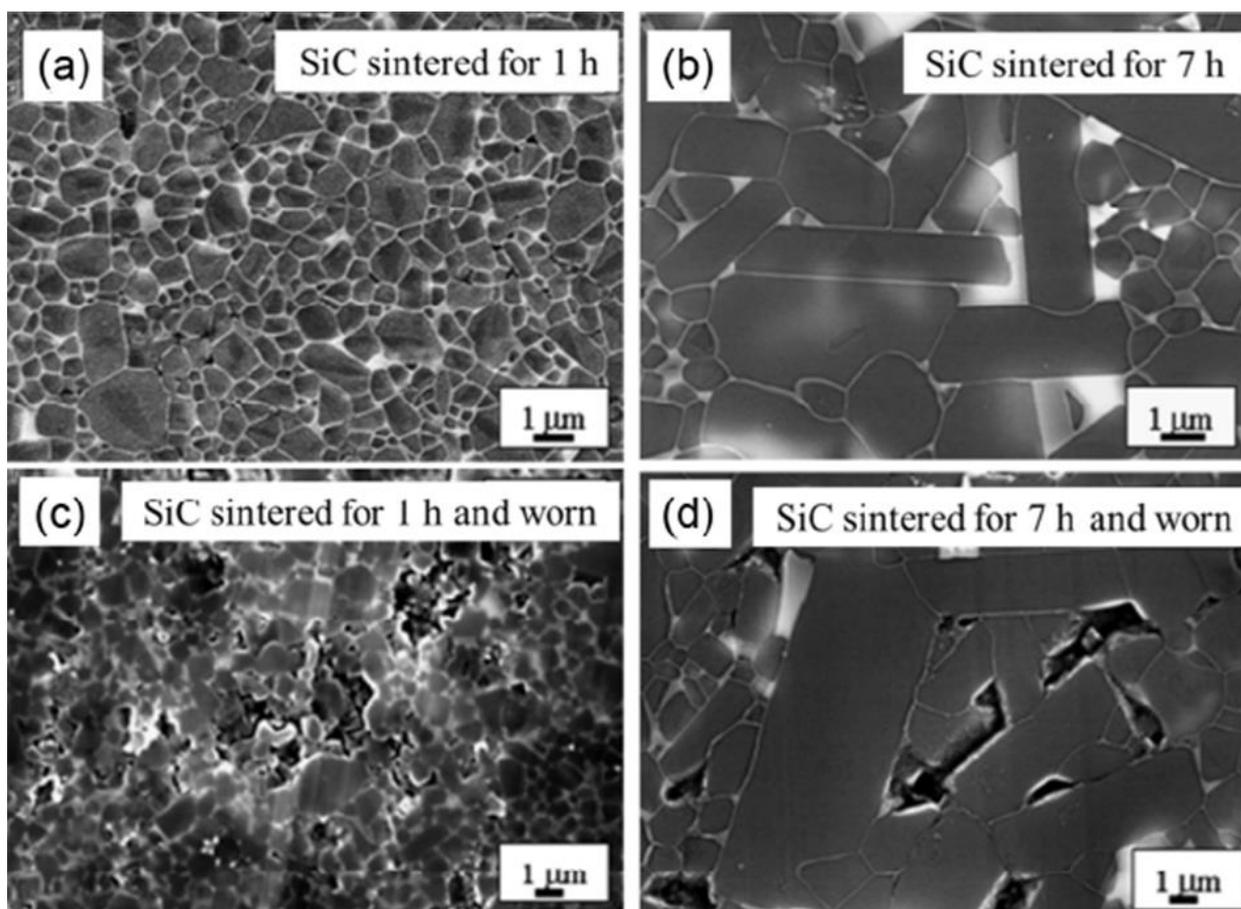


Рисунок 9 - Микроструктура карбидокремниевой керамики с различными типами зерен [77]

Износостойкость при скольжении керамики SiC с удлиненным зерном была лучше, чем у равноосной керамики SiC, благодаря более жесткой структуре.

Модель предложенная в работе [77, с.1242] послужила основой для оценки характеристик износа при трении в поликристаллической керамике. В предлагаемой модели утверждается, что при изнашивании, контролируемом деформацией, внутри зерен накапливаются повреждения, вызванные пластической деформацией. Это повреждение имеет вид дислокационных скоплений, подтвержденных с помощью просвечивающей электронной микроскопии.

1.3 Методы и технологии получения материалов на основе карбида кремния

Как было указано ранее все свойства карбидокремниевой керамики зависят от его метода получения.

К примеру, первым, кто разработал метод получения карбидокремниевых материалов был Эдвард Гудрич Ачесон в 1893 году. Он разработал метод, основанный на восстановлении SiC графитом из SiO₂, а также сконструировал

электрическую печь, в которой карбид кремния получают до сих пор. Однако чистота полученного материала колеблется.

На сегодняшний день существует множество модификаций данного метода, однако, по существу технология не претерпела значительных изменений с момента ее разработки Эдвардом Ачесоном. В простейшем случае процесс синтеза осуществляется в графитовой электропечи спеканием оксида кремния и углерода. В простейших электропечах Ачесона через нагреватель – керн – пропускается ток порядка 100 кА, что приводит к выделению тепла. Керн состоит из графитовых блоков. Реакционную массу в виде смеси SiO_2 (природного песка) и С (графита, кокса) помещают в форме полуцилиндра вокруг нагревателя. Тепловая изоляция при этом обеспечивается за счет слоя песка на поверхности смеси прекурсоров. При нагреве реакционной смеси до температуры 2500 – 2600 °С вокруг керна образуются зоны синтезированного продукта, кристаллов низкой чистоты и непрореагировавших компонентов. Далее синтезированный продукт разделяется по зонам и обрабатывается.

Также одним из первых способов получения карбидокремниевых материалов, применяемых и на сегодняшний день, является метод Лели. Данный метод заключается в испарении поликристаллического карбида кремния при температуре 2500 – 2600 °С и последующей конденсации паров на случайных зародышах. Обычно при использовании метода Лели из карбида кремния прессуют втулку, которую помещают в графитовый тигель. На внутренних стенках втулки температура ниже, чем на внешних примерно на 50 – 70 °С, что приводит к конденсации паров в полости втулки и спонтанному росту монокристаллов.

Недостатком этого метода является большое количество зародышей, что приводит к избытку мелких кристаллов и образованию друз. На основании кристаллического SiC , синтезированного таким методом, стало возможно исследование его основных фундаментальных свойств, в особенности электрических и оптических. Так, удалось установить, что карбид кремния – является полупроводником с непрямой зонной структурой, и имеет невысокую вероятность излучательной рекомбинации в зависимости от ширины запрещенной зоны и политипа.

Данные методы получения карбида кремния и материалов на его основе являются основополагающими. На сегодняшний день очень велико количество методов и способов получения материалов возросло, однако, суть остается единой: спекание шихты при высоких температурах. Конечно, спекание только при высоких температурах не дает нам необходимых параметров, но все структурные изменения зависят именно от нее. Дополнительное воздействие параметров спекания на получение материала также влияет важную роль, например, при горячем прессовании возрастает плотность материала, однако данный способ проходит при температурах порядка 1100 °С, что является недостаточным для основной фазы материала – карбида кремния.

В связи с этим, на сегодняшний день, является актуальным получать данные материалы с воздействием множества параметров одновременно.

1.4 Применение карбидокремниевых материалов

Существует четыре основных области применения керамики из карбида кремния: функциональная керамика, передовые огнеупорные материалы, абразивы и металлургическое сырье. Сырье карбида кремния может поставляться в больших количествах, но его нельзя рассматривать как высокотехнологичный продукт. Для получения высокотехнологичного продукта из карбида кремния еще необходимо провести большое количество этапов [78-80].

Хочется отметить, что карбидокремниевый материал является стойким к высоким температурам и агрессивным средам. Эта особенность дает возможность применения данного материала в установках газификации твердого топлива и узлах системы охлаждения реактивных двигателей [81-86].

На сегодняшний день, одним из приоритетных направлений изучения применения карбидокремниевой керамики является ядерная энергетика.

Ученые всего мира рассматривают возможность использования материалов на основе карбидокремниевой керамики, которые смогут заменить радиационно-стойкие стали, являющимися в настоящее время основным материалом, используемым в реакторостроении [87-89]. Карбидокремниевая керамика отвечает всем требованиям, предъявляемым к материалам реакторостроения, и поэтому есть возможность использования этого материала в качестве оболочек ТВЭЛов перспективных реакторов [90-92].

Исследования в данном направлении проводятся в Окриджской национальной лаборатории (Oak Ridge National Laboratory) США, которая уже опубликовала сотни работ по указанной тематике.

Остановим свое внимание на применении карбидокремниевой керамики для ее использования в атомной и ядерной промышленности, где очень важно знать радиационную стойкость данного материала.

Важно отметить, что радиационная стойкость материала зависит от таких основных параметров как:

- вид ионизирующего излучения;
- величина и мощность ионизирующего излучения;
- режим облучения, а именно непрерывное или импульсное, кратковременное или длительное;
- условие эксплуатации материала, такие как температура, давление, магнитное или электрическое поле, механические нагрузки;
- размер образца материала, его удельная поверхность, и другое [93, 94].

Стоит уделить особое внимание, что для поликристаллических, композиционных материалов, важную роль играют такие факторы, как однородность структуры, анизотропия и т.д. [95-97].

Анизотропия материала или же наличие чередующихся фаз, может привести к изменению структуры материала и его свойствам, как на макроуровне, так и на микроуровне [98].

В настоящее время большое количество трудов посвящено исследованию эффектов, возникающих вследствие нейтронного облучения карбида кремния

до 40 сн, при температурах от 300 °С до 800 °С [83]. Проведенные эксперименты по облучению образцов карбидокремниевой керамики, показали незначительное изменение свойств материала, а именно плотность образца после облучения изменилась на 2,5 %, согласно данным, приведенным на рисунке 10. Стоит отметить, что при температуре 300 °С предел прочности материала при изгибе не изменился, как это видно на рисунке 11, а также можно наблюдать незначительные изменения предела прочности на сжатие, которые происходят при температуре 650 °С [99].

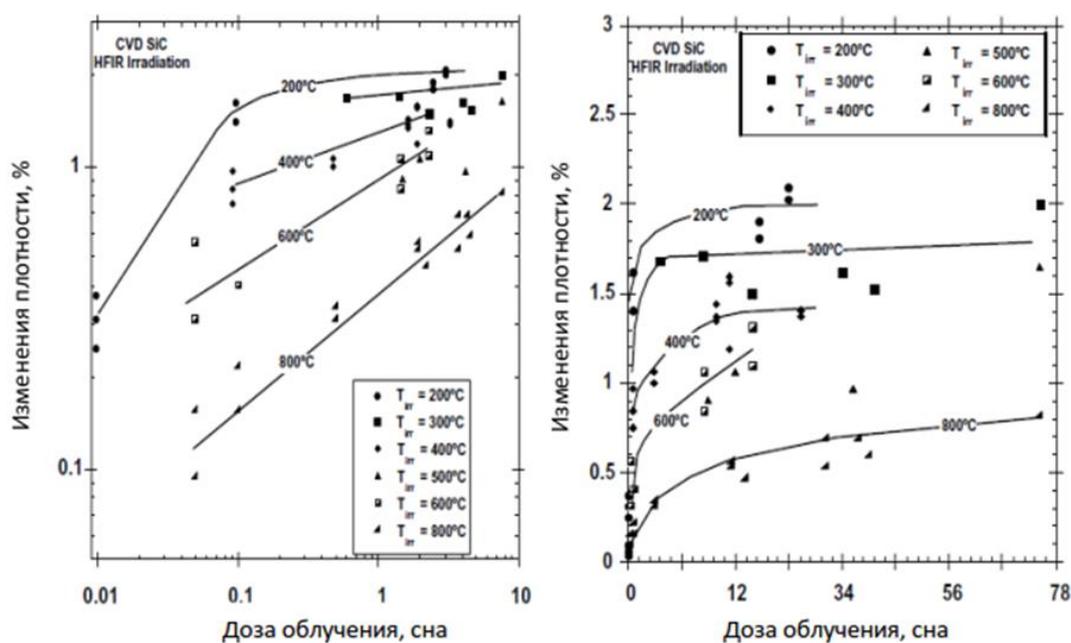


Рисунок 10 – Зависимость плотности карбидокремниевой керамики от дозы и температуры облучения [82]

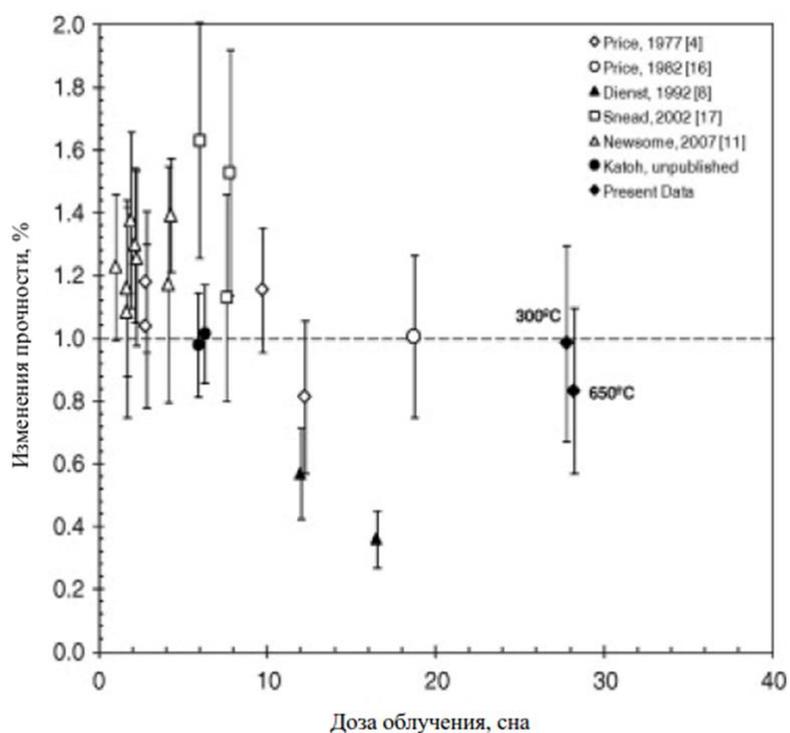


Рисунок 11 – Зависимость изменений прочности от температуры и дозы облучения [80, с. 567]

Также, стоит отметить, что из рисунков 12 и 13 видно, что после облучения образцов карбидокремниевой керамики до 40 сна при температурах от 300 °С до 800 °С наблюдаются эффекты снижения теплопроводности и электропроводности.

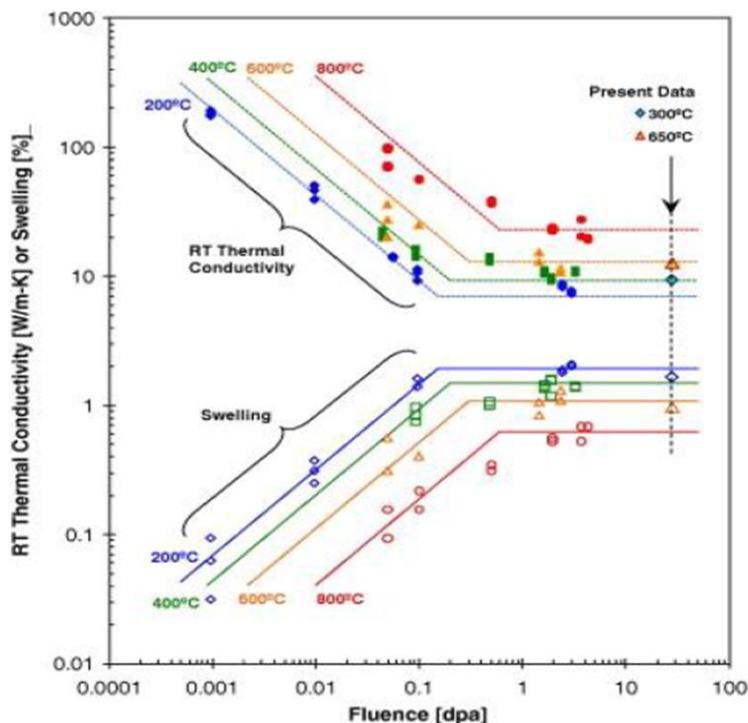


Рисунок 12 – Зависимость теплопроводности и размерных изменений от дозы облучения при различных температурах [80, с. 568]

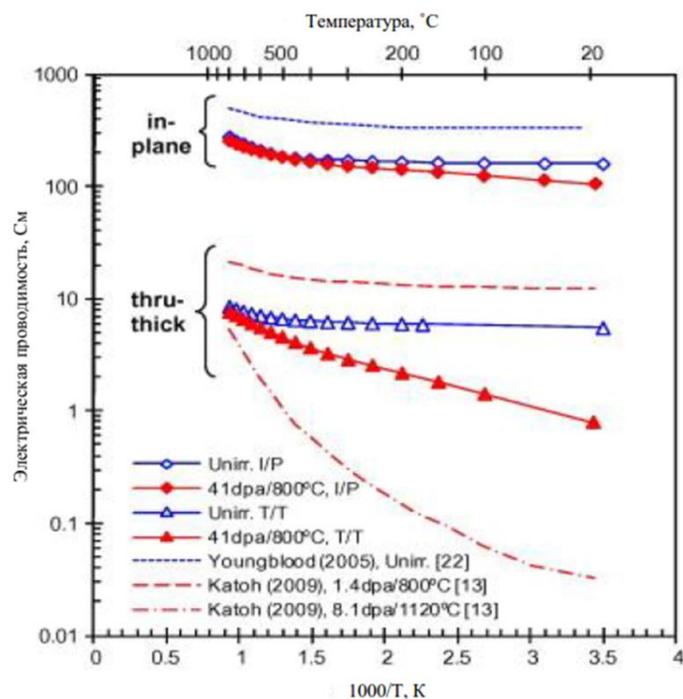


Рисунок 13 – Зависимость электропроводности от температуры до и после облучения карбидокремниевых образцов [80, с. 569]

Анализ показывает, что в настоящее время, существует проблема из-за сложных технологических процессов, возникающих при получении керамики на основе карбида кремния, а также очень высоких требований к самому материалу. Это привело к тому, что разрабатываются новые способы и технологии для получения карбидокремниевой керамики, а также к совершенствованию методов исследования, так как данные материалы предназначены для использования в ядерной энергетике [82-83].

На сегодняшний день, при получении карбидокремниевой керамики, требуются методы, которые оценивают уровень дефектности материала на микро- и макроуровне, в частности, использование сканирующего (SEM) и просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения (HR-TEM), рентгеновского дифракционного анализа (XRD), и микро-Романовской спектроскопии. Разработанный комплекс методов позволяет характеризовать степень анизотропии материала, его фазовый состав, оценивать конфигурацию и границы зерен, а также фиксировать микродефекты, способствующие развитию микротрещин.

Имеющиеся на сегодняшний день данные позволяют сделать вывод о перспективе использования карбидокремниевой керамики на основе SiC в различных типах ядерных реакторов (рисунок 14) [85, с. 18. 86, с. 152, 87-88].

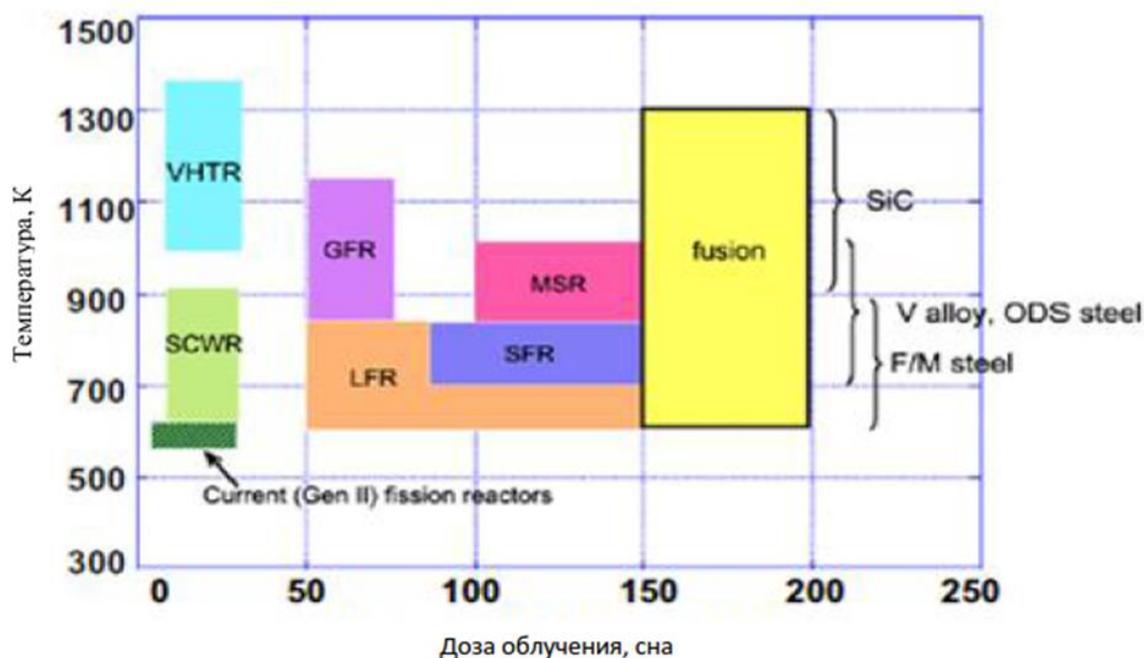


Рисунок 14 – Рабочие температуры и дозы облучения в перспективных реакторах [83]

Стоит отметить, что в перспективе материалы на основе карбида кремния могут заменить радиационно-стойкие стали, которые, в настоящее время, являются основным материалом, используемым в реакторостроении.

1.5 Заключение по аналитическому обзору, постановка цели и задач исследований

Проведенный литературный анализ, а также патентный поиск показал, что структурные особенности материала на основе карбида кремния позволяет ему иметь такие качества как высокая термопрочность и термостойкость, коррозионная стойкость, а также высокие физические и механические характеристики. Важно отметить и такие свойства материала как сохранение прочности при высоких температурах, стойкости к окислению, высокой теплопроводности и износостойкости. На сегодняшний день, изобретенный более 50 лет назад метод пропитки графитовой основы жидким кремнием остается одним из основных методов получения карбидокремниевых материалов.

Однако получение материала с использованием в качестве исходных компонентов отходов промышленного производства, спеченных методами порошковой металлургии, а также имеющего свойства и характеристики, которые не уступают, а может и превосходят известные табличные данные.

В связи с вышеизложенным, **целью настоящей диссертационной работы** является разработка способа получения карбидокремниевых материалов с использованием в качестве исходных компонентов вторичные продукты промышленности, свойства, которых не уступают аналогичным материалам, полученным известными способами.

Для достижения поставленной цели были решены следующие **основные задачи**:

- получить карбидокремниевую керамику методом индукционного нагрева;
- получить карбидокремниевую керамику методом искроплазменного спекания;
- оценить количество фазы SiC, образовавшуюся в опытных образцах, полученных методами индукционного нагрева и ИПС;
- изучить физико-механические характеристики полученного карбидокремниевого материала;
- установить особенности влияния параметров твердофазного спекания на структуру и свойства полученного керамического материала.

2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Анализ современной научно-технической литературы подтверждает перспективность получения и исследования карбидокремниевой керамики. Стоит отметить важность предварительной механической активации материалов при их дальнейшей консолидации.

Однако, в литературе отсутствует информация по получению карбидокремниевой керамики твердофазным спеканием и ее последующем исследовании.

2.1 Материалы исследования

Получение карбидокремниевой керамики осуществлялось методом комбинирования МА и индукционного нагрева, а также МА и ИПС. В качестве исходного материала для получения керамического материала использовали:

- порошок кремния в соответствии с ГОСТ 2169-69;
- графит измельченный тигельный в соответствии с ГОСТ 17022-81.

2.2 Соотношение исходных компонентов

В соответствии с поставленными задачами исследования в качестве материала исследования были выбраны образцы карбидокремниевой керамики, полученные в результате индукционного и искроплазменного спекания порошков кремния и графита. Исходные компоненты загружаемой шихты были рассчитаны на основе стехиометрических соотношений, приведенных ниже:

Уравнение реакции	Si	+	C	→	SiC
Стехиометрические соотношения	1 моль		1 моль		1 моль
Молярные массы	28 г/моль		12 г/моль		40 г/моль
Массы веществ	$x(\text{Si})_{\text{исх}}$		$x(\text{C})_{\text{исх}}$		8 гр

Масса исходных компонентов материала была определена по формуле 1.

$$x(\text{исх}) = \frac{M_1 * m}{M_2} \quad (1)$$

где M_1 – молярная масса определенного компонента в исходной композиции;
 M_2 – молярная масса полученной смеси;
 m – масса полученной смеси компонентов.

Для получения процентного соотношения исходных компонентов использовалась следующая формула:

$$X = \frac{X_1}{m} * 100\% \quad (2)$$

где X_1 – масса определенного компонента материала;
 m – масса полученной смеси компонентов.

Расчет:

Учитывая, что порошок SiC с массой 8 гр имеет общую молярную массу 40 г/моль, а молярная масса Si и C при этом равны 28 г/моль и 12 г/моль соответственно, были определены массы Si и C. Подставляя известные значения в формулу 1 было определено, что масса Si равна 5,6 г (формула 3), а масса C равна 2,4 г (формула 4).

$$y(\text{Si}) = \frac{8 * 28}{40} = 5,6 \text{ гр}, \quad (3)$$

$$y(\text{C}) = \frac{8 * 12}{40} = 2,4 \text{ гр}. \quad (4)$$

Процентное содержание компонентов материала было определено по формуле (2). В результате расчетов было определено, что процентное содержание Si и C в материале равно 70 % и 30 % соответственно:

$$X(\text{Si})_{\text{исх}\%} = \frac{5,6}{8} * 100\% = 70\%, \quad (5)$$

$$X(\text{C})_{\text{исх}\%} = \frac{2,4}{8} * 100\% = 30\%. \quad (6)$$

2.3 Формирование однородных порошковых композиций и их последующее спекание

2.3.1 Механоактивация порошковых композиций

На сегодняшний день, процесс механоактивации играет важную роль при получении новых материалов с использованием методов порошковой металлургии. Для проведения МА, в последнее время, широко используются шаровые и планетарные мельницы, которые обеспечивают быстрое и тонкое измельчение, истирание материалов.

Стоит отметить, что высокая частота вибраций, большое количество размольных тел (шаров), приходящихся на единицу объема, обеспечивают интенсивное измельчение, а также смешивание необходимого нам материала [100-102].

В настоящей работе измельчение исходных компонентов для получения карбидокремниевой керамики проводили в Филиале «ИАЭ» РГП НЯЦ РК с помощью планетарной мельницы Retsch PM 100 CM, при соотношениях массы порошковой композиции к массе мелющих тел 1:25. МА проводили в размольных стаканах со специально изготовленной крышкой, обеспечивающей инертную среду в объеме стакана (аргон, 0,6 МПа), для предотвращения

окисления порошковых композиции. После МА порошки извлекали из размольных стаканов в специальном боксе, где обеспечивалась инертная среда.

Каждый компонент шихты измельчали в планетарной мельнице до фракции материала менее 50 мкм. Это связано с тем, что после достижения размеров частиц менее 50 мкм последующее смешивание обеспечивает неплохую активацию, которая в последующем влияет на температуру спекания. МА позволяет снизить расчетную температуру спекания на 100 – 200 °С.

Смешивание компонентов смеси проводили следующим образом:

- определяли необходимое количество каждого компонента;
- засыпали необходимое количество смеси и размольных шаров в размольный стакан;
- смешивали исходные компоненты в течении 6 часов, при скорости вращения от 80 до 600 об/мин;
- по окончании смешивания, проводили демонтаж размольной гарнитуры и извлекали механоактивированные порошки для проведения последующего спекания методами индукционного нагрева и ИПС.

Стоит отметить, что процедура МА была идентичной как для индукционного спекания, так и для искроплазменного спекания.

2.3.2 Методика индукционного нагрева

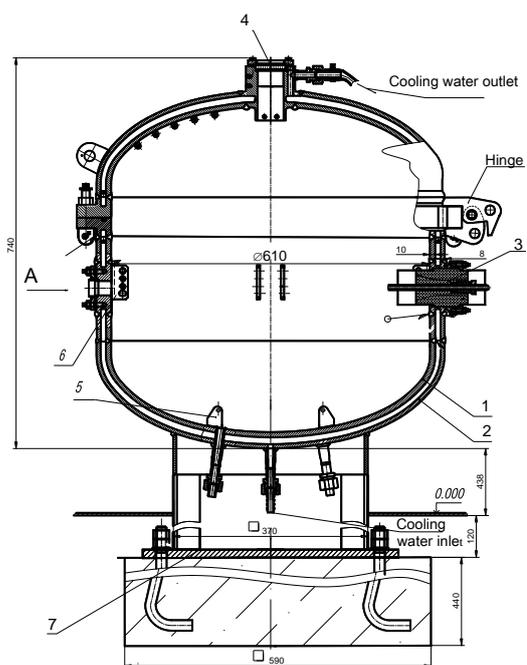
При выполнении настоящей работы, было проведено индукционное спекание порошковых смесей для получения карбидокремниевой керамики. Индукционное спекание проводилось на стенде высокотемпературного нагрева ВЧГ-135, внешний вид которого представлен на рисунке 15. Данная установка создана на базе электролампового генератора ВЧГ1-60/0,066 и герметичной водоохлаждаемой рабочей камеры с индуктором. Установка предназначена для проведения высокотемпературных исследований на малогабаритных образцах.

Установка ВЧГ-135 [103] предназначена для выполнения высокотемпературных материаловедческих исследований на малогабаритных образцах и позволяет осуществлять быстрый нагрев образцов до высокой (порядка 3000 °С) температуры с последующим их охлаждением за счет утечек тепла в водоохлаждаемый индуктор при отключенном генераторе.

Для вывода электрических линий дополнительных средств измерений рабочая камера установки (рисунок 16) оснащена резервными электрическими проходками.



Рисунок 15 – Внешний вид стенда ВЧГ-135



1 – внутренний кожух силового корпуса; 2 – внешний кожух силового корпуса;
 3 – токоподвод индуктора; 4 – оптическое окно; 5 – скобы для крепления экспериментальной
 сборки; 6 – держатели электродов; 7 – основание

Рисунок 16 – Рабочая камера ВЧГ-135

Комплект технологического оборудования установки включает в себя: систему водяного охлаждения, содержащую контур охлаждения генераторной лампы, контур охлаждения индуктора и контур охлаждения корпуса рабочей

камеры; форвакуумный насос для откачки воздуха из камеры и дегазации экспериментальной сборки перед экспериментом; систему заполнения камеры инертным газом и органы регулирования давления среды в камере в процессе эксперимента; органы управления параметрами генератора.

Генератор установки обеспечивает регулируемый подвод электрической мощности до 60 кВт к индуктору при максимальном анодном напряжении до 8 кВ при частоте тока 66 кГц. При максимальном анодном напряжении генератора напряжение на индукторе составляет около 400 В. Технические характеристики стенда приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Технические характеристики экспериментального стенда ВЧГ-135

Параметр	Значение
Высота рабочей камеры, мм	700
Внутренний диаметр рабочей камеры, мм	600
Датчики температуры	термопары, пирометры
Частота генератора, кГц	66
Размеры индуктора, мм	Ø80×150, Ø120×150
Масса загружаемой шихты, г	100-200
Среда в рабочей камере	вакуум, аргон

При выполнении экспериментов модельный тигель из графита с исследуемой шихтой размещается в центре индуктора рабочей камеры. Боковая поверхность тигельной сборки закрывается теплоизоляцией из графитового войлока. Для предотвращения межвиткового замыкания индуктора на внешней границе теплоизоляции устанавливается втулка из стеклоткани, пропитанная окисью циркония на силикатной связке. Тигельная сборка устанавливается на подставку из пенографита (для снижения утечек тепла со дна тигля). Сверху тигельная сборка закрывается крышкой с отверстиями.

2.3.3 Методика проведения искроплазменного спекания

Для оптимизации процессов получения карбидокремниевой керамики, с использованием в качестве исходных компонентов графитовый и кварцевый лом, применяются различные технологии и способы. Однако, стоит отметить, что на сегодняшний день ИПС является новейшим, инновационным методом для получения новых материалов. Метод ИПС широко применяется в порошковой металлургии [104-106].

Основным преимуществом данного метода заключается в том, что одновременно на порошковую смесь/компонент воздействуют температура, давление, а также электрический ток. За счет одновременных воздействий перечисленных факторов время консолидации порошков незначительное по сравнению с известными нами традиционными методами, и варьируется от 3 до 15 минут.

Стоит отметить, что комбинирование всех одновременных воздействий при получении материалов, предотвращает рост зерен и способствует формированию однородной структуры, а как известно однородная структура материалов улучшает их эксплуатационные свойства [107-108].

Температура и длительность спекания, скорость нагрева и давление на получаемый материал контролируются с помощью контроллера управления. Оценка температуры осуществляется с помощью термопар и пирометров, а давление на засыпку контролируется при помощи электронного динамометра.

ИПС порошковых смесей для последующего получения карбидокремниевой керамики были проведены в Институте гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН на установке SPS Labox-1575 (Sinter Land Inc, Япония). Внешний вид установки для ИПС представлен на рисунке 17, технические характеристики данной установки показаны в таблице 2, а схема установки приведена на рисунке 18.

Таблица 2 – Технические характеристики установки SPS Labox 1575

Характеристика	Значение
Максимальная температура, °С	2000
Максимальное усилие сжатия, МПа	150
Максимальный ход по оси Z, мм	150
Максимальный импульсный ток, А	7500
Рабочая атмосфера	Инертный газ, вакуум, воздух



Рисунок 17 – Внешний вид установки Labox-1575 [109]

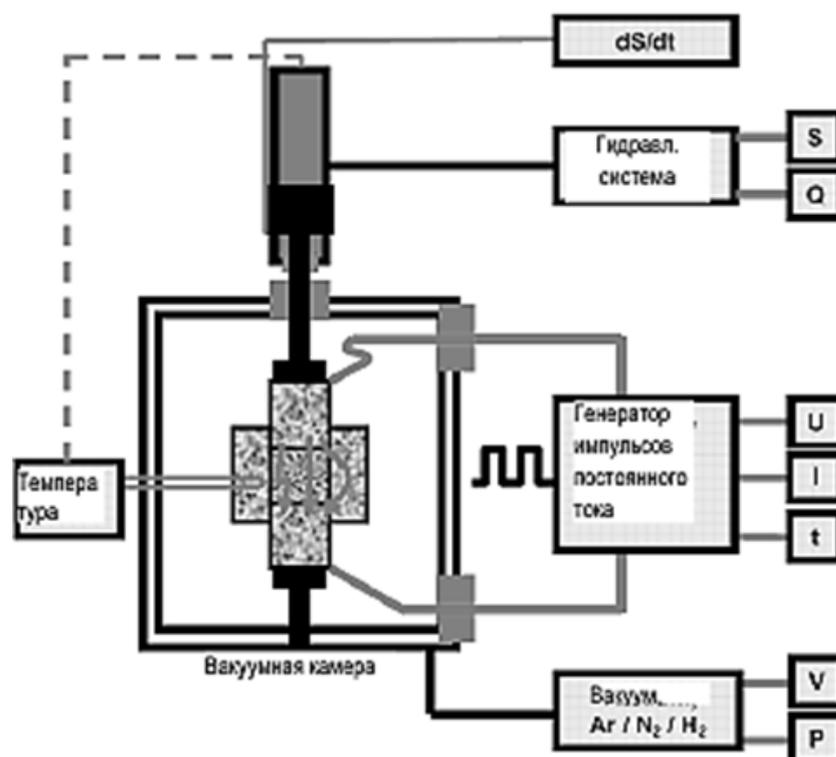


Рисунок 18 – Принцип работы установки SPS

Изменение линейных размеров порошковой композиции в процессе консолидации регистрировалось встроенными измерительными средствами. Температура в процессе спекания контролировалась и регистрировалась с использованием высокотемпературного пирометра через технологическое отверстие в боковой стенке пресс-формы.

2.4 Методы исследования карбидокремниевой керамики

Для определения структурно-фазовых характеристик и физико-механических свойств карбидокремниевой керамики, полученной высокотемпературным нагревом, был проведен комплекс материаловедческих исследований. Методы, которые были применены при проведении данных исследований приведены в данной главе диссертационной работы.

2.4.1 Рентгеноструктурный фазовый анализ

Анализ кристаллических характеристик и фаз образцов сплавов проводили на базе филиала «ИАЭ» РГП НЯЦ РК с использованием рентгеновского дифрактометра Empyrean производства компании Panalytical. Отличительной особенностью данного прибора является детектор, изготовленный по технологии Pixcell, обладающий высокой скоростью счета, широким динамическим диапазоном и линейностью [110].

Методика проведения съемки дифрактограмм

Режим работы детектора PIXcell1D – сканирующий линейный детектор (scanning line detector). Излучение, при котором проводилась съемка – медный (Cu K α); значение напряжения и тока 45 кВ, 40 мА соответственно. Для

проведения съемки также была использована фиксированная щель с расхождением 1° (расстояние от щели расхождения до фокуса трубки 87 мм), антирассеивающая щель составила 2° , маска падающего пучка с маркировкой 10, обеспечивающая ширину падающего пучка 9,9 мм при температуре среды во время проведения съемки 23°C .

Режим съемок: размер шага сканирования – $0,026^\circ 2\theta$, время экспозиции 240,8 с, исследуемая область углов 2θ составляла от 10° до 135° .

Методика обработки и анализа дифрактограмм

Обработка дифрактограмм проводилась посредством программы для обработки и поиска «HighScore».

Описание профиля пиков дифрактограмм производилось с помощью симметричной функции псевдо-Фойгта. В программном обеспечении достигается подгон расчетного профиля к экспериментальному до максимального соответствия. Подбор расчетного профиля приводит к формированию числовых значений параметров пиков, необходимых для определения фазового состава. Основными параметрами для фазового качественного анализа являются угловые положения и относительные интенсивности пиков.

Для идентификации фазового состава использовалась база данных COD и база данных PDF-2 ICDD Release 2004. Особенностью базы данных COD является ограничение в карточках эталонов данных угловым диапазоном до $90^\circ 2\theta$.

Все расчеты проводились на основании условия Вульфа-Брэгга.

2.4.2 Растровая электронная микроскопия

Метод сканирующей электронной микроскопии [111] является одним из широко используемых для изучения как структуры исследуемого материала, так и элементного состава.

Исследование структуры и элементного состава карбидокремниевого материала проводили в лаборатории термических испытаний материалов Филиала «ИАЭ» РГП НЯЦ РК на сканирующем электронном микроскопе JSM-6390 японской компании JEOL оснащенный энергодисперсионным спектрометром (ЭДС) JED-2300 и на микроскопе Vega-3 компании Tescan.

Изображения были получены при помощи детектора вторичных электронов. Ускоряющее напряжение для электронов составляло 20 кВ. Расстояние между исследуемой поверхностью и детекторами равно 10 мм. Количественный анализ производился с помощью программного обеспечения спектрометра безэталонным методом.

2.4.3 Просвечивающая электронная микроскопия

Для исследования экспериментальных образцов карбидокремниевой керамики методом просвечивающей электронной микроскопии применялся просвечивающий электронный микроскоп «FEI Tecnai G2 20 TWIN». Данные исследования были проведены при НГТУ г. Новосибирск.

Получение качественных результатов просвечивающей электронной микроскопии зависит от пробоподготовки исследуемых образцов. Это связано с тем, что для получения качественной пробоподготовки, необходимо провести большое количество операций с исследуемыми образцами и только после этого проводить ПЭМ исследования [111 с. 66].

Для изучения тонкой структуры карбидокремниевой керамики нами была проведена ионная обработка образца, то есть истончение поверхности образца (пленки) ионами аргона до толщины, не превышающей 1 мкм. Параметры ионного пучка: энергия пучка порядка 25-30 кэВ, ионный ток варьировался от 2 нА до 10 пА.

Для изучения химического состава использовали специальную приставку по определению микрорентгеноспектрального состава. Идентификации фаз, имеющаяся в материале, осуществлялась методом дифракционного анализа, с помощью темнопольной методики и ее последующем распознавании микроэлектронограмм в соответствии с [2, с.99].

2.4.4 Плотность, пористость материала

Измерение плотности и пористости образцов осуществляли в Филиале «ИАЭ» РГП НЯЦ РК.

Пористость – физическая величина, показывающая долю объема пор в общем объеме пористого тела.

Открытая пористость определяется объемом сообщающихся между собой пор. Данный вид пористости может быть определен методом насыщения по Преображенскому [112-114]. Суть метода заключается в насыщении образца жидкостью (керосином/спиртом) и определении его объема погружением в эту же жидкость.

Разность весов насыщенного и сухого образцов, деленая на плотность жидкости, дает объем пор:

$$V_n = \frac{m_n - m_c}{\rho_k}, \quad (7)$$

где, m_c – масса сухого (до насыщения) образца в воздухе,

m_n – масса насыщенного образца в воздухе,

ρ_k – плотность жидкости (керосина).

Разность весов насыщенного образца в воздухе и в керосине, деленная на плотность жидкости, дает его объем:

$$V_{обр} = \frac{m_n - m_{нк}}{\rho_k}, \quad (8)$$

где, $m_{нк}$ – масса насыщенного образца в керосине,

m_n – масса насыщенного образца в воздухе,

ρ_k – плотность жидкости.

Отношение V_n и $V_{обр}$ определяет коэффициент пористости насыщения:

$$P_o = \frac{V_n}{V_{обр}} = \frac{m_n - m_c}{m_n - m_{нк}} \cdot 100\% \quad (9)$$

Из полученной формулы выявлено, что коэффициент пористости не зависит от плотности жидкости.

Ниже изложена последовательность действий для определения открытой пористости исследуемого образца:

1) Для получения m_c в формуле (10) предварительно высушенный образец взвешивается на аналитических весах.

2) Для получения m_n в формуле (10):

2.1) образец помещается в сосуд наполненный керосином;

2.2) сосуд с образцом устанавливается в герметично закрывающуюся камеру, соединенную с форвакуумным насосом;

2.3) производится откачка воздуха из камеры, при этом происходит удаление воздуха из открытых пор образца и насыщение его керосином;

2.4) насыщенный образец вынимают, освобождают от избытка жидкости с поверхностей образца обтиранием сухой мягкой тканью и определяют массу насыщенного образца на воздухе.

3) Для получения $m_{нк}$ в формуле (10) образец взвешивается в керосине, на аналитических весах, оборудованных специальным приспособлением для гидростатического взвешивания.

Определение погрешности измерений

Для более корректного представления результатов измерений необходимо рассчитать их погрешности. Прямые измерения выполняются для следующих величин: массы сухого образца – m_c , массы насыщенного образца – m_n , массы образца, насыщенного керосином – $m_{нк}$.

Погрешность прямых измерений определяется по формуле:

$$\Delta x = \sqrt{(t_\alpha S_x)^2 + (A)^2} \quad (10)$$

где, t_α – коэффициент Стьюдента (для 9-ти измерений и доверительной вероятности 95 % - $t_{95;9} = 1,8331$),

S_x – стандартное отклонение среднего значения измеряемой величины,

A – абсолютная погрешность средства измерения

Стандартное отклонение среднего значения измеряемой величины определяется из выражения:

$$S_x = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (11)$$

где x_i – значение измеренной величины,

\bar{x} – среднее арифметическое значение измеренной величины,

n – количество проведенных измерений

Погрешность аналитических весов – 0,00005 г.

Значения открытой пористости – Π_o , плотности – $\rho_{обр}$, определяются косвенно. Погрешность косвенных измерений определяется по формуле:

$$\Delta F = \sqrt{\sum_{i=1}^n (\Delta x_i \frac{\partial F}{\partial x_i})^2} \quad (12)$$

где $F = (x_1, x_2 \dots x_n)$ – функция для расчета косвенно-определяемой величины,

x_i – непосредственно измеренная физическая величина, имеющая погрешность Δx_i

Для вычисления погрешности определения открытой пористости находятся частные производные:

$$F = \Pi_o = \frac{m_n - m_c}{m_n - m_{нк}} \cdot 100\% \quad (13)$$

$$\frac{\partial F}{\partial m_c} = \frac{-1}{m_n - m_{нк}} \quad (14)$$

$$\frac{\partial F}{\partial m_n} = \frac{m_c - m_{нк}}{(m_n - m_{нк})^2} \quad (15)$$

$$\frac{\partial F}{\partial m_{нк}} = \frac{m_c - m_n}{(m_n - m_{нк})^2} \quad (16)$$

Согласно формуле (12), погрешность определения открытой пористости находится из выражения:

$$\Delta \Pi_o = \sqrt{\left(-\frac{\Delta m_c}{m_n - m_{нк}}\right)^2 + \left(\Delta m_n \frac{m_c - m_{нк}}{(m_n - m_{нк})^2}\right)^2 + \left(\Delta m_{нк} \frac{m_c - m_n}{(m_n - m_{нк})^2}\right)^2} \cdot 100\% \quad (17)$$

Для вычисления погрешности определения плотности образца вычисляются частные производные:

$$F = \rho_{обр} = \frac{m_c}{a \cdot b \cdot c} \quad (18)$$

$$\frac{\partial F}{\partial m} = \frac{1}{abc} \quad (19)$$

$$\frac{\partial F}{\partial a} = -\frac{m_c}{a^2 bc} \quad (20)$$

$$\frac{\partial F}{\partial b} = -\frac{m_c}{b^2 ac} \quad (21)$$

$$\frac{\partial F}{\partial c} = -\frac{m_c}{c^2 ab} \quad (22)$$

Согласно формуле (12) погрешность определения плотности может быть найдена из выражения:

$$\Delta \rho_{обр} = \sqrt{\left(\Delta m_c \frac{1}{abc}\right)^2 + \left(-\Delta a \frac{m_c}{a^2 bc}\right)^2 + \left(-\Delta b \frac{m_c}{b^2 ac}\right)^2 + \left(-\Delta c \frac{m_c}{c^2 ab}\right)^2} \quad (23)$$

2.4.5 Твердость материала

Измерение микротвердости образцов карбидокремниевой керамики осуществляли в Филиале «ИАЭ» РГП НЯЦ РК на приборе типа ПМТ-3М.

Измерение проводилось по методу Виккерса [115, 116]. Суть метода заключается в следующем. После проведения качественной пробоподготовки исследуемых образцов на его поверхность вдавливают алмазный индентор в виде четырехгранной пирамиды с углом при вершине 136°. Нагрузку, равную порядка $P=10 \div 1000$ Н, удерживают на поверхности образца определенное

время, около (10^{-15} с) и удаляют. После удаления индентора с поверхности образца, измеряют полученные диагонали на отпечатке, который остался на поверхности образца. Далее, определяют твердость образца, путем деления нагрузки, измеряемую в кг, на площадь боковой поверхности полученного пирамидного отпечатка и рассчитывается по формуле:

$$H = \frac{1,8544 \cdot P}{C^2}, \quad (24)$$

где H – значение микротвердости (Н/мм^2);

P – усилие (Н);

C – диагональ отпечатка (мкм).

Диагональ отпечатка измеряется при помощи окулярного, оптического микроскопа. Микротвердость определяли по трем отпечаткам, результаты измерений усреднялись.

2.4.6 Испытания на износостойкость

Карбидокремниевая керамика в большинстве случаев работает в условиях трения. Поэтому высокая износостойкость не только поверхности, но и всего материала – важная характеристика надежности и долговечности деталей в процессе эксплуатации. Оценку износостойкости проводили на основе испытаний на сухое трение в режиме «шар-диск». Выбранный метод испытаний максимально точно воспроизводит условия эксплуатации деталей из карбидокремниевой керамики.

Испытания на сухое трение в режиме «шар-диск» проводили на высокотемпературном трибометре ТНТ-S-AX0000 фирмы CSM Instruments в «Центре измерения свойств и материалов» ТПУ (Томск, Россия). В ходе испытаний определяли коэффициент трения и силу трения пары «шар-диск». По окончании испытаний при помощи высокоточной измерительной установки «Micro Measure 3D Station», действие которой основано на бесконтактном методе измерения оптическими датчиками, разработанном фирмой «STIL» (Франция), получали 3D-микрофотографии высокого разрешения и проводили последующий анализ, включающий следующие этапы:

- визуальное представление форм и структур на поверхности образца;
- измерение площади трека износа после испытаний.

Условия испытаний соответствовали международному стандарту ASTM G99 (G99 (

Таблица 3).

Объем износа и значение износостойкости образцов вычисляли по методике, описанной в работе [117].

Таблица 3 – Характеристики испытаний на трибометре ТНТ-S-AX0000

Параметр	Значение
Линейная скорость, м/с	0,034
Материал шара	W, вольфрам
Радиус шара	$3,00 \times 10^{-3}$
Длина пути износа, м	47,3
Время износа, с	$1,4 \times 10^3$
Величина вертикальной нагрузки, Н	10
Температура испытаний	25
Радиус следа износа	$2,5 \times 10^{-3}$

2.4.7 Предел прочности

Для определения прочностных характеристик были проведены механические испытания при комнатной температуре на универсальной испытательной машине TiniusOlsen 50ST в Филиале «ИАЭ» РГП НЯЦ РК. Прочностные характеристики материала определялись методами определения предела прочности при сжатии по ГОСТ 23775-79.

Метод определения предела прочности при сжатии состоит в определении отношения величины нагрузки, предшествующей разрушению образца, на первоначальную площадь его поперечного сечения. Для определения геометрических размеров образцов применялся цифровой штангенциркуль с дискретностью отсчета 0,01 мм. Испытания проводились до разрушения испытуемого образца при скорости перемещения активного захвата равной 2 мм/мин [118].

Предел прочности при сжатии ($\sigma_{сж}$) рассчитывают по формуле:

$$\sigma_{сж} = \frac{P}{S} \quad (25)$$

где P – разрушающая образец нагрузка, МН;

Площадь поперечного сечения (S) в мм² вычисляют по формулам:

$S = b \times h = a^2$ — для кубических образцов;

b – ширина образца, м;

h – толщина образца, м.

3 РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ

В настоящей главе приводятся результаты по разработке способов получения карбидокремниевой керамики методом импульсного нагрева и искроплазменного спекания. Нами, для решения поставленных задач, разработан способ получения карбидокремниевой керамики.

Результаты исследования, приведенные в данном разделе, опубликованы в работах [119-120], а также имеется авторское свидетельство на разработку способа (приложение А) и акты внедрения в деятельность филиала ИАЭ (приложение Б) и учебный процесс НАО «Университет имени Шакарима города Семей» (приложение В).

3.1 Определение чистоты исходных компонентов

Важным условием, при получении новых материалов является чистота исходных компонентов. Перед проведением механической активации исходные компоненты были изучены на их чистоту методом элементного анализа. Результаты элементного анализа приведены на рисунках 19 и 20.

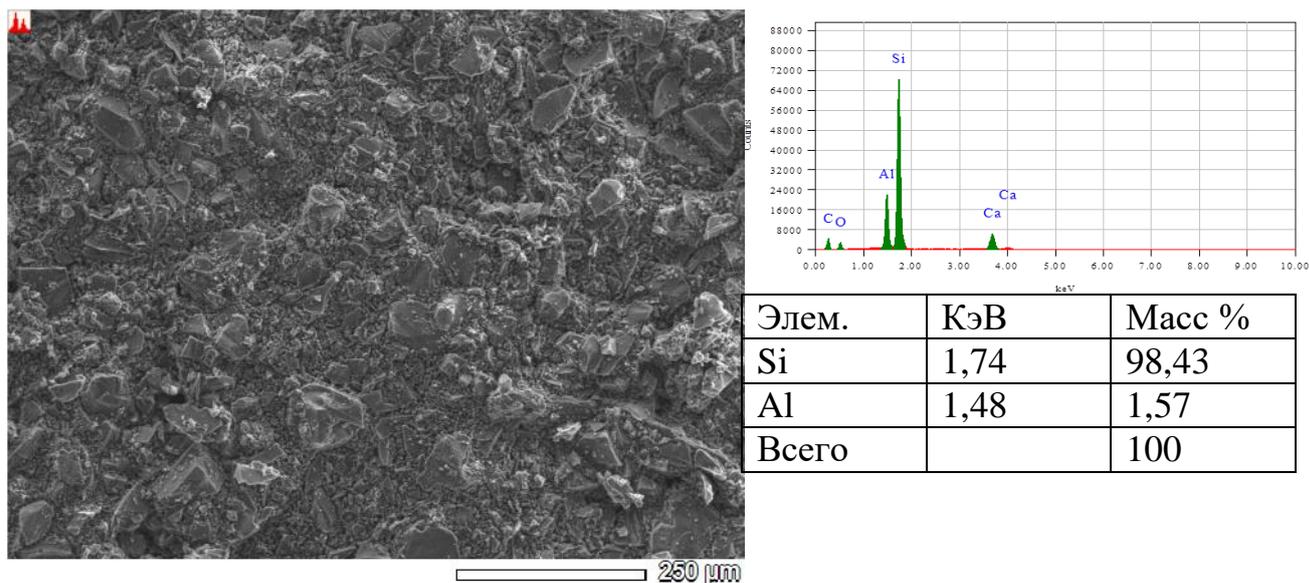


Рисунок 19 – ЭДС анализ кремния

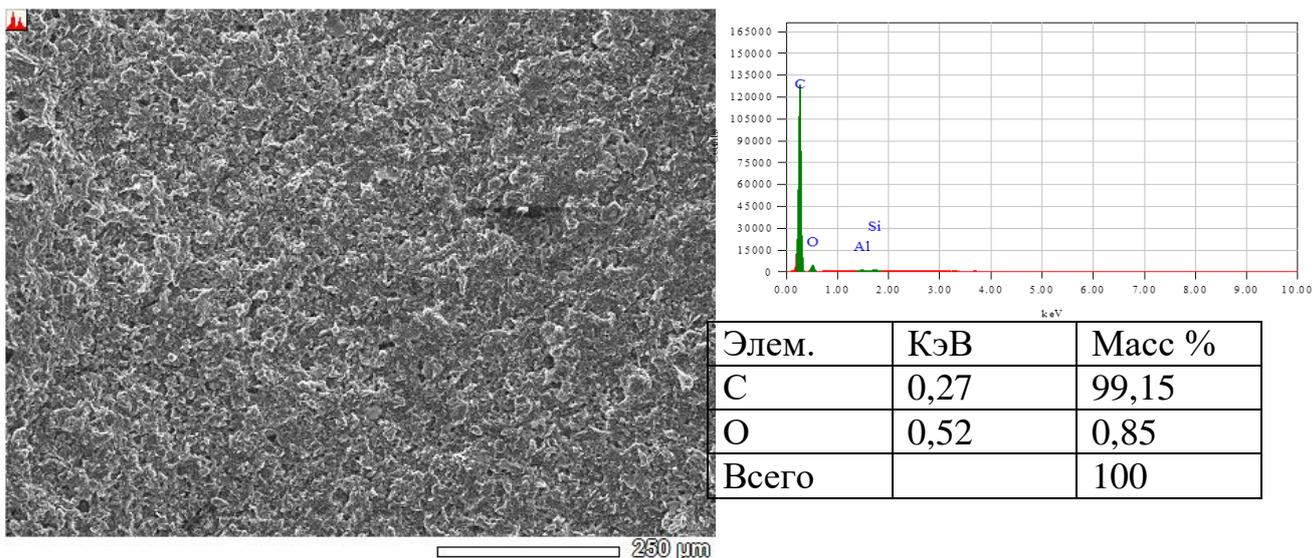


Рисунок 20 – ЭДС анализ графитового лома

На основании проведенного ЭДС анализа кремния, было выявлено присутствие пиков алюминия. Это можно объяснить тем, что пики соответствующие алюминию и кремнию очень близко расположены, и это является их наложением.

В графите же присутствуют все модификации углерода, и соответствуют их углу. Наличие незначительного количества кислорода, как и в кремнии может быть связано с наложением идентификационных линий.

Для достоверности результатов элементного анализа, дополнительно был проведен фазовый анализ, а именно, для исключения наличия фазы окиси кремния в исходном компоненте. На рисунках 21 и 22 приведены дифрактограммы исходных компонентов: кремния и графита.

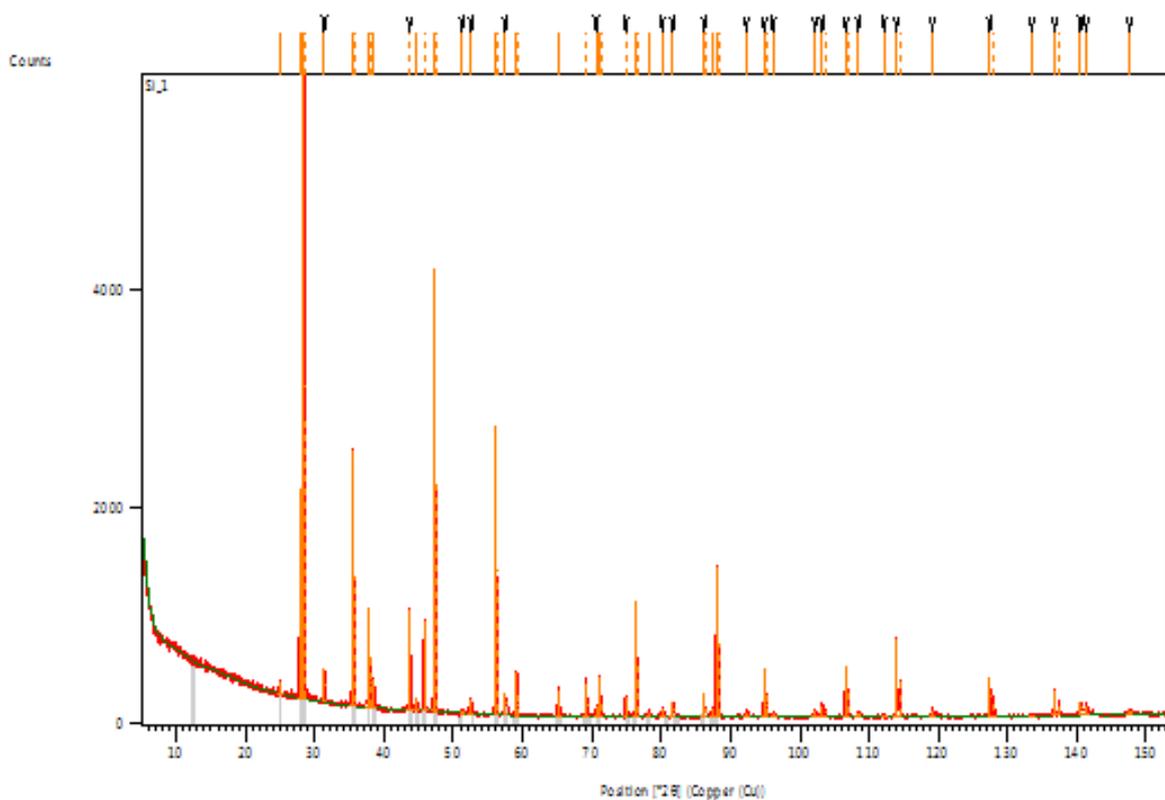


Рисунок 21 – Дифрактограмма кремния

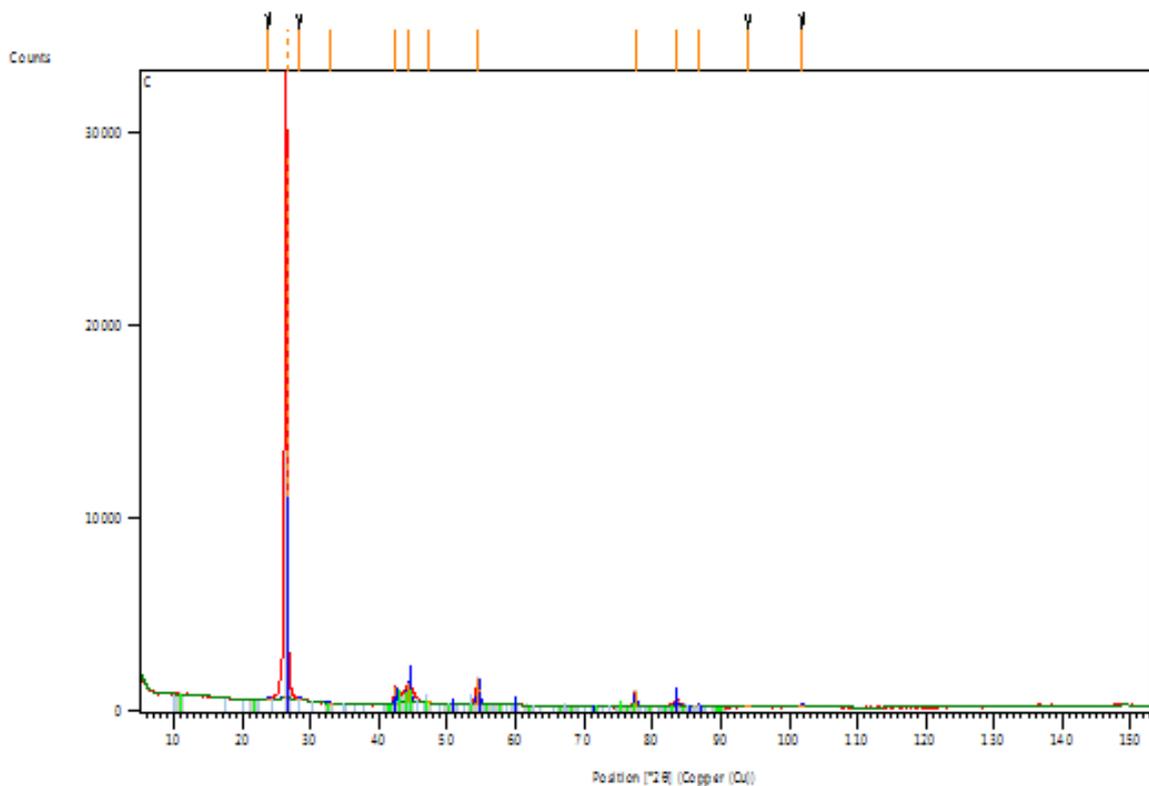


Рисунок 22 – Дифрактограмма графитового лома.

Стоит отметить, что чистота кремния и графитового лома очень высока и составляет порядка 99,998 %. На полученных дифрактограммах исходных

компонентов наблюдается соответствие всех углов, углам, характеризующим данный материал. В кремнии преобладает α -кремний, однако есть и следы присутствия β -кремния. Относительно углерода можно сказать то, что он присутствует во всех своих модификациях. Результаты рентгенофазового анализа получены в автоматическом режиме с использованием программы «HighScore». Идентификация фазового состава образцов проводилась с использованием базы данных Crystallography Open Database.

Чистота исходных компонентов соответствует ГОСТам для данных материалов. Полученные данные рентгенофазового анализа подтверждают отсутствие оксидных фаз.

3.2 Получение керамического карбидокремниевого материала методом индукционного нагрева на стенде ВЧГ-135

Для разработки способа получения карбидокремниевых материалов с использованием в качестве исходных компонентов вторичных продуктов промышленности, таких как графитовый лом и кварцевый песок была использована установка ВЧГ-135 с индукционным методом нагрева.

Данный способ спекания включает в себя следующие стадии: подготовку сырьевых компонентов, таких как измельчение, смешивание, прессование и последующее спекание [121-122].

Перед проведением спекания исходных компонентов была проведена механоактивация порошковой смеси в соответствии с п.п. 2.3.1. Полученную смесь прессовали в пресс-форме из углеродистой стали при давлении 480-500 МПа и температуре 180 °С в течении 30-35 минут. Далее полученные заготовки помещали внутрь графитового тигля, где между ними устанавливались графитовые дистанцирующие пластины. Полученную экспериментальную сборку помещали в рабочую камеру индукционной печи стенда ВЧГ-135, после чего в камере создавалось разряжение до 10^{-3} Па, а затем производилось заполнение полости рабочей камеры инертным газом (аргон) до атмосферного давления. Схема экспериментальной сборки для данного эксперимента приведена на рисунке 23. Данная дифференциальная схема показывает расположение образцов, разделенных графитовыми пластинами.

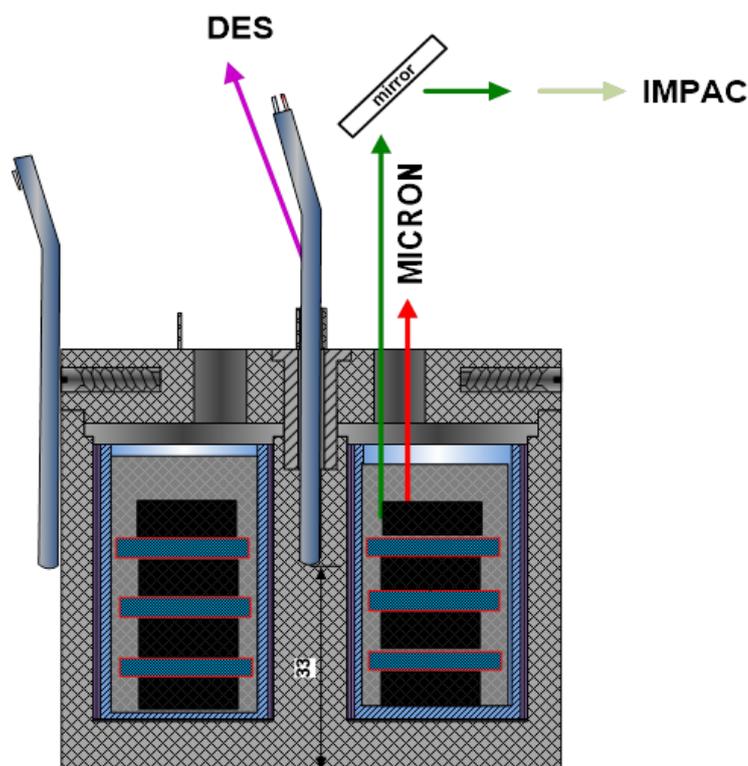


Рисунок 23 – Схема экспериментальной сборки образцов карбидокремниевой керамики

Выбор температурных режимов в данной технологии выполнялся расчетным путем, на основании реакции восстановления оксида кремния углеродом, согласно формуле (26), изменении термодинамического потенциала Гиббса [123], согласно уравнению (27), а также на основании реакции восстановления диоксида кремния углеродом, при котором происходит образование твердого карбида кремния, согласно уравнению (28).



$$\Delta = 697390 - 359,07 T \quad (27)$$



Из этого следует, что, теоретически, для начала процесса восстановления кремнезема твердым углеродом необходима температура порядка 1550 °С.

На основании вышеуказанного, процедура спекания заготовок включала в себя два периода термообработки: от комнатной температуры до 800 °С с выдержкой около 30 минут и последующий нагрев до 1550-1600°С с выдержкой 90-100 минут.

На рисунке 24 представлен теоретический температурный режим спекания и температурный режим спекания, полученный в результате проведения эксперимента на стенде ВЧГ-135. При проведении эксперимента контроль температуры осуществлялся посредством термоэлектрических

преобразователей, установленных на боковой поверхности экспериментальной сборки и при помощи пирометров, предусмотренных конструкцией стенда ВЧГ-135.

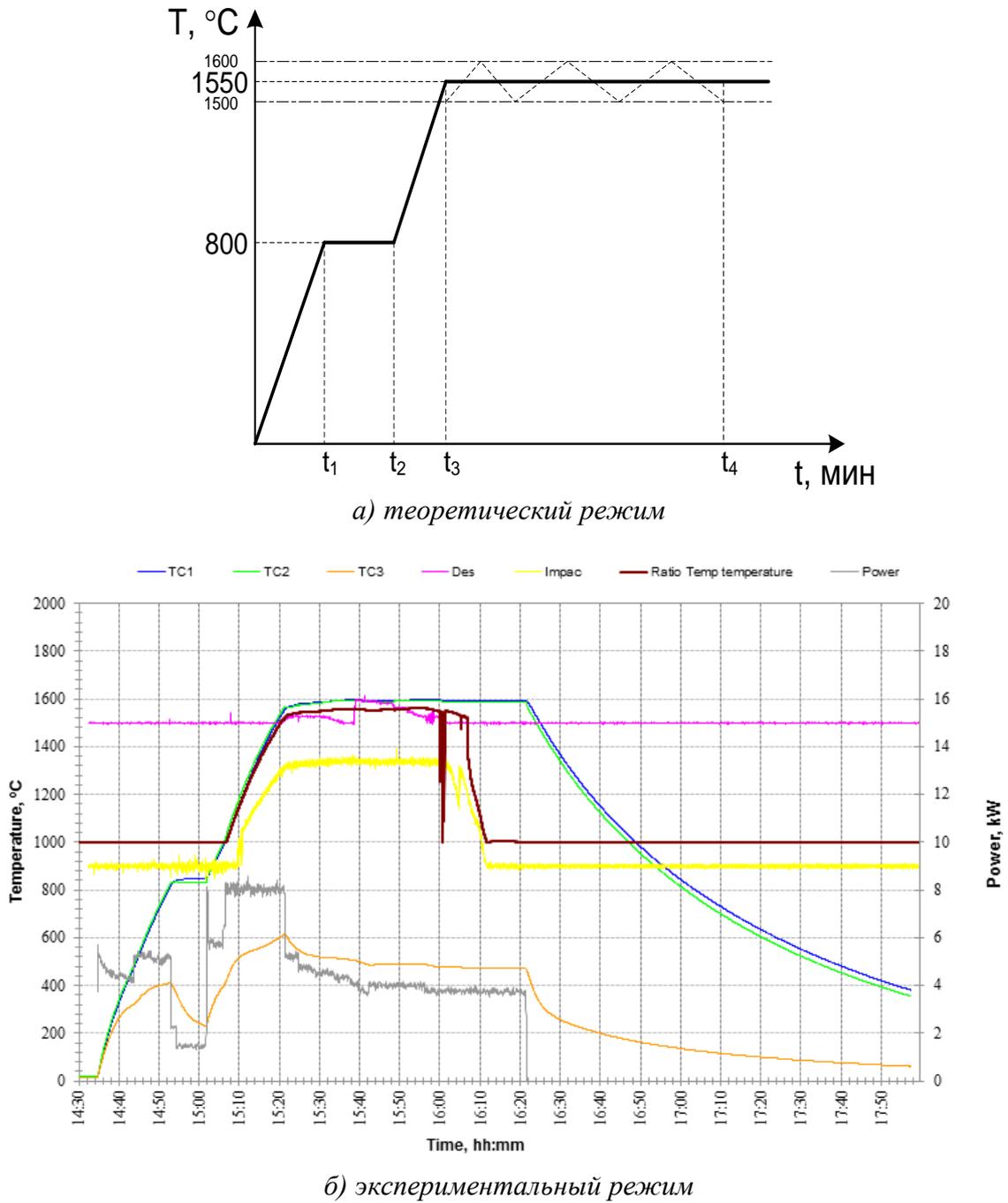


Рисунок 24 – Температурный режим нагрева

Процесс спекания завершается после естественного охлаждения сборки до комнатной температуры. Конечным результатом данного процесса является получение монолитного материала с трехфазным составом, содержащим карбид кремния, углерод и свободный кремний

Как видно из рисунка 24 теоретическое предположение о температурном режиме нагрева образца подтвердилось в ходе эксперимента.

3.3 Получение карбидокремниевой керамики методом искроплазменного спекания

Для получения карбидокремниевой керамики твердофазным методом спекания было проведено ИПС механоактивированных порошков.

Суть метода ИПС заключается в пропускании электрического тока через графитовые пуансоны. Данные пуансоны хорошо обеспечивают проводимость тока, за счет чего возникает эффект «Искрового разряда», в результате которого происходит быстрый нагрев спекаемых композитов [124-125].

Процедура получения карбидокремниевой керамики методом ИПС заключалась в следующем [126-127]. Механоактивированные порошки, которые являлись исходными компонентами шихты загружались в графитовую пресс-форму с внутренним диаметром 20 мм и предварительно подпрессовывались с усилием равным 5кН. При этом для лучшего извлечения спеченного материала, а также легкости передвижения пуансонов в процессе проведения спекания графитовая пресс-форма и графитовые пуансоны были изолированы от спекаемой смеси графитовой бумагой толщиной 0,2 мм. Для исключения утечек тепла боковая поверхность пресс-формы была покрыта слоем теплоизоляции из графитового войлока. Далее подготовленная шихта помещалась в рабочую камеру установки для непосредственного проведения ИПС. Параметры проведения ИПС представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Параметры спекания

№ п\п	Название образцов	Т спекания, °С	Время выдержки, мин	Скорость нагрева, °С/мин	Нагрузка, кН	Химический состав, масс%	
						Si	C
1	SiC-1	1600	5	100	12	70	30
2	SiC-2	1400	5	100	12	70	30
3	SiC-3	1200	5	100	12	70	30
4	SiC-4	1500	5	100	12	70	30
5	SiC-5	1300	5	100	12	70	30

Контроль температуры осуществлялся двумя способами:

- ТЭП типа ХА, до достижения температуры пресс-формы отметки 600 °С;
- пирометром, по превышению температуры пресс-формы отметки 600 °С.

Процесс спекания контролировался в режиме реального времени с частотой записи 2 Гц. По окончании проведения спекания камера охлаждалась до комнатной температуры. Извлечение образцов проводилось при помощи ручного гидравлического пресса.

Диаграмма изменения параметров установки и композиции во время проведения одного из экспериментов приведена на рисунке 25.

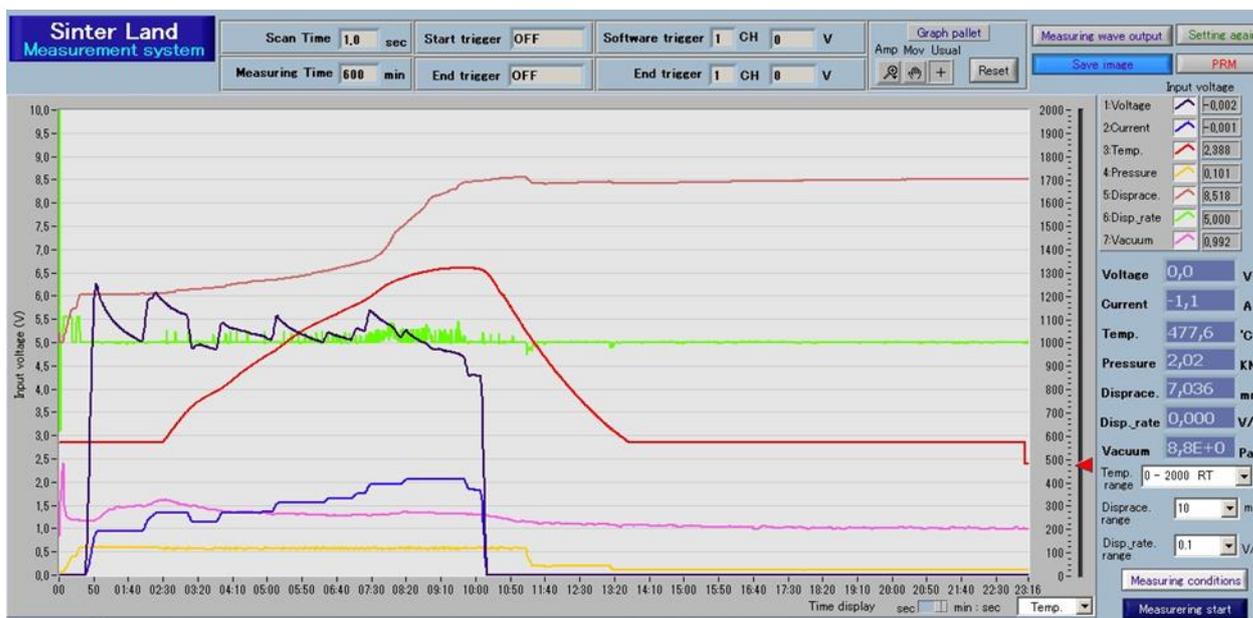


Рисунок 25 – Диаграмма изменения параметров установки и композиции в процессе ИПС при температуре 1300 °С

Согласно диаграмме, приведенной на рисунке 25, усадочная кривая образца (бледно-красная линия) носит двух-стадийный характер: высокая интенсивность термической усадки при относительно низких температурах (красная линия) и ее интенсивный рост после превышения температуры композиции 575 °С. В диапазоне температур 1200 – 1300 °С усадка практически прекращается. Можно предположить, что в этот момент кремний и графит полностью прореагировали между собой. Стоит отметить, что основная доля усадки приходится на неизотермическую стадию нагрева. Это свидетельствует о высокой интенсивности процессов консолидации материала. Такое явление происходит при спекании всех образцов, как и при температуре 1200 °С, так и при температуре 1600 °С.

Выводы по третьей главе

Разработана технология получения карбидокремниевой керамики методом индукционного нагрева, при которой оптимальный температурный режим спекания порошковых компонентов составляет 1550 °С.

Разработан способ получения карбидокремниевой керамики методом ИПС, где в качестве исходных компонентов использовались вторичные продукты промышленности.

Определено, что эффективное время спекания исходных порошков методом ИПС для получения карбидокремниевой керамики составляет порядка 5 мин.

4 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ИНДУКЦИОННОГО НАГРЕВА

Настоящий раздел содержит результаты исследований поверхности карбидокремниевое материала методами оптической, электронной микроскопии, и рентгеноструктурного анализа. Большинство результатов исследований, приведенные в данном разделе были получены при финансовой поддержке Государственного учреждения «Комитет науки Министерства образования и науки Республики Казахстан» в рамках Договора №271 от 12.02.2015 года по теме «Способ получения силицированного графита».

Результаты исследования, приведенные в данном разделе, опубликованы в работах [119, 128-131].

4.1 Структурные образования в карбидокремниевой керамике при индукционном нагреве

После проведения спекания методом индукционного нагрева, были отобраны образцы А, В и С, которые представлены на рисунке 26. На данных образцах были проведены материаловедческие исследования. С каждого образца полученного материала были подготовлены металлографические шлифы.

Визуальный осмотр показал довольно однородную структуру, без видимых повреждений, которые могли образоваться в результате спекания.

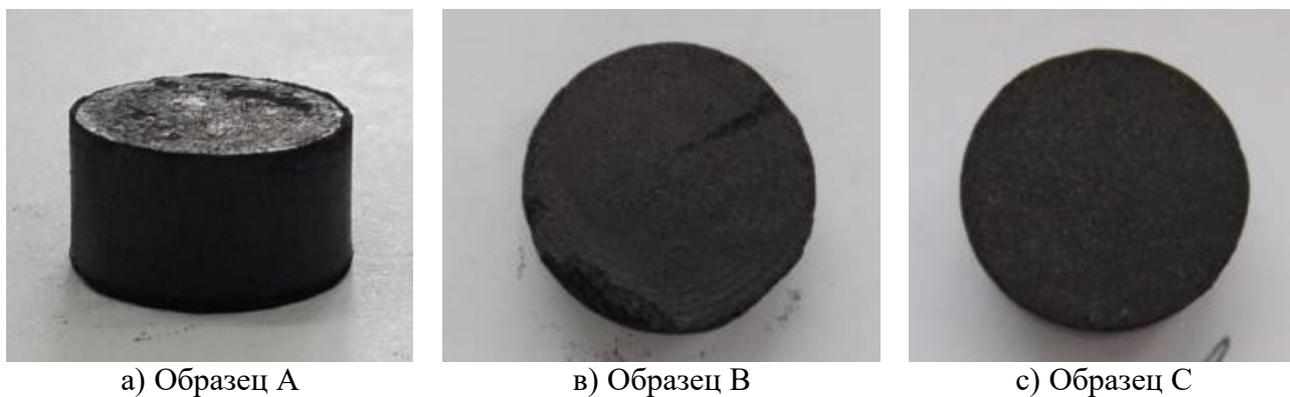


Рисунок 26 – Внешний вид исследуемых образцов

Особое внимание при анализе микроструктуры поверхностей образцов было обращено на наличие трех структурных составляющих, визуально различающихся между собой по цвету. Эти составляющие были условно обозначены как серая, белая и черная фазы, которые указаны стрелками на рисунке 27. Данные составляющие скорее всего являются фазами карбида кремния, кремния и углерода. Также, было установлено, что в целом форма и средние размеры частиц каждой из фаз, как и характер взаиморасположения соседствующих частиц различных фаз сохраняются одинаковыми по всему образцу.

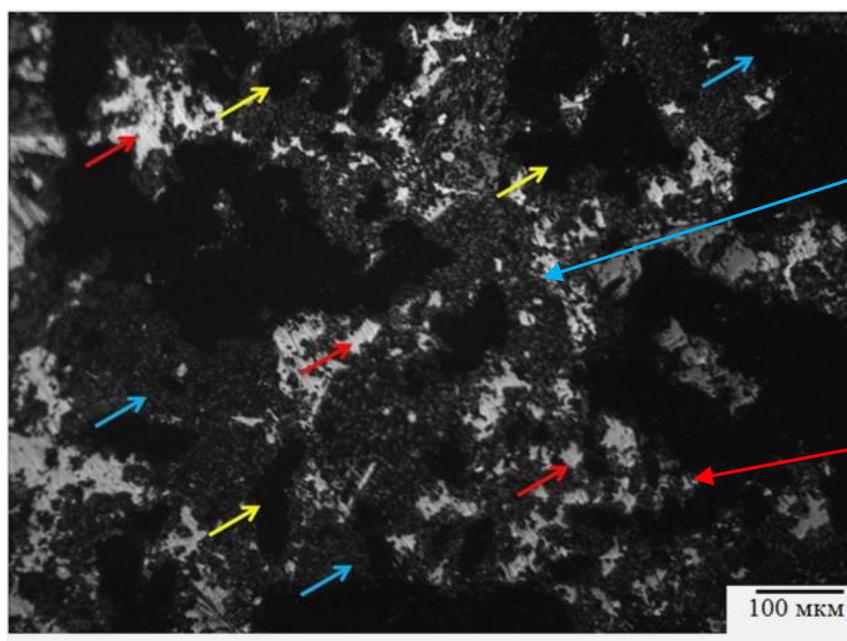


Рисунок 27– Типичная микроструктура поверхности образцов карбидокремниевой керамики

Микроструктура образца А, полученного при температуре 1550 °С с составом шихты: 70 % кремниевая основа, 30 % углеродистая основа, представляет собой трехфазную структуру. Образованная структура предположительно состоит из фаз карбида кремния с микротвердостью 15100-15900 МПа и диоксида кремния с микротвердостью 5900-8700 МПа. Плотность данного образца составила 1,92 г/см³. Как видно из рисунка 28 образец имеет поры, средний размер, которых составляет около 20-25 мкм.

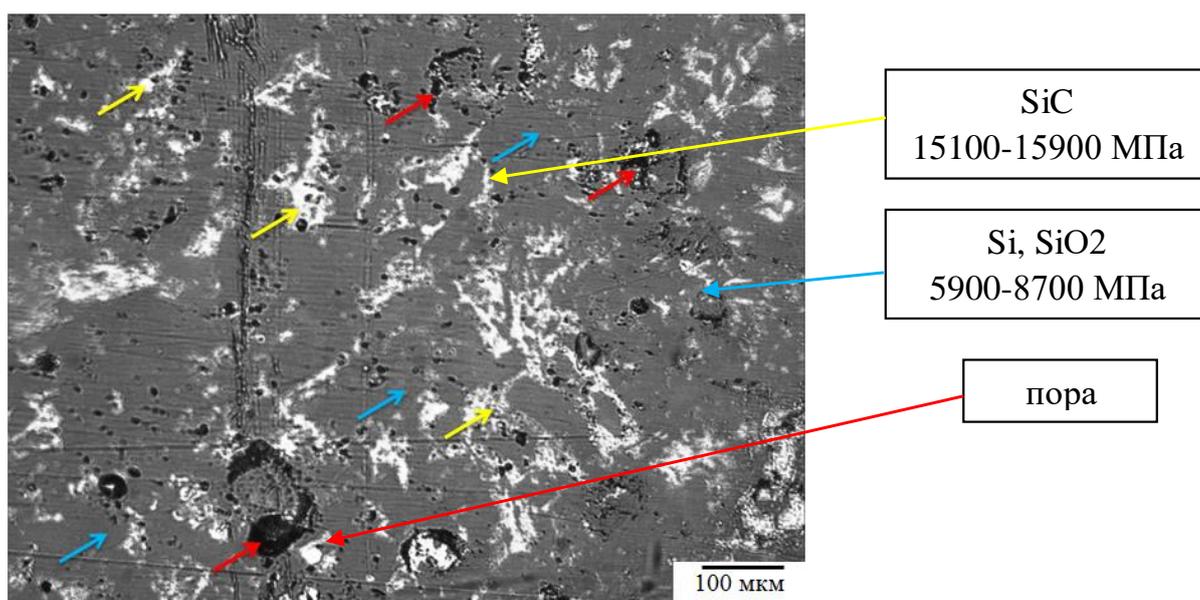


Рисунок 28 – Микроструктура поверхности полученного образца А методом высокочастотного индукционного нагрева на ВЧГ-135

Микроструктура образца В, полученного при температуре 1550 °С с составом шихты: 65 % кремниевая основа, 35 % углеродистая основа, представляет собой двухфазную структуру. Образованная структура предположительно состоит из карбида кремния с микротвердостью 12570-12980 МПа и диоксида кремния с микротвердостью 5715-8720 МПа. Вместе с тем, наблюдается неоднородность структуры, связанная предположительно с остатками нерастворенной шихты. Плотность данного образца составила 1,92 г/см³. Как видно из рисунка 29, образовались поры, средний размер которых составляет 10-14 мкм.

Детальное исследование микроструктуры в различных участках поверхности показало, что в любом участке образца фиксируется наличие двух фаз, различающихся по цвету. Было также установлено, что на поверхности шлифа образовались поры и крупные включения, которые предположительно являются непрореагировавшими частицами кремния и углерода.

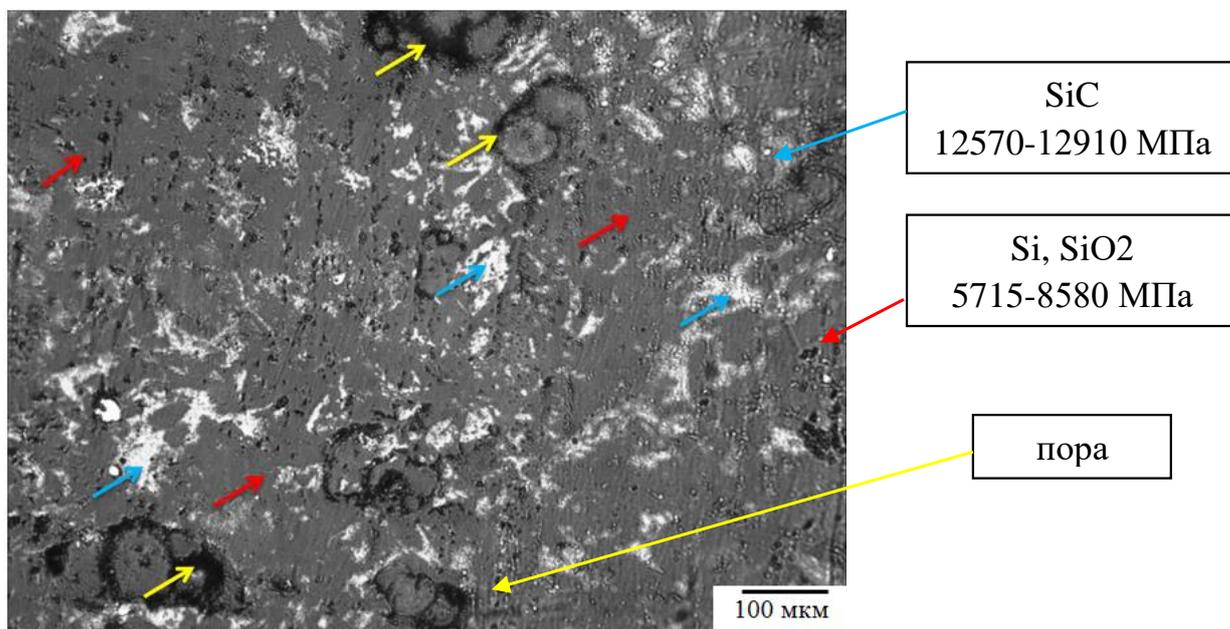
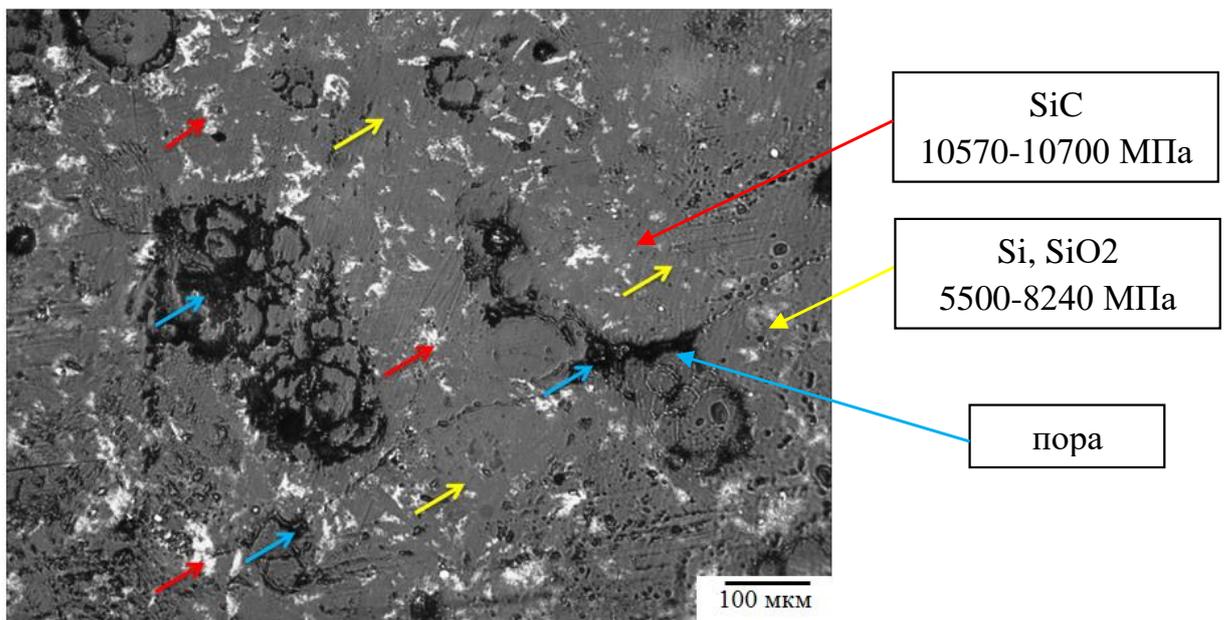
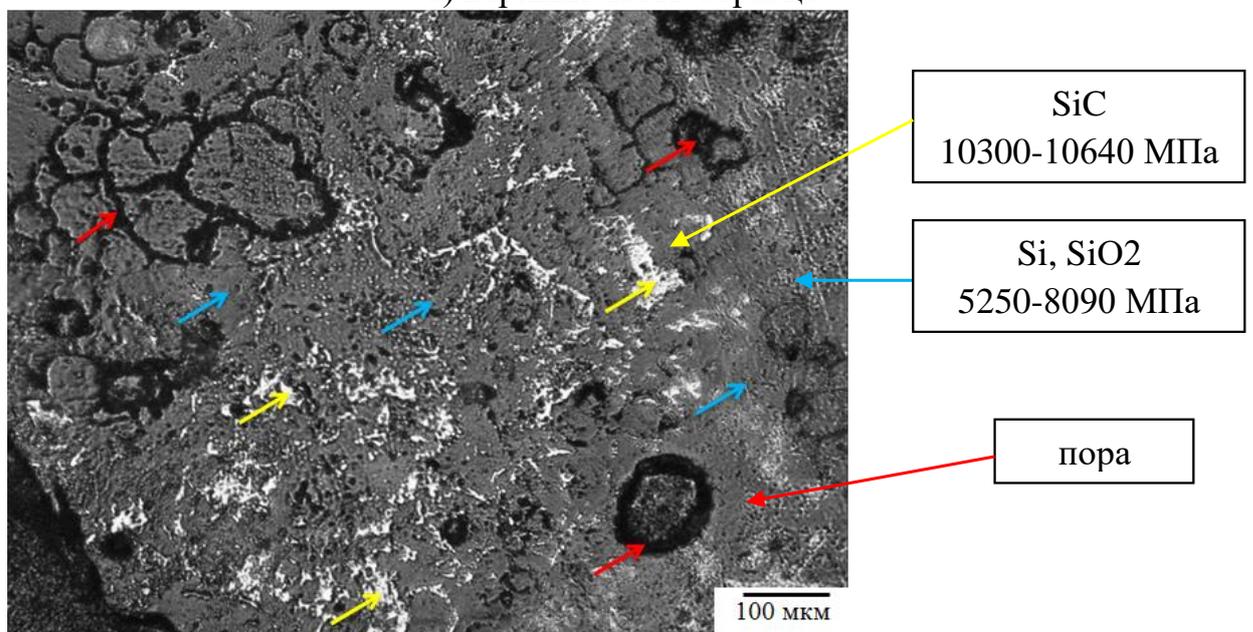


Рисунок 29 – Микроструктура поверхности полученного образца В методом высокочастотного индукционного нагрева на ВЧГ-135

Микроструктура образца С, полученного при температуре 1550 °С с составом шихты: 60 % кремниевая основа, 40 % технический углерод, представляет собой трехфазную структуру, предположительно из карбида кремния с микротвердостью 10300-10700 МПа, а также диоксида кремния и кремния с микротвердостью 5250-8240 Мпа (рисунок 30 б). На микроструктуре данного образца наблюдается неоднородность структуры, предположительно связанная с остатками нерастворенной шихты. Плотность данного образца составила 1,98 г/см³. В результате исследования структуры установлено, что нижняя сторона образца покрыта неглубокими язвами, имеются мелкие поры размером около 21-25 мкм (рисунок 30 б).



а) верхняя часть образца



б) нижняя часть образца

Рисунок 30 – Микроструктура поверхности образца С, полученного методом индукционного нагрева на ВЧГ-135

Важно отметить, что поры, малого, незначительного размера могут привести к скорейшему блокированию транспортных пор, в процессе силицирования, вследствие, чего его полнота может быть не реализована. Однако, при порах большого размера, в процессе силицирования, расплав кремния может протекать через заготовку с довольно высокой скоростью, а также и вытечь через нее, что не является благоприятным условием для образования фазы карбида кремния.

Стоит отметить, что только при оптимальном размере пор может обеспечиваться функционирование для транспортировки расплава кремния вглубь шихты. При этом условии будет обеспечена достаточная скорость для протекания расплава кремния, которая будет способствовать образованию карбида кремния.

Характер полученной микроструктуры, дает возможность сделать предположение о неравномерности распределения давления при проведении предварительной прессовки образцов.

4.2 Фазообразование карбидокремниевой керамики, спеченной индукционным методом

По результатам проведения рентгенофазового анализа выявлено (рисунки 31 - 33), что карбидокремниевая керамика, полученная методом индукционного нагрева, имеет четырехфазное состояние. Основными фазами являются карбид кремния, кремний, углерод и диоксид кремния. Дифрактограммы полученных образцов говорят о том, что фаза карбида кремния имеет гексагональную структуру с параметром кристаллической решетки 0,3073 нм, образованная фаза диоксид кремния (SiO_2) так же, как и фаза карбида кремния имеет гексагональную структуру, однако, параметр их кристаллической решетки равен 0,4903 нм. Также по результатам определения фазового состава выявлены фазы свободного кремния и свободного углерода. Образование данных фаз происходит за счет частиц, которые не взаимодействовали между собой при разогреве композиции ($\text{SiO}_2 + 3\text{C} \rightarrow \text{SiC} + 2\text{CO}$) для образования карбида кремния.

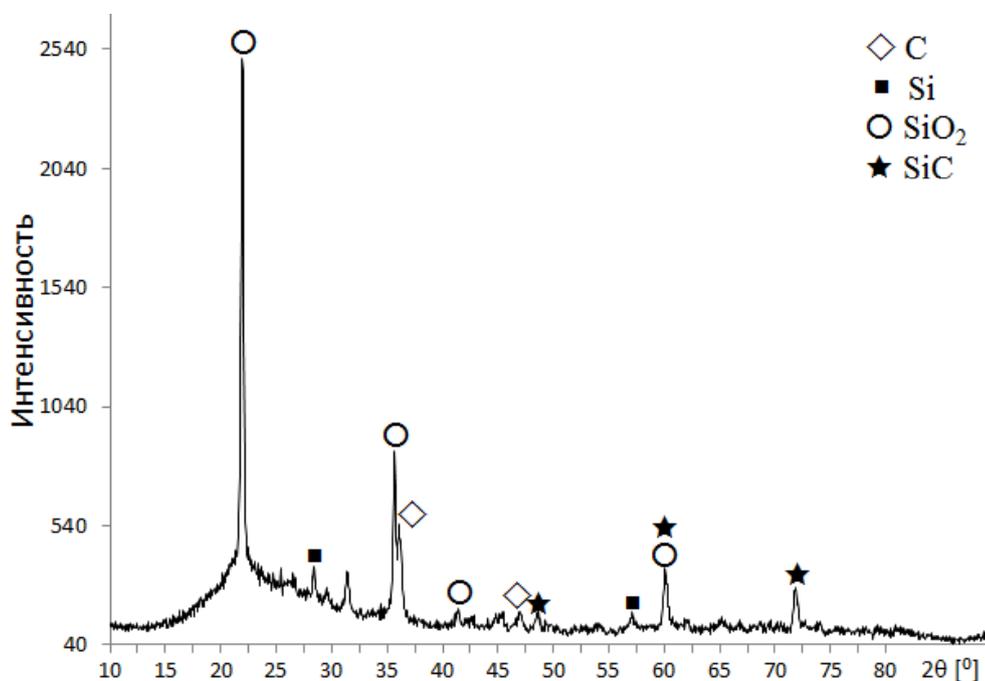


Рисунок 31 – Дифрактограмма образца А, полученного методом индукционного нагрева

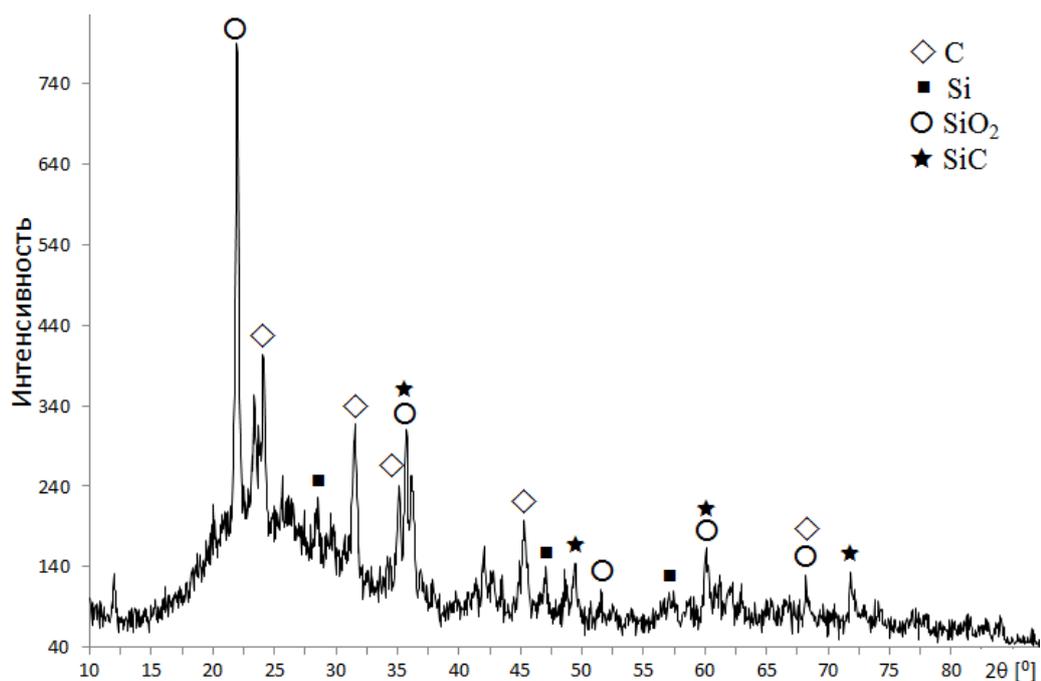


Рисунок 32 – Дифрактограмма образца В, полученного методом индукционного нагрева

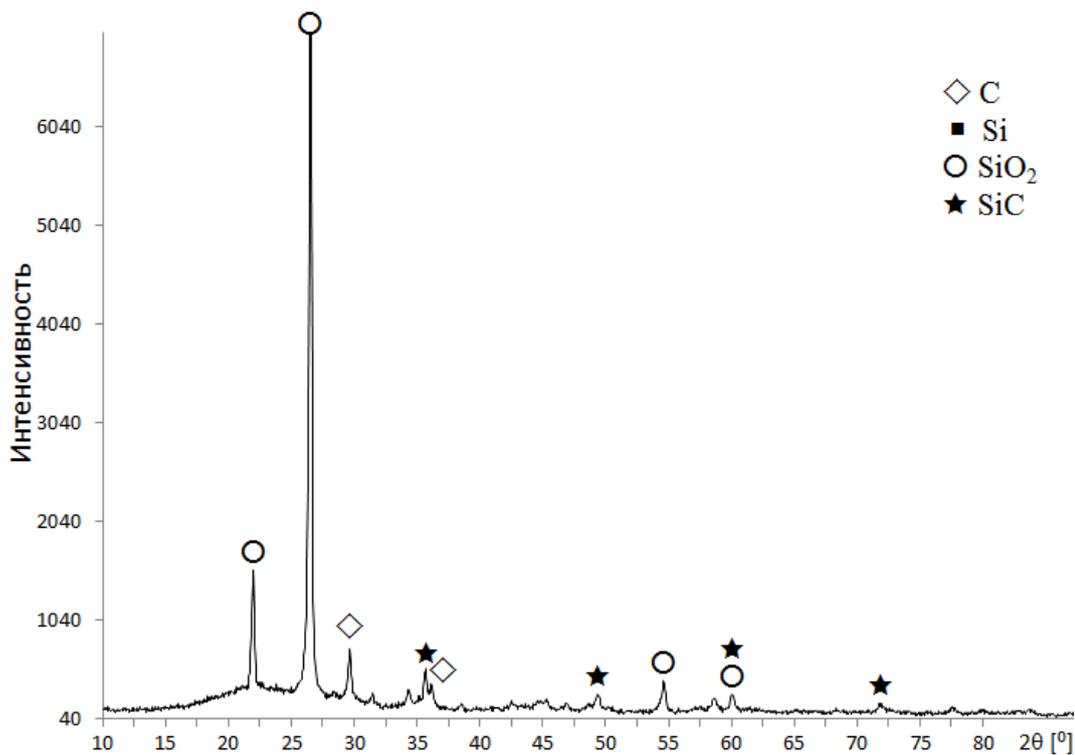


Рисунок 33 – Дифрактограмма образца С, полученного методом индукционного нагрева

В структуре материала, в процессе получения карбидокремниевой керамики сохранилась фаза диоксида кремния (SiO₂), которая с свою очередь

также обладает высокой твердостью и прочностью, что не влияет на характеристику материала. В таблице 5 приведены основные и дополнительные фазы, образованные в карбидокремниевой керамике, полученной методом индукционного нагрева, а также количественная оценка содержания фазы SiC.

Таблица 5 – Параметры основных и дополнительных фаз карбидокремниевой керамики

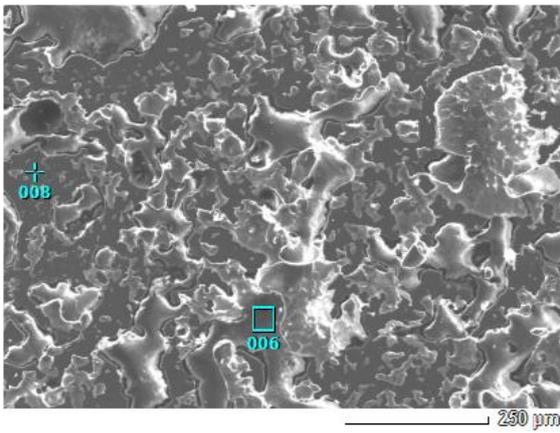
Состав шихты		Фазовый состав		Количественная оценка содержания фазы SiC, %
		Основные фазы	Дополнительные фазы	
Si	C			
60	40	α -SiC ((0.431 ± 0.002) nm)	C (a=0.247 nm; c=0.676 nm), Si (0.543 nm), SiO ₂ (a=0.311 nm)	21
65	35	α -SiC ((0.437 ± 0.002) nm)	SiO ₂ (a=0.306 nm. c=1.011 nm) C (a=0.249 nm; c=0.672 nm), Si (0.545 nm)	23
70	30	α -SiC ((0.435 ± 0.002) nm)	C (a=0.248 nm; c=0.671 nm), Si (0.549 nm), SiO ₂ (a=0.315 nm)	34

Стоит отметить, что в работах [42, с.107] материалы карбидокремниевой керамики имеют двухфазную структуру. Немаловажно отметить, что материал, полученный в данной работе, имеет характерную для карбидокремниевой керамики структуру.

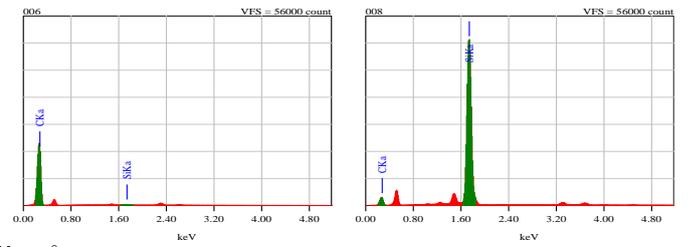
Проведенный рентгеноструктурный анализ карбидокремниевой керамики, полученной методом индукционного нагрева (таблица 5), четко показывает присутствие 3C-SiC политипа, и нет указаний на другой политип SiC. Данный кубический политип имеет наибольшую симметрию и, следовательно, показывает наименьшее число дифракционных линий. Все симметричные SiC политипы дают дифракционные линии вблизи и между положениями дифракционных линий 3C-SiC.

С целью идентификации фаз, путем качественного и количественного анализа, был проведен рентгеноспектральный микроанализ, результаты которого приведены на рисунках 34-36.

Элементный анализ обнаруженных структурных составляющих показал содержание в основной матрице образца А углерода 56 % и кремния 43,9 %.



а) Микрообласти ЭДС анализа

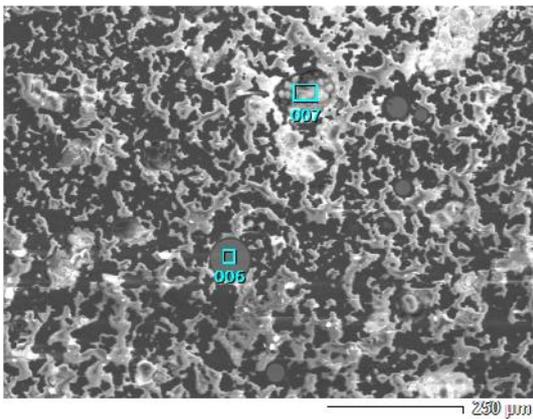


Mass%	C	Si	Total
006	47.52	52.48	100.00
007	45.98	54.02	100.00

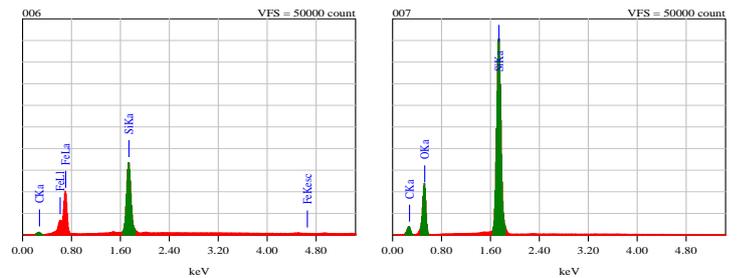
б) Качественный и количественный анализ

Рисунок 34 – ЭДС анализ образца А

При анализе образцов В и С обнаружены следующие элементы: углерод, кремний, кислород и железо. Присутствие примесей кислорода и железа обусловлено применением технической сажи.



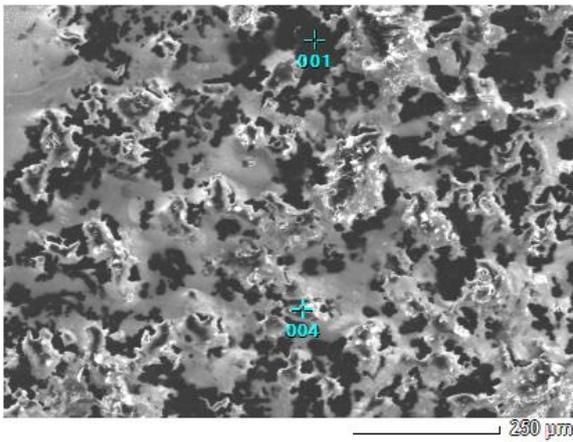
а) Микрообласти ЭДС анализа



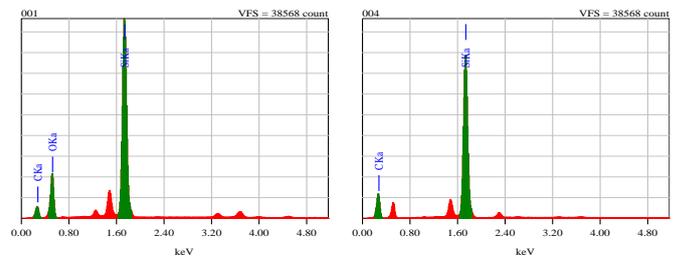
Mass%	C	O	Si	Fe	Total
006	37.50	5.33	32.38	24.49	100.00
007	36.98	8.85	44.17	10.	100.00

б) Качественный и количественный анализ

Рисунок 35 – ЭДС анализ образца В



а) Микрообласти ЭДС анализа



Mass%	C	O	Si	Total
001	33.05	35.17	31.79	100.00
004	74.97		25.03	100.00

б) Качественный и количественный анализ

Рисунок 36 – ЭДС анализ образца С

Выводы по четвертой главе

Микроструктурные исследования показали, что образцы с соотношением шихты: 70 % кремниевая основа, 30 % углеродистая основа и 60 % кремниевая основа, 40 % углеродистая основа, состоят из трех фаз, а образец с составом шихты 65 % кремниевая основа, 35 % углеродистая основа имеет двухфазную структуру.

Рентгенофазовый анализ показал, что присутствующие фазы являются фазами карбида кремния, диоксида кремния, свободного кремния и свободного углерода. Кристаллические решетки, преобладающие в материале – кубическая и гексагональная. Содержание фазы карбида кремния составляет от 21 % до 34 %.

5 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ ОБРАЗЦОВ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ИСКРОПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Настоящий раздел содержит результаты исследований карбидокремниевых материалов методами оптической, электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, а также результаты изучения физико-механических свойств. Основные результаты, приведенные в данном разделе, были получены при финансовой поддержке Государственного учреждения «Комитет науки Министерства образования и науки Республики Казахстан» в рамках Договора №271 от 12.02.2015 года по теме «Способ получения силицированного графита».

Результаты исследования, приведенные в данном разделе, опубликованы в работах [5-6, 132-141].

5.1 Влияние параметров ИПС на структурно-фазовые характеристики карбидокремниевой керамики

5.1.1 Формирование микроструктуры материалов на основе SiC при проведении ИПС

Полученные образцы карбидокремниевых материалов с использованием в качестве исходных компонентов вторичные продукты промышленности после проведения спекания имеют цельную однородную структуру, без видимых пятен (возможных из-за разных температур плавления графита и кремния) на поверхности. Активация порошков сыграла важную роль в однородности структуры, что мы и наблюдаем на снимках, приведенных на рисунке 37.

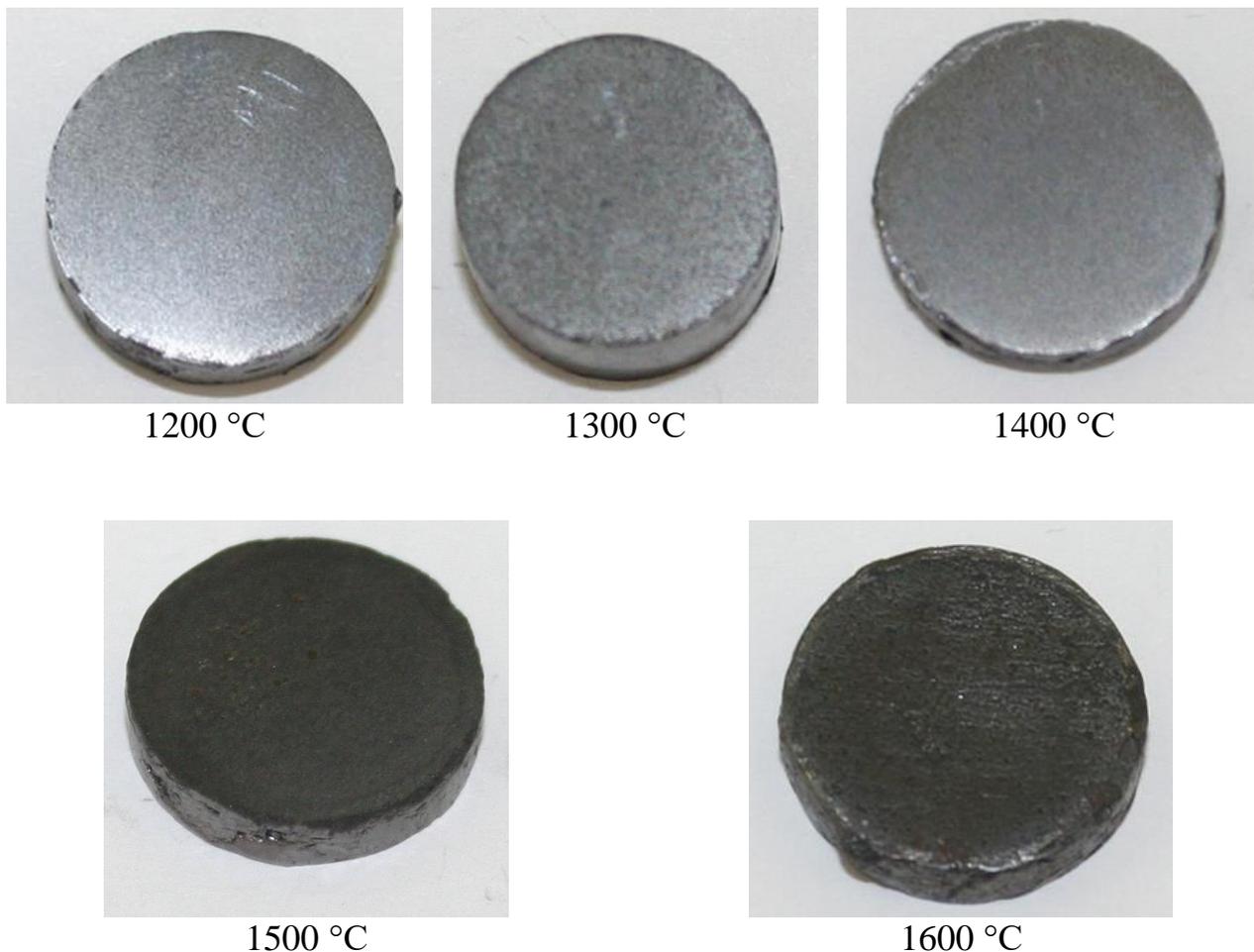


Рисунок 37 – Внешний вид образцов карбидокремниевой керамики, полученной при различных температурах спекания методом ИПС

Микроструктура образца, спеченного при температуре 1200 °С (рисунок 38), представляет собой трехфазную структуру, предположительно состоящую из фазы карбида кремния, свободного углерода и свободного кремния. Темные пятна, больше похожие на поры являются фазой углерода, что подтверждено результатами элементного картирования поверхности образцов. При наложении цветов элементного картирования видны образования фазы карбида кремния, но также стоит отметить, что на поверхности образца заметна фаза карбида, что вероятнее всего связана с температурным режимом спекания, при которой происходит плавление и последующее вытеснение кремния на поверхность.

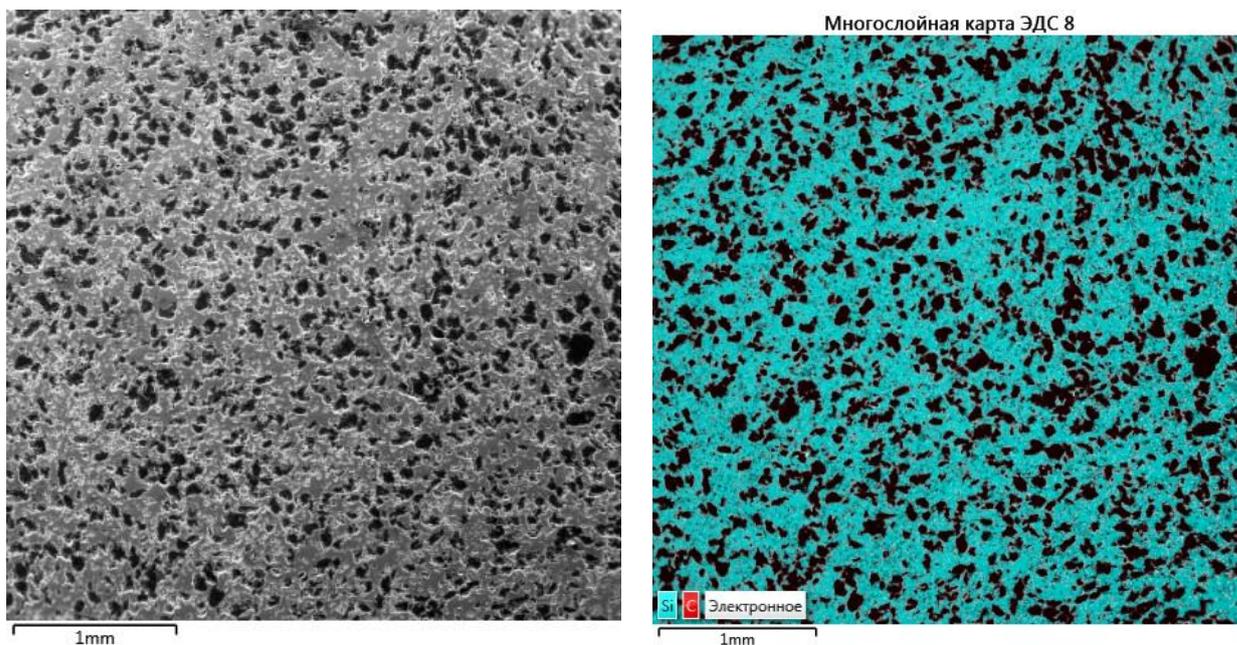


Рисунок 38 – Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1200 °С

Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1300 °С (рисунок 39), представляет собой трехфазную структуру, предположительно представляющую собой фазы карбида кремния, свободного углерода и свободного кремния. Темные пятна, больше похожие на поры являются фазой углерода, что точно показано на картировании поверхности образцов. При наложении цветов мы видим преобладание фаз кремния и углерода, что вероятнее всего связано с температурой спекания, при которой происходит плавление кремния и его вытеснение на поверхность. Однако, содержание углерода так же является довольно высоким. Это можно объяснить тем, что в данном участке скопления углерода, было проведено неравномерное напыление образца для проведения СЭМ-исследований.

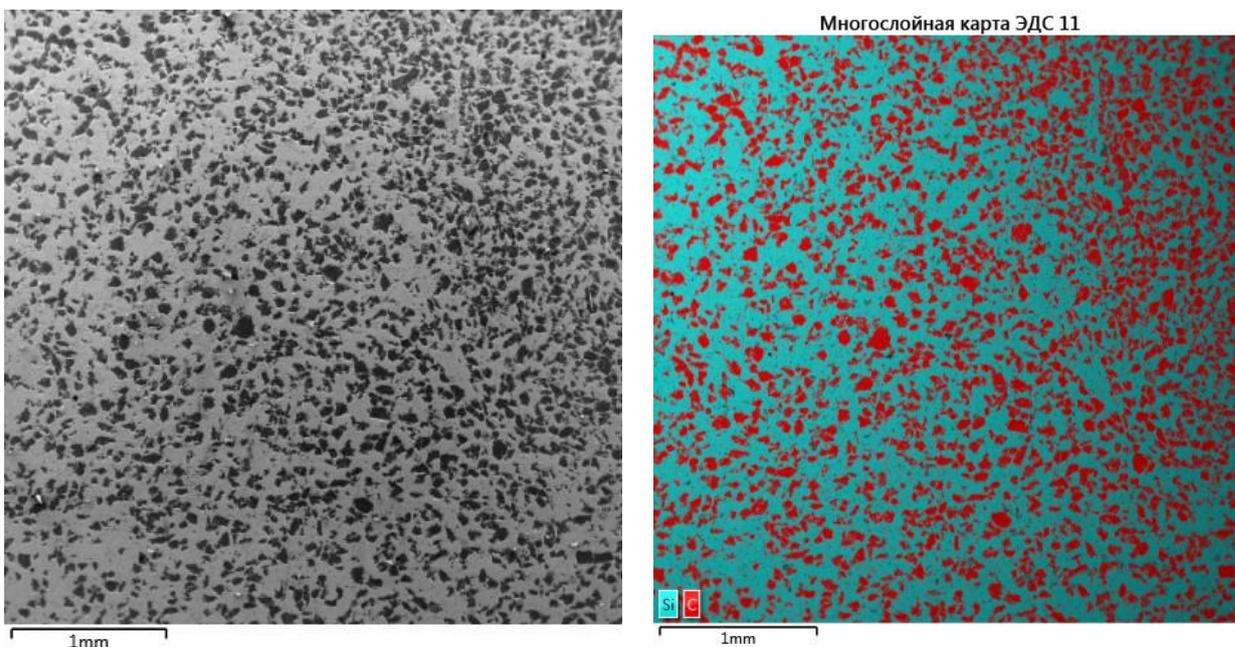


Рисунок 39– Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1300 °С

Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1400 °С (рисунок 40), представляет собой трехфазную структуру, предположительно представляющую собой фазы карбида кремния, свободного углерода и свободного кремния. Темные пятна, больше похожие на поры являются фазой углерода, что точно показано на картировании поверхности образцов. При наложении цветов мы видим образование фазы карбида кремния, но также стоит отметить, что на поверхности преобладает фаза карбида, что вероятнее всего связано с температурой спекания, при которой происходит плавление кремния и его вытеснение на поверхность.

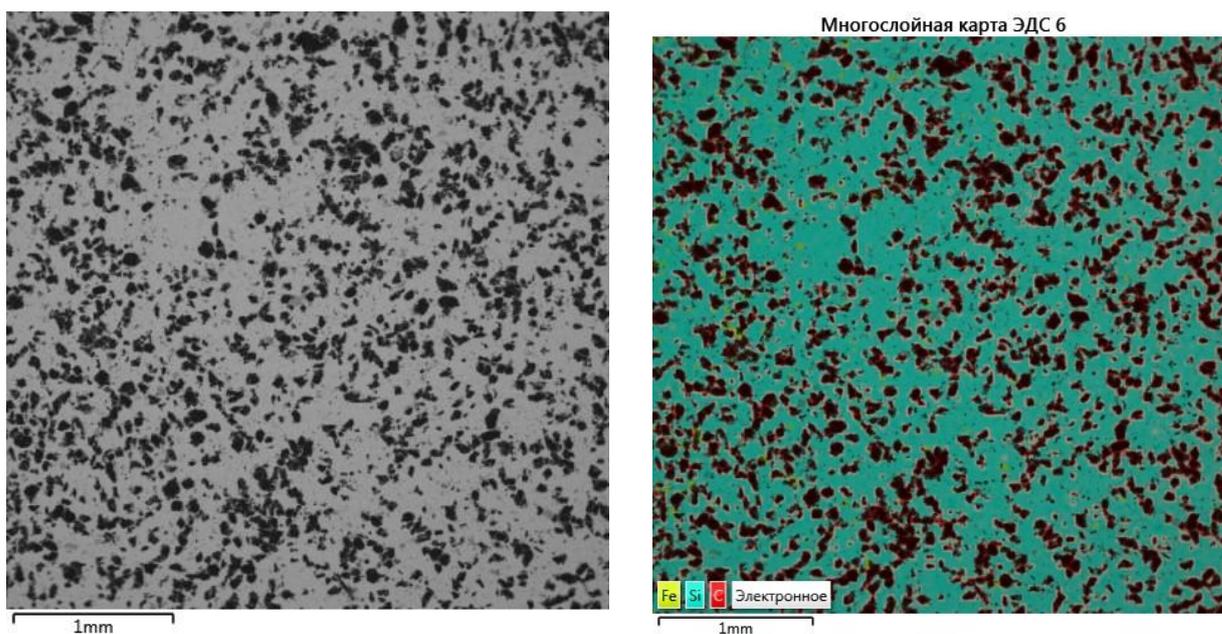


Рисунок 40– Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1400 °С

Микроструктура образца, спеченного при температуре 1500 °С (рисунок 41), представляет собой трехфазную структуру, предположительно представляющую собой фазы карбида кремния, свободного углерода и свободного кремния. Темные пятна, больше похожие на поры являются фазой углерода, что точно показано на картировании поверхности образцов. При наложении цветов мы видим образование фазы карбида кремния и можем визуально определить, что большая часть поверхности состоит из нее. Также стоит отметить, что в данном образце ярко выражена механическая активация образцов, указанная на картировании.

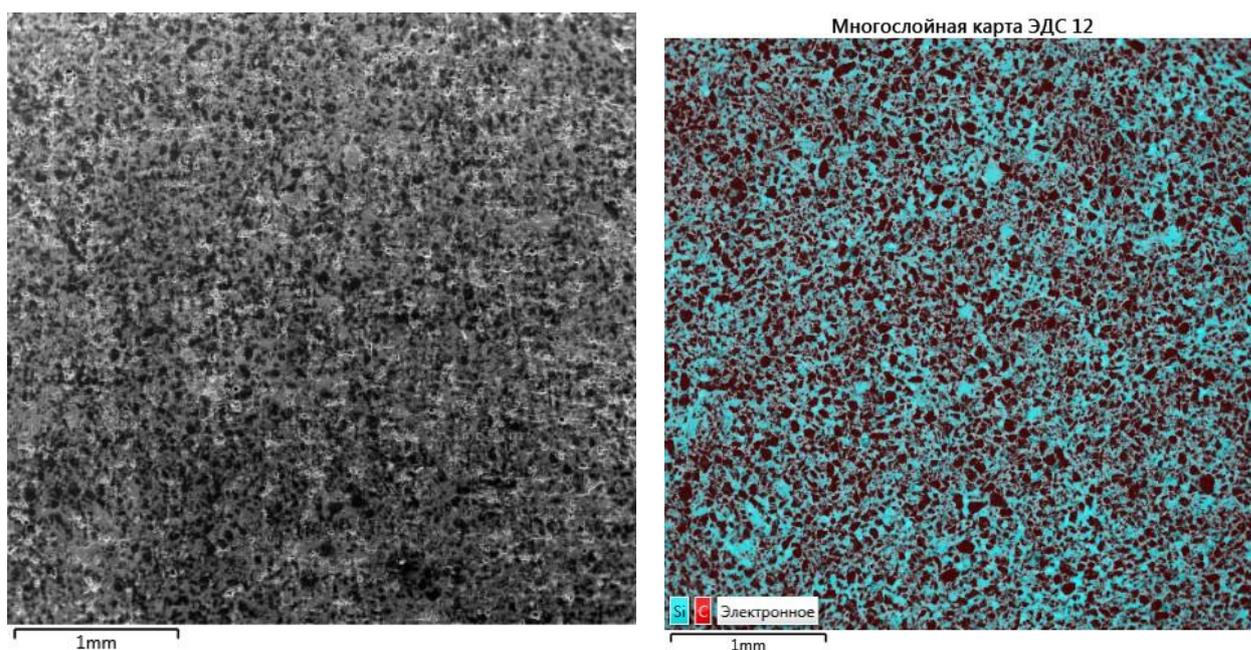


Рисунок 41– Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1500 °С

Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1600 °С (рисунок 42), представляет собой трехфазную структуру, предположительно представляющую собой фазы карбида кремния, свободного углерода и свободного кремния. Темные пятна, больше похожие на поры являются фазой углерода, что точно показано на картировании поверхности образцов. При наложении цветов мы видим образование фазы карбида кремния и можем визуально определить, что большая часть поверхности состоит из нее.

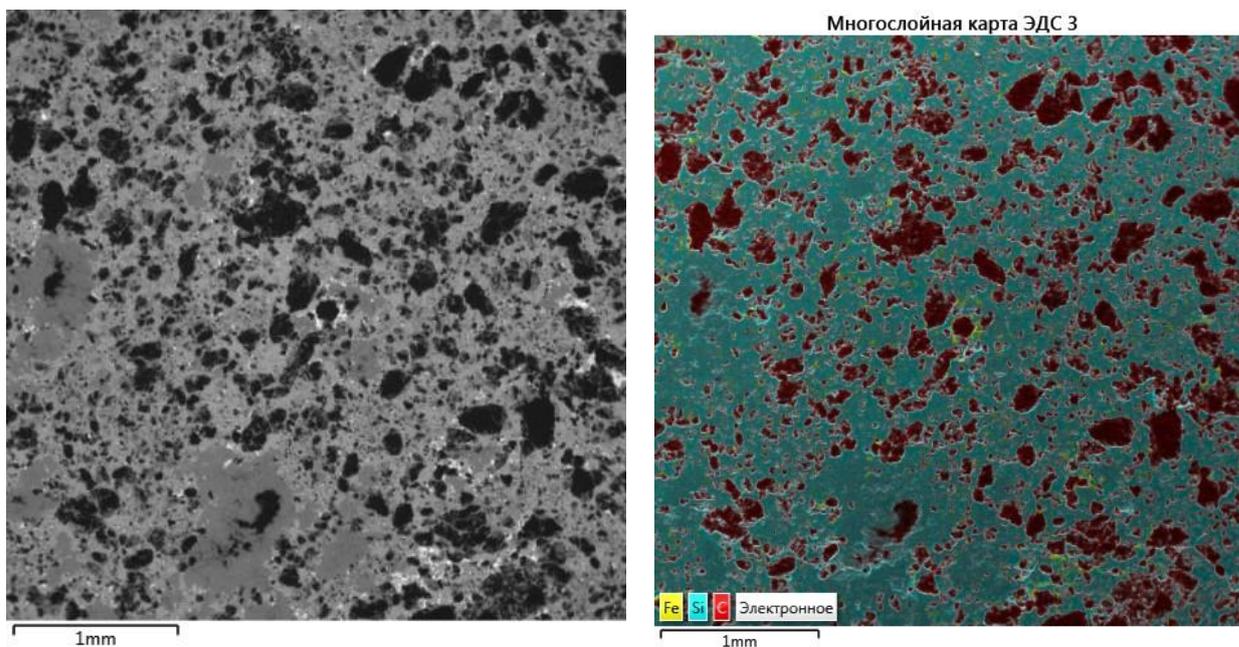


Рисунок 42 – Микроструктура образца, полученного методом ИПС при температуре 1600 °С

Стоит отметить, что микроструктура полученной карбидокремниевой керамики в общем, характеризуется трехфазной структурой, характерной керамическим материалам [42, с.108]. Однако в работах [52, с. 1236, 53, с. 2658] карбидокремниевая керамика имеет двухфазную структуру, что, конечно, не противоречит, свойствам карбидокремниевой керамики, но и не улучшает ее свойства.

В работах [40, с. 285, 41, с. 71, 42, с.107], где карбидокремниевая керамика была получена методом жидкофазного спекания, показано, что микроструктура характеризуется пластинчатыми зернами.

Однако, как было указано в работах [74, с. 1819, 75, с. 23, 76, с. 26], где изучено влияние интенсивности износа на структуру карбидокремниевой керамики, выявлено, что материалы SiC с тонкой глобулярной микроструктурой имели более низкий коэффициент трения и скорость изнашивания, чем материалы SiC с более крупной стержневидной микроструктурой.

Важно отметить, что полученная нами карбидокремниевая керамика, обладает мелкозернистой структурой, что уже повышает ее эксплуатационные характеристики. Средний размер зерен составляет порядка 5-10 мкм. Стоит также отметить, что при получении карбидокремниевых материалов методом ИПС, процесс консолидации порошков проходит значительно интенсивнее, чем при индукционном спекании и позволяет получить беспористую керамику.

Образец карбидокремниевой керамики после проведения специальной пробоподготовки ионным методом был исследован методом ПЭМ

Определение тонкой структуры исследуемого образца показало образование кубической фазы карбида кремния (рисунок 43).

На микроэлектроннограмме присутствуют уширенные по углу дифракции слабые рефлексы, которые свидетельствуют о формировании новой структуры. Данное новое формирование текстуры происходит на гетерогранице зерен и характеризуется аморфной структурой. Это связано с тем, что, первое дифракционное кольцо очень размыто и дифракционные линии слабо заметны. Данная фаза, скорее всего, заполняет свободное пространство между кристаллами, которые хаотично ориентированы по всему объему. Также важно отметить и то, что на границах зерен отсутствует четко выраженный контраст.

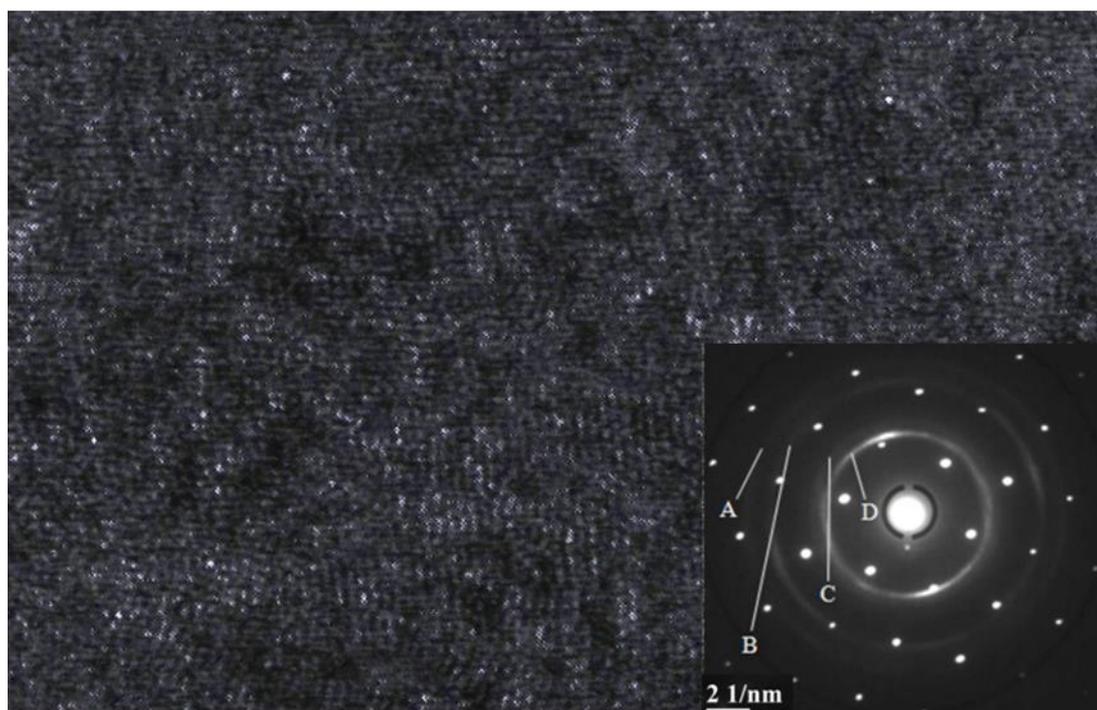


Рисунок 43 – ПЭМ изображение β -SiC

Микродифракционная картина карбидокремниевой керамики, полученной методом ИПС, приведена в таблице 6. Межплоскостное расстояние дает возможность идентифицировать полученную нанокристаллическую фазу как β -SiC. Идентификация данной нанокристаллической фазы стала возможной за счет определения параметров дифракционных колец.

Таблица 6 – Межплоскостные расстояния, полученные при анализе микроэлектроннограммы

Кольцо	Параметр решетки a , нм (SiC)	$d(hkl)$, нм		h	k	L
		Расчет	Эксперимент			
A	0,43590	0,25166	0,26315	1	1	1
B	0,43590	0,30822	0,30752	1	1	0
C	0,43590	0,43590	0,44826	1	0	0
D	0,43590	0,50333	0,50860	1/2	1/2	1/2

Изображение гетерограницы Si/SiC, полученного на ПЭМ в пределах одного зерна отображены на рисунке 44. На данном изображении четко видны точечные рефлексы, которые соответствуют монокристаллическому состоянию участка, где получена микроэлектроннограмма.

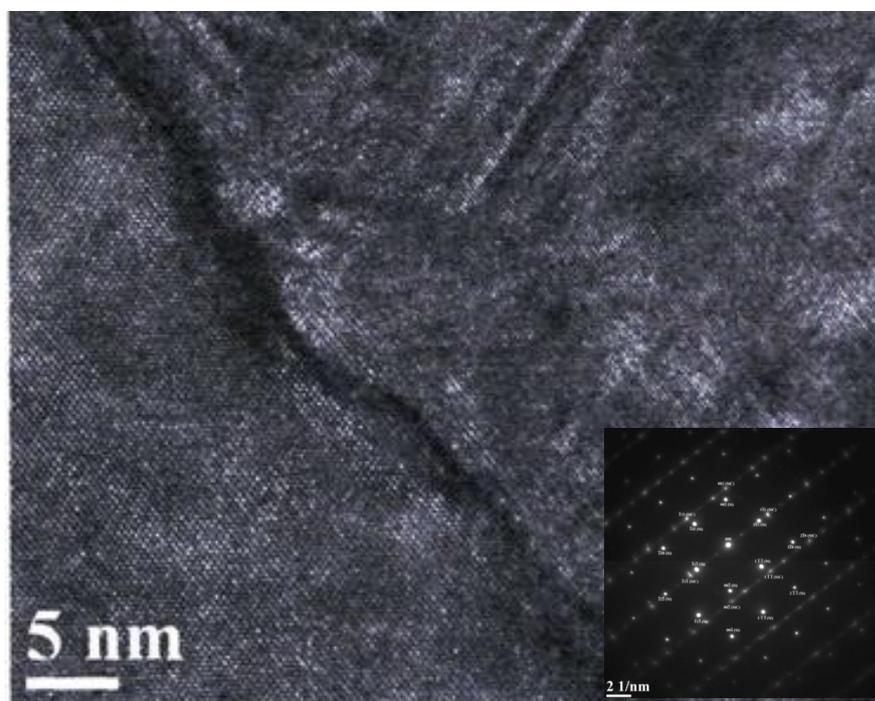


Рисунок 44 – ПЭМ изображение гетерограницы Si/SiC

Результаты расшифровки микроэлектроннограммы представлены в таблице 7. Из этих данных следует, что межплоскостные расстояния, полученные в работе очень близки к расчетным, а именно к кубической модификации кристаллической решетки карбида кремния.

Таблица 7 – Результаты расшифровки электронограммы

Параметр решетки a , нм	$d(hkl)$, нм		H	K	L
	Расчет	Эксперимент			
0,43590	0,21850	0,21702	0	0	2
0,43590	0,25201	0,25001	1	-1	-1
0,43590	0,21803	0,21712	0	0	-2
0,43590	0,25201	0,25100	-1	1	1
0,43590	0,13001	0,13011	1	-1	2
0,43590	0,15254	0,15402	-2	2	0
0,43590	0,13201	0,13475	-1	1	2
0,43590	0,12401	0,11142	-2	1	2

На рисунке 45, помимо основных рефлексов, также приведены и ряд дополнительных дифракционных линий. Проведенный расчет межплоскостных расстояний объясняет их принадлежность к областям двойникования. Также на рисунке 45 приведена модель кристаллической решетки карбида кремния политипа 3С содержащей двойников.

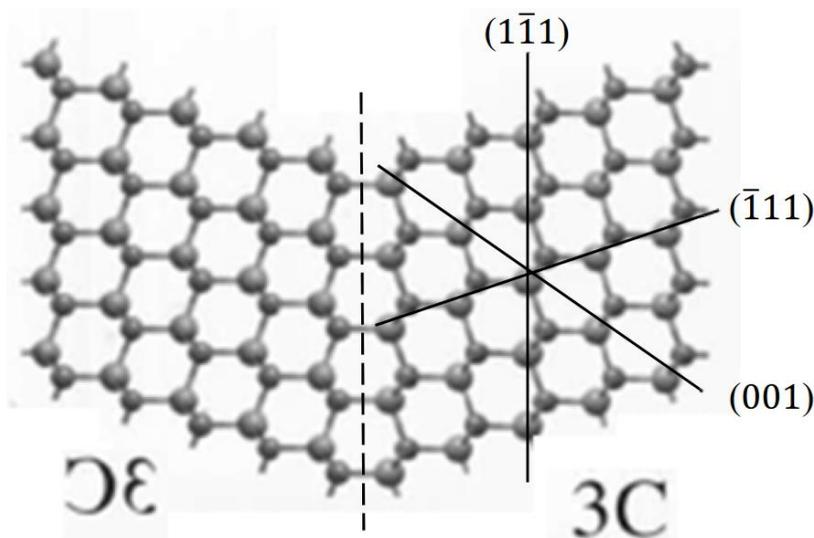


Рисунок 45 – Модель двойникования кристаллической решетки 3C-SiC [18]

На основании рисунка 45 можно удостовериться в том факте, что вращение вокруг осей $\langle 111 \rangle$ на 180° совмещает одну систему рефлексов с другой. Также важно отметить, что такая картина так сказать «традиционна» для областей двойникования по плоскостям, которые имеют низкую поверхностную энергию.

5.1.2 Фазовые образования карбидокремниевой керамики после высокотемпературного воздействия ИПС

На рисунке 46 приведена дифрактограмма образца карбидокремниевой керамики, полученной при температуре 1200°C . По результатам проведения рентгенофазового анализа были выявлены три основные фазы, а именно: пики характеризующиеся с основными линиями карбида кремния с кубической кристаллической решеткой, пространственной группа F-43m и также карбидом кремния, называемым муасаннит политипа 3С, фаза металлического кремния с кубической кристаллической решеткой, фаза углерода с гексагональной кристаллической решеткой.

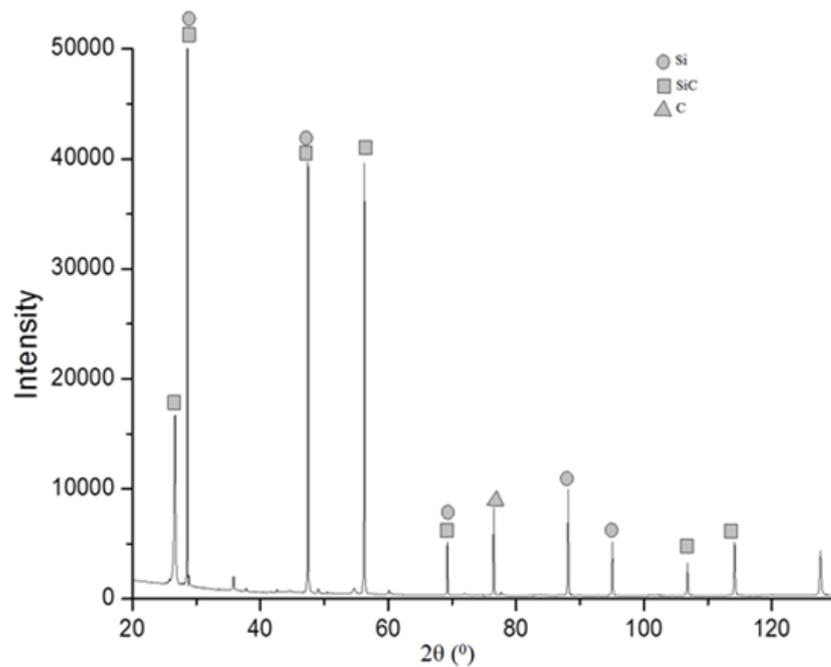


Рисунок 46 – Дифрактограмма образца, спеченного при температуре 1200 °С

На рисунке 47 приведена дифрактограмма образца карбидокремниевой керамики, полученной при температуре 1300 °С. В качестве основных фаз, в фазовом составе образца, идентифицируются такие кристаллические фазы как кристаллическая модификация карбида кремния кубической сингонии, гексагонального графита и металлического кремния. Результаты проведенных работ основаны на полученном опыте проведения фазового состава образца карбидокремниевой керамики, полученной при температуре 1200 °С.

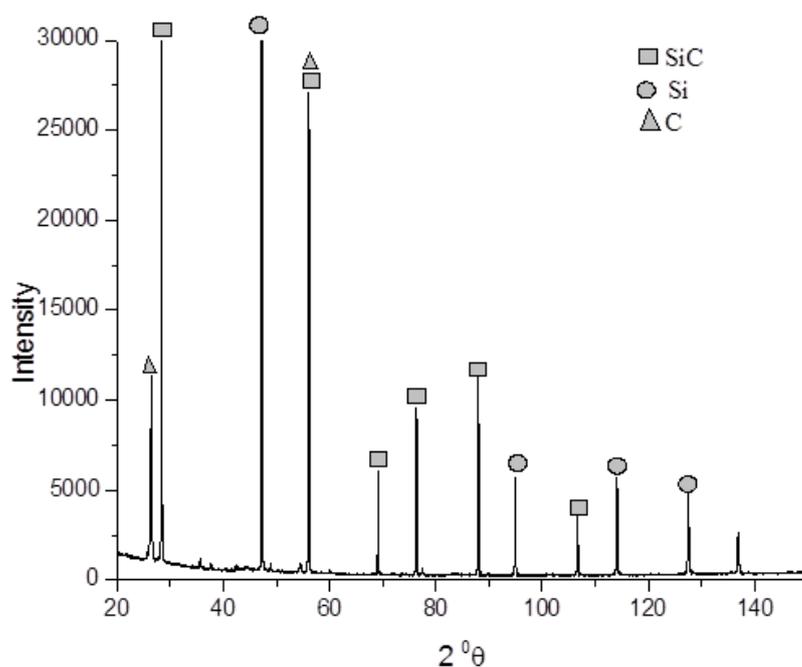


Рисунок 47 – Дифрактограмма образца, спеченного при температуре 1300 °С

На рисунке 48 приведена дифрактограмма образца карбидокремниевой керамики, полученной методом ИПС при температуре 1400 °С. Фазовый состав схож по фазам с образцом, полученным при температуре 1200 °С и определены следующие фазы: пики, которые находят хорошее соответствие с основными линиями карбида кремния с кубической кристаллической решеткой, пространственной группа F-43m и карбидом кремния, называемым муасаннит 3С политипа, фазой углерода с гексагональной кристаллической решеткой, а также фазой металлического кремния с кубической кристаллической решеткой.

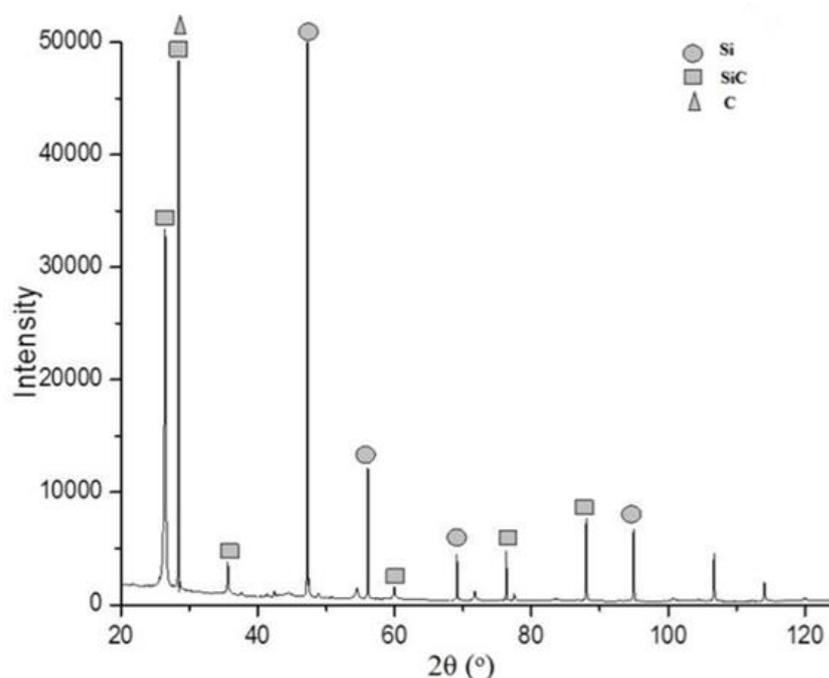


Рисунок 48 – Дифрактограмма образца, спеченного при температуре 1400 °С

На рисунке 49 приведена дифрактограмма образца карбидокремниевой керамики, полученной при температуре 1500 °С. В результате проведенных работ по определению фазового состава можно выделить следующие основные фазы в материале: фаза карбида кремния, по характеристика схожая с политипом 3С, кристаллическая модификация гексагонального графита, а также металлического кремния.

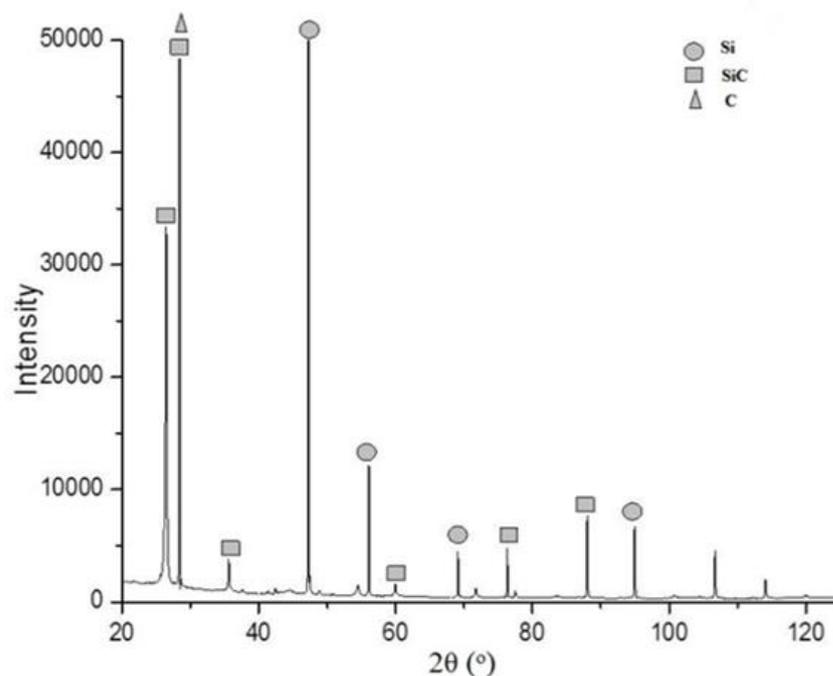


Рисунок 49 – Дифрактограмма образца, спеченного при температуре 1500 °С

На полученных дифрактограммах заметно завышение интенсивности линий углерода, которое выявляет не соответствие интенсивностей пиков экспериментальной дифрактограммы с интенсивностями линий эталонной фазы, что может быть связано с наличием преимущественной ориентации кристаллитов (текстуре) графита в исследуемом образце и других структурных отличий от эталонной фазы.

Фаза карбида кремния характеризуется как кристаллическая модификация карбида кремния кубической сингонии, выбрана из ряда кандидатных эталонных фаз, включающих ромбические и гексагональные модификации. То есть, фаза карбида кремния имеет и кубическую и гексагональную кристаллическую решетку.

Фаза гексагонального графита характеризуется большой полушириной. Это может говорить о малой степени совершенства кристаллической решетки, малом размере кристаллитов, а также иным причинам, которые свидетельствуют о низкой степени графитации графита в исследователем образце.

Фаза металлического кремния характеризуется малой полушириной, то есть, имеют хорошее разрешение по $K\alpha_{1,2}$ дуплету характеристического излучения, а также совпадение интенсивностей пиков экспериментальной дифрактограммы с интенсивностями линий эталонной фазы значительно высоки.

На рисунке 50 приведена дифрактограмма образца, полученного при температуре 1600 °С. При проведении рентгенофазового анализа выявлены следующие фазы: фаза карбида кремния с кубической решеткой пространственной группы $Fm\bar{3}m$ (216), фаза карбида кремния с гексагональной кристаллической решеткой, пространственной группы $R\bar{3}m$,

фаза углерода с гексагональной кристаллической решеткой и фаза металлического кремния с кубической кристаллической решеткой.

Стоит отметить, что фаза карбида кремния с гексагональной кристаллической решеткой имеют пики малой интенсивности, которые находят хорошее соответствие с основными линиями политапа карбида кремния 96R.

В поверхностном слое исследуемого образца фазовый состав представлен теми же тремя основными фазами. Количественная оценка дает их примерно равное весовое содержание.

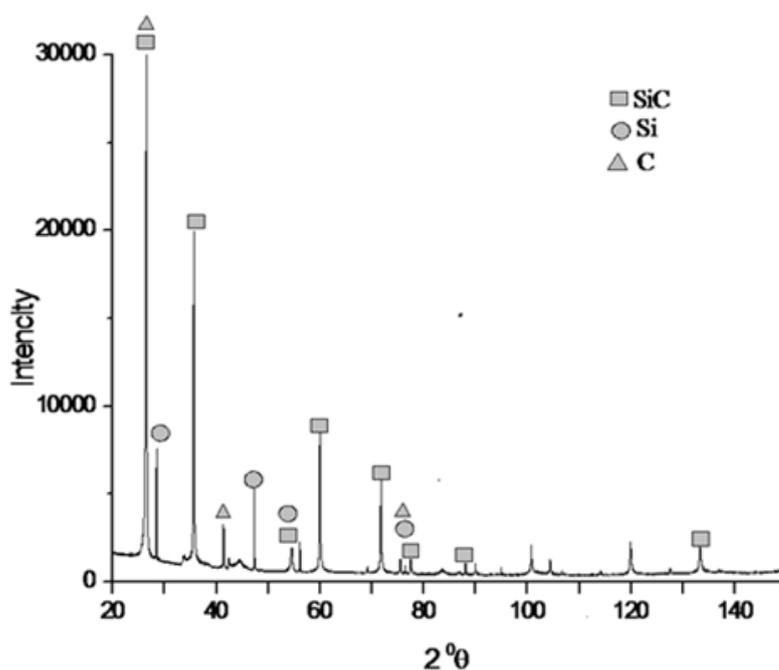


Рисунок 50 – Дифрактограмма образца, спеченного при температуре 1600 °С

В таблице 8 приведены основные и дополнительные фазы, образованные в карбидокремниевой керамике, полученной методом ИПС, а также количественная оценка содержания фазы SiC.

Таблица 8 – Параметры основных и дополнительных фаз карбидокремниевой керамики

Температура спекания, °С	Фазовый состав		Количественная оценка содержания фазы SiC, %
	Основные фазы	Дополнительные фазы	
1200	α -SiC ((0.436 ± 0.002) nm)	SiC (a=0.307 nm. c=1.005 nm), C (a=0.246 nm; c=0.671 nm), Si (0.546 nm)	22
1300	α -SiC ((0.435 ± 0.002) nm)	SiC (a=0.306 nm. c=1.005 nm), C (a=0.245 nm; c=0.672 nm), Si (0.547 nm)	24
1400	SiC ((0.437 ± 0.002) nm)	α -SiC ((0.435 ± 0.002) nm), C (a=0.243 nm; c=0.672 nm), Si (0.542 nm)	27
1500	SiC ((0.435 ± 0.002) nm), SiC (a=0.305 nm. c=1.002 nm).	C (a=0.244 nm; c=0.674 nm), Si (0.543 nm)	37
1600	SiC ((0.434 ± 0.002) nm), SiC (a=0.306 nm. c=1.007 nm).	C (a=0.247 nm; c=0.673 nm), Si (0.545 nm)	46

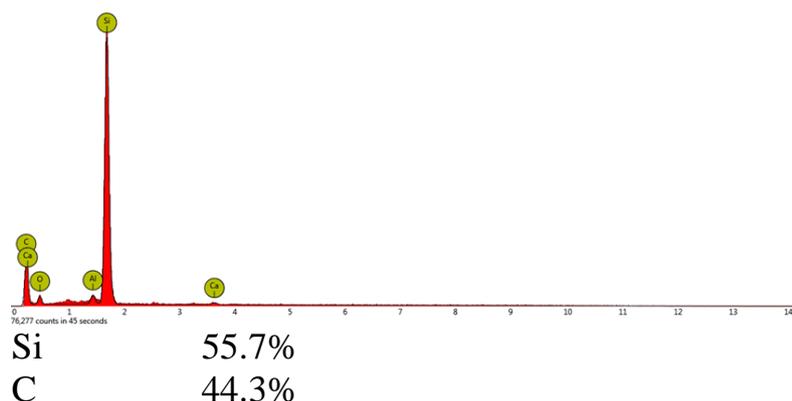
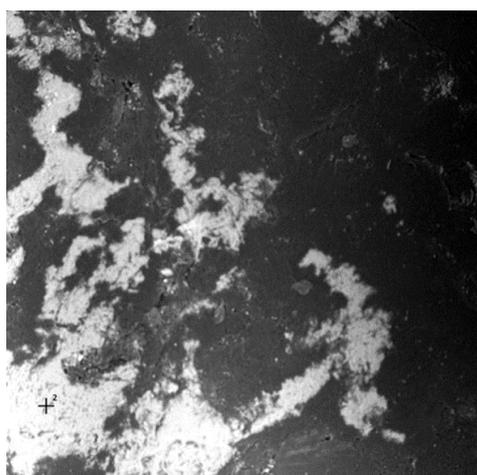
Рентгенофазовый анализ показал, что при спекании методом ИПС во всех случаях образуется фаза карбида кремния, также можно отметить что в образцах, спеченных при температурах 1200 -1300 °С, обнаружены незначительные следы диоксида кремния.

Результаты полуколичественной оценки и качественного анализа содержания фаз по дифрактограммам показывают, что массовая доля содержания фазы карбида кремния составляет до 50% в зависимости от температуры спекания. Это говорит о том, что взаимодействие кремния и углерода методом ИПС в диапазоне температур от 1200 °С до 1600 °С произошло должным образом.

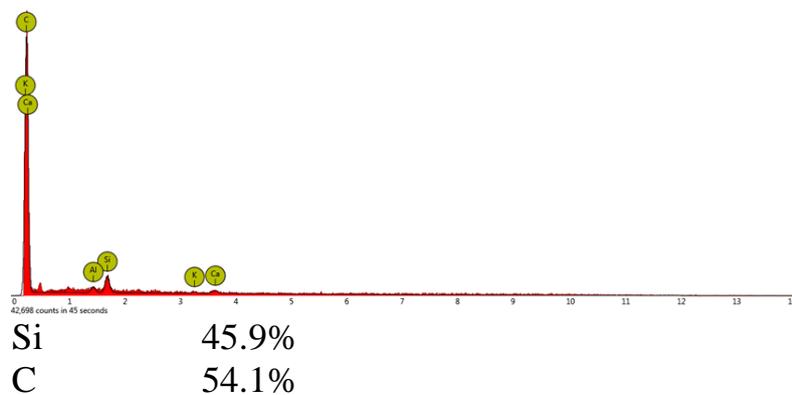
Стоит отметить, что в работах [54-59] материалы карбидокремниевой керамики имеют двухфазную структуру. Однако, важно знать, что трехфазный материал, полученный в данной работе, имеет более характерную карбидокремниевой керамики структуру.

Также, как и при получении карбидокремниевой керамики методом индукционного нагрева, полученная методом ИПС керамика показывает существование 3С–SiC политипа, и также нет указаний на другой политип SiC. Данный кубический политип, как описано ранее, имеет наибольшую симметрию и, следовательно, показывает наименьшее число дифракционных линий.

С целью идентификации фаз, путем качественного и количественного анализа, был проведен рентгеноспектральный микроанализ. Анализ материала показал следующие результаты, представленные на рисунке 51.



а) светлая область



б) темная область

Рисунок 51 – Элементный анализ образцов спеченных методом ИПС

На рисунке 52 показана характерная для всех образцов 3D поверхность, характеризующая шероховатость спеченных образцов.

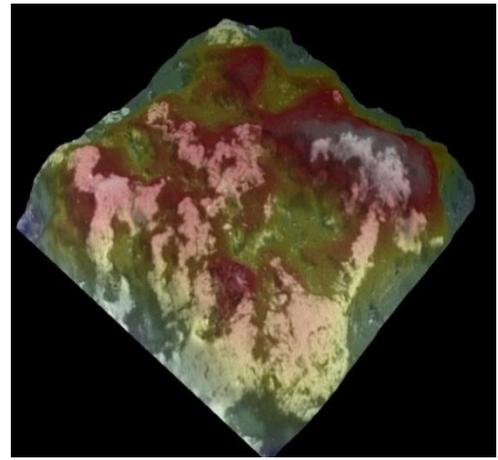
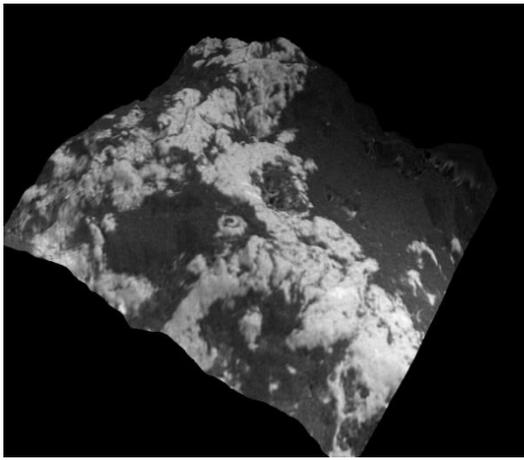


Рисунок 52 – 3D поверхность образцов

Стоит отметить, что поверхность образцов, полученной карбидокремниевой керамики, имеет не шероховатую структуру, с примерно равным содержанием углерода и кремния по процентам. Это говорит о том, что графитовый тигель, в котором осуществлялся нагрев, не повлиял на элементный состав шихты, и последующую карбидокремниевую керамику. Также важно отметить, что наличие графитовой бумаги не повлияло на поверхностную структуру и элементный состав образцов.

5.2 Зависимость свойств керамического материала от параметров ИПС

Полученные образцы карбидокремниевой керамики обладают улучшенными характеристиками, а именно, интенсивности износа, уменьшение коэффициента трения карбидокремниевой керамики с ростом температуры спекания, а также изучены физико-механические характеристики, полученной методом ИПС карбидокремниевой керамики.

5.2.1 Влияние температуры спекания на коэффициент трения

При работе деталей в узлах трения областями начального контакта поверхностей являются присутствующие на поверхности детали микровыступы и микронеровности. Характер данного взаимодействия определяет интенсивность износа. В случае явления схватывания между микровыступами при мгновенном контакте износ характеризуется высокими скоростью и износом. При возникновении адгезионной связи между контактирующими микровыступами износ в течение длительного времени отсутствует. После некоторого времени наблюдается отделение с поверхности мелких частиц оксидной пленки, присутствующей на трущихся поверхностях [68, с. 14, 69, с. 586].

Количественными характеристиками изнашивания являются скорость и объем износа, которые зависят от свойств контактирующих поверхностей, нагрузки и свойств смазочного материала. Соответственно, наблюдается

многофакторное воздействие, в котором влияние каждого фактора оценивают при постоянных значениях других факторов. В наших экспериментах оценивали влияние свойств поверхности на износ, постоянными факторами оставались прилагаемая нагрузка, время и скорость взаимодействия, а также отсутствие смазочного материала.

3D модель поверхности износа образцов, коэффициенты трения образцов, а также профили дорожек трения образцов полученных при температурах от 1200 °С до 1600 °С приведены на рисунках 53-67.

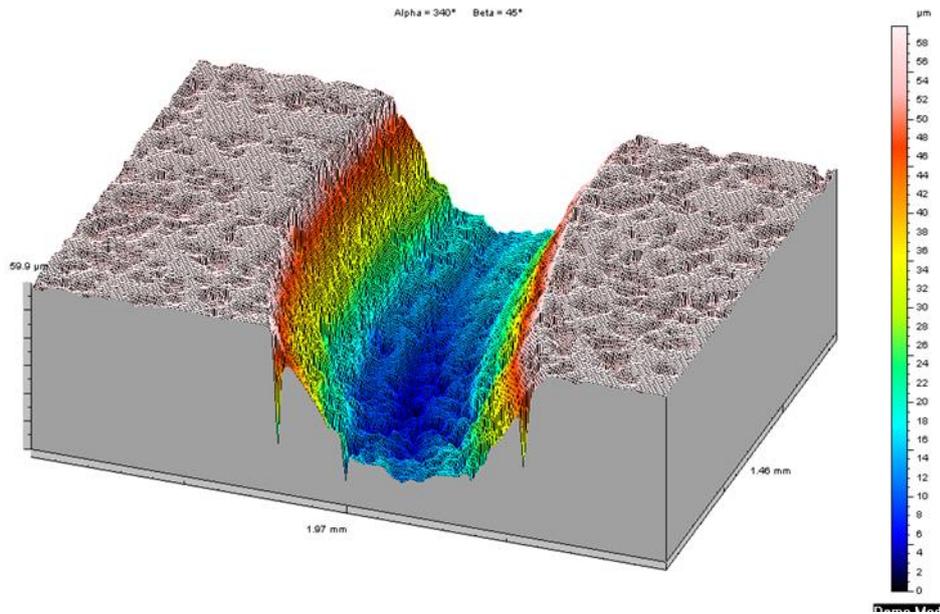


Рисунок 53 – 3D модель поверхности износа образца, спеченного при температуре 1200 °С



Рисунок 54 – Определение коэффициента трения образца, спеченного при температуре 1200 °С

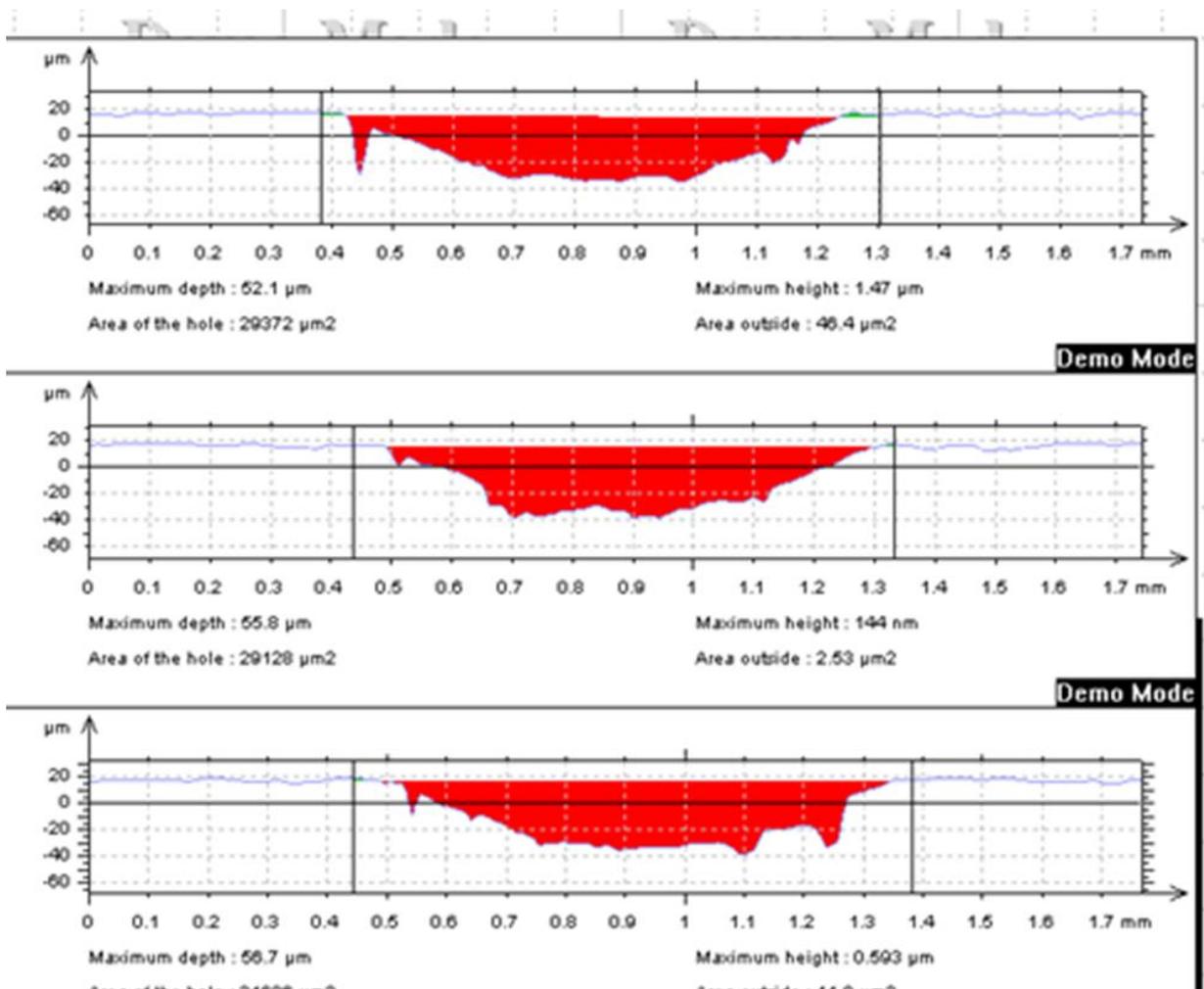


Рисунок 55 – Профили дорожек трения образца, спеченного при температуре 1200 °С

На начальной стадии испытаний по определению коэффициента трения для образца, полученного при температуре 1200 °С, видны четкие колебания. Это связано с тем, что идет притирание шара к поверхности исследуемого материала. Однако на 3D модели видно, что поверхность образца ровная, без заметных выступов и неровностей, поэтому коэффициент трения довольно быстро достиг постоянного значения.

Профили дорожек трения имеют схожую форму, что говорит о довольно однородной поверхности образцов.

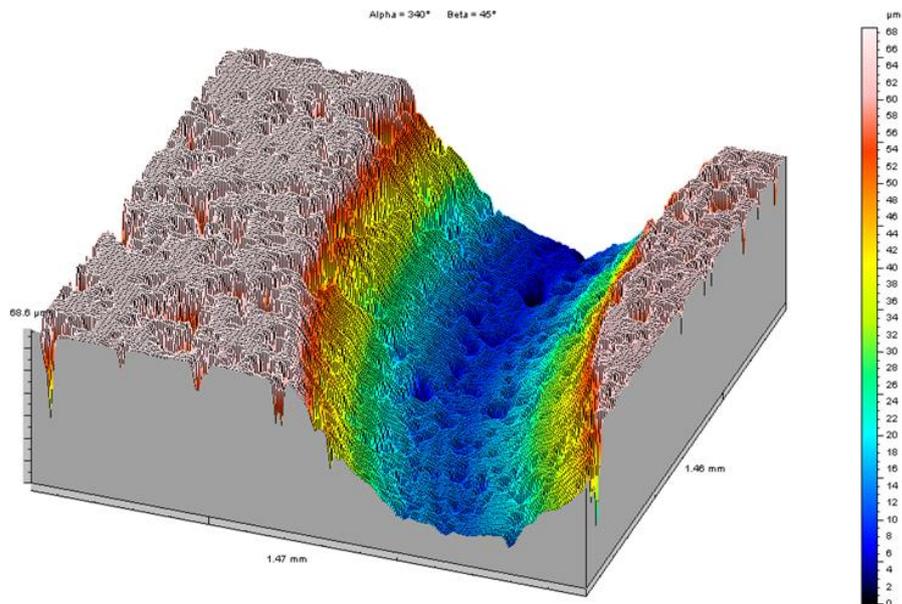
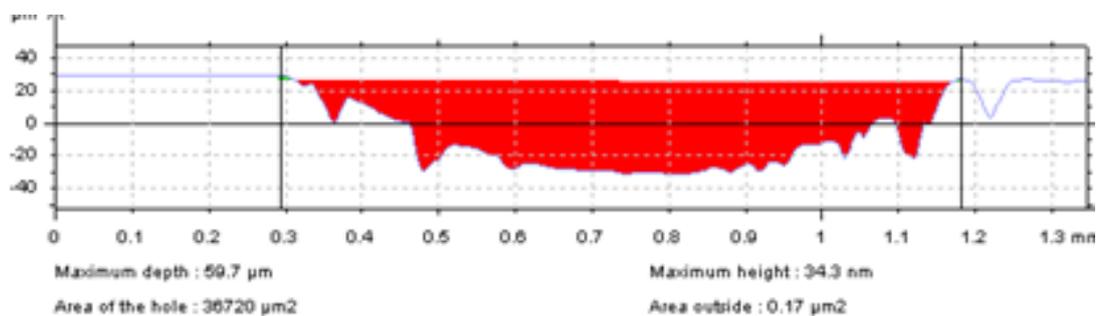


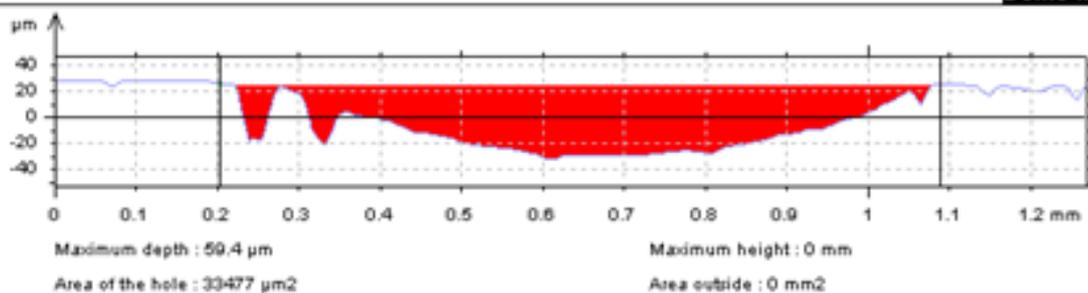
Рисунок 56 – 3D модель поверхности износа образца, спеченного при температуре 1300 °С



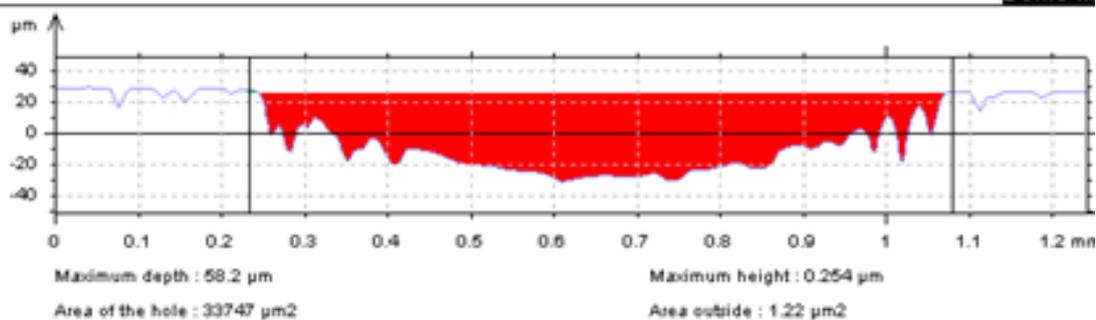
Рисунок 57 – Определение коэффициента трения образца спеченного при температуре 1300 °С



Demo M



Demo M



Demo M

Рисунок 58 – Профили дорожек трения образца, спеченного при температуре 1300 °С

Коэффициент трения образца, полученного при температуре 1300 °С, так же, как и в образце, полученном при 1200 °С довольно быстро достиг постоянного значения.

Профили дорожек трения имеют схожую форму, что говорит о довольно однородной поверхности образцов.

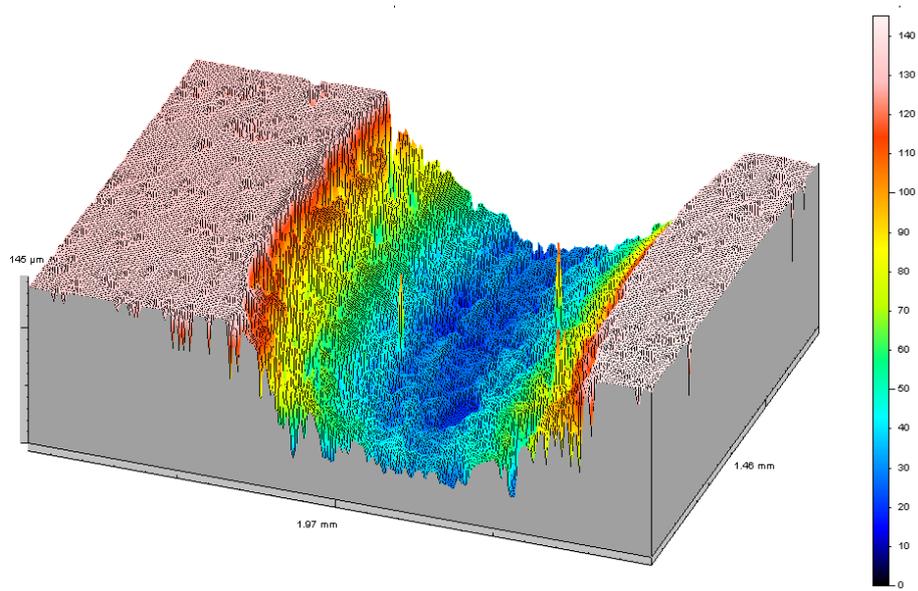


Рисунок 59 – 3D модель поверхности износа образца, спеченного при температуре 1400 °С

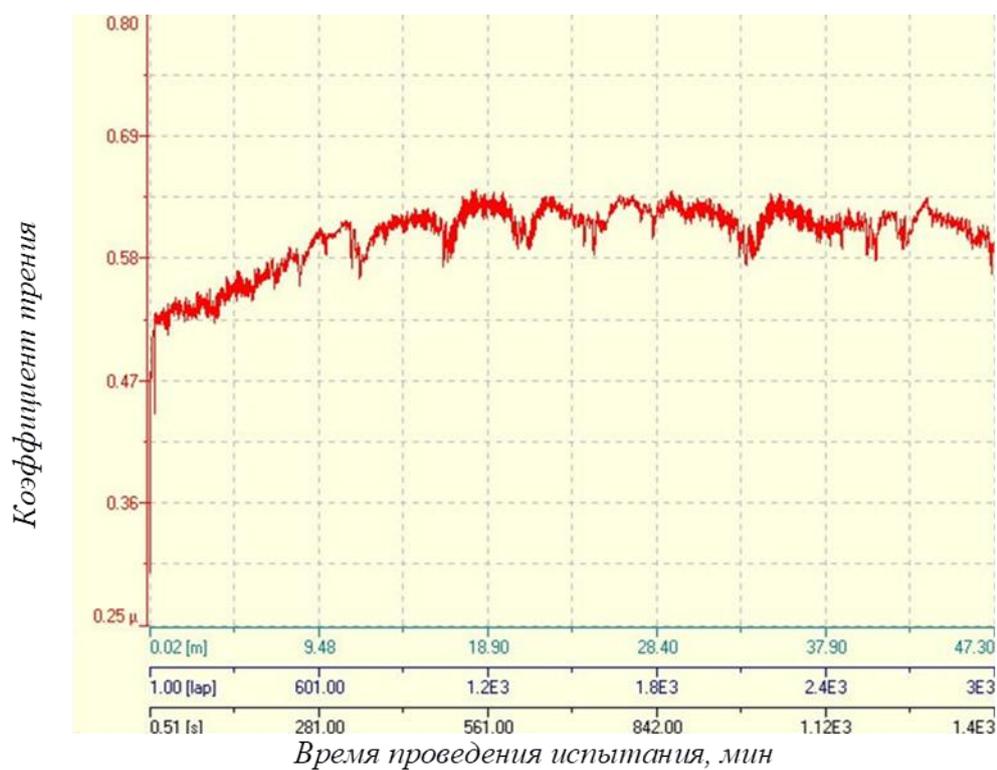


Рисунок 60 – Определение коэффициента трения образца спеченного при температуре 1400 °С

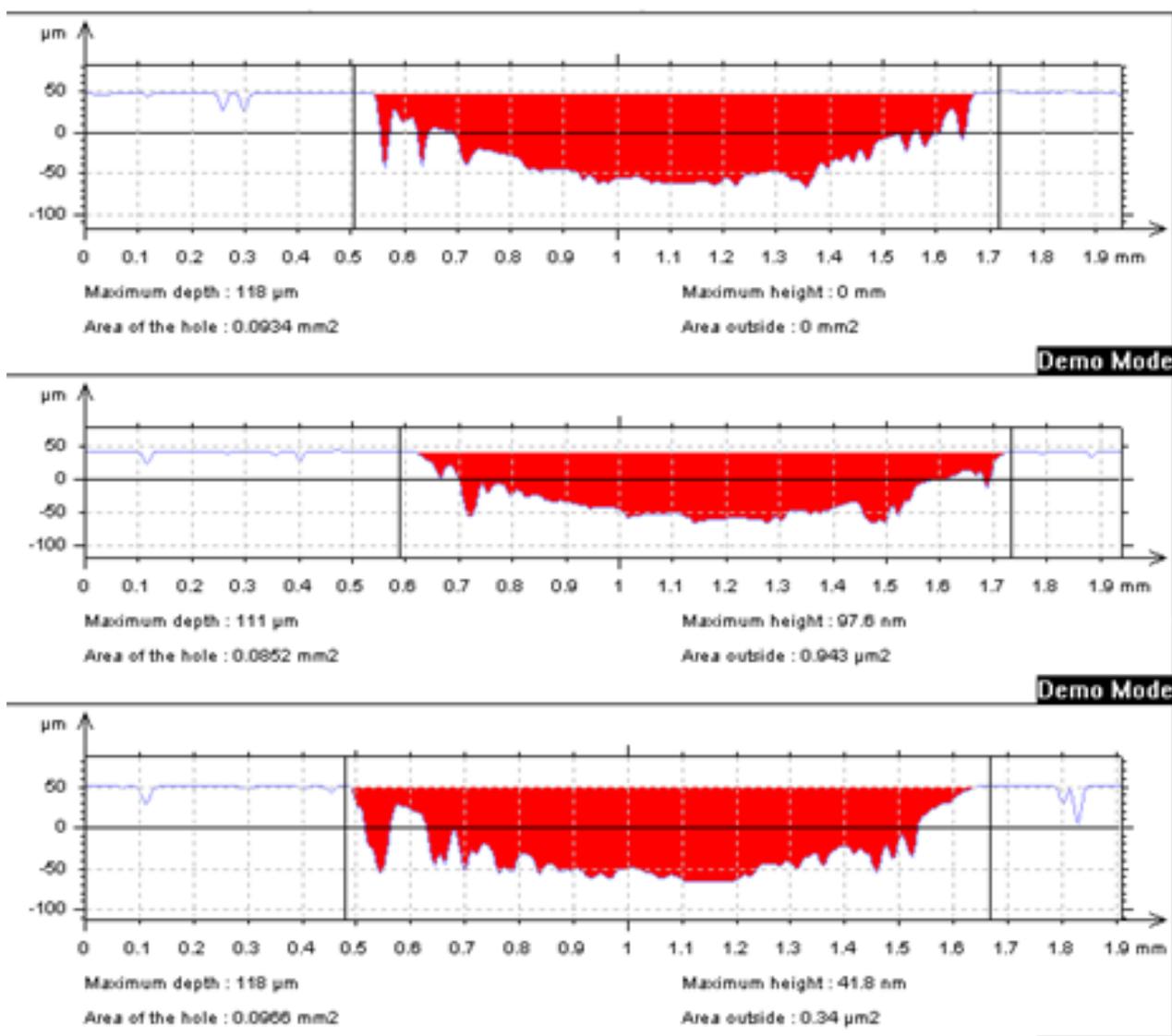


Рисунок 61 – Профили дорожек трения образца, спеченного при температуре 1400 °С

Коэффициент трения образца, полученного при температуре 1400 °С, так и не достиг постоянного значения. Это связано с тем, что образец по структуре хрупкий и имеет довольно шероховатую поверхность.

Профили дорожек трения имеют отличительную форму, что говорит о неоднородности поверхности образцов.

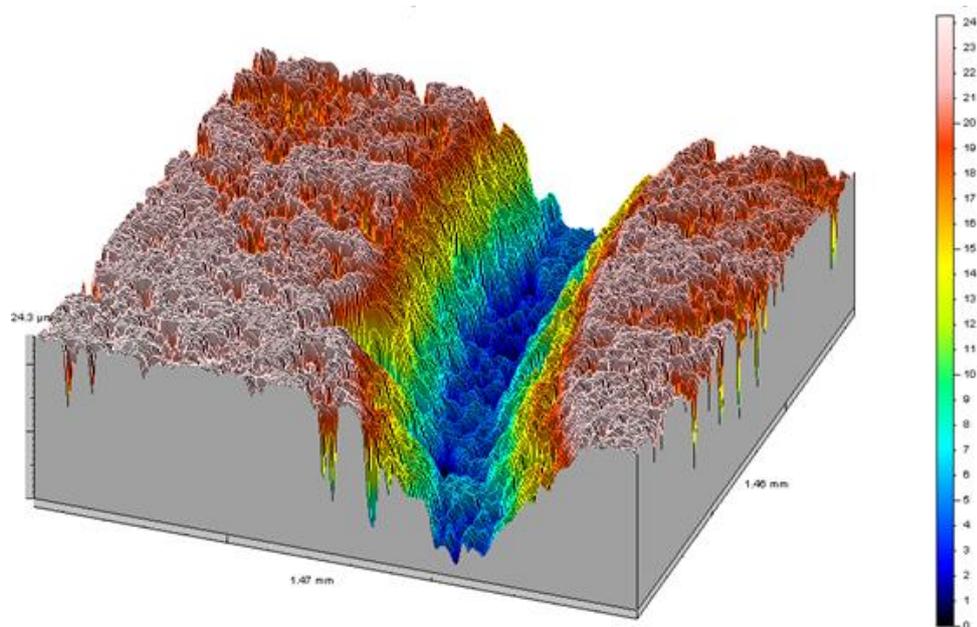


Рисунок 62 – 3D модель поверхности износа образца, спеченного при температуре 1500 °С



Рисунок 63 – Определение коэффициента трения образца спеченного при температуре 1500 °С

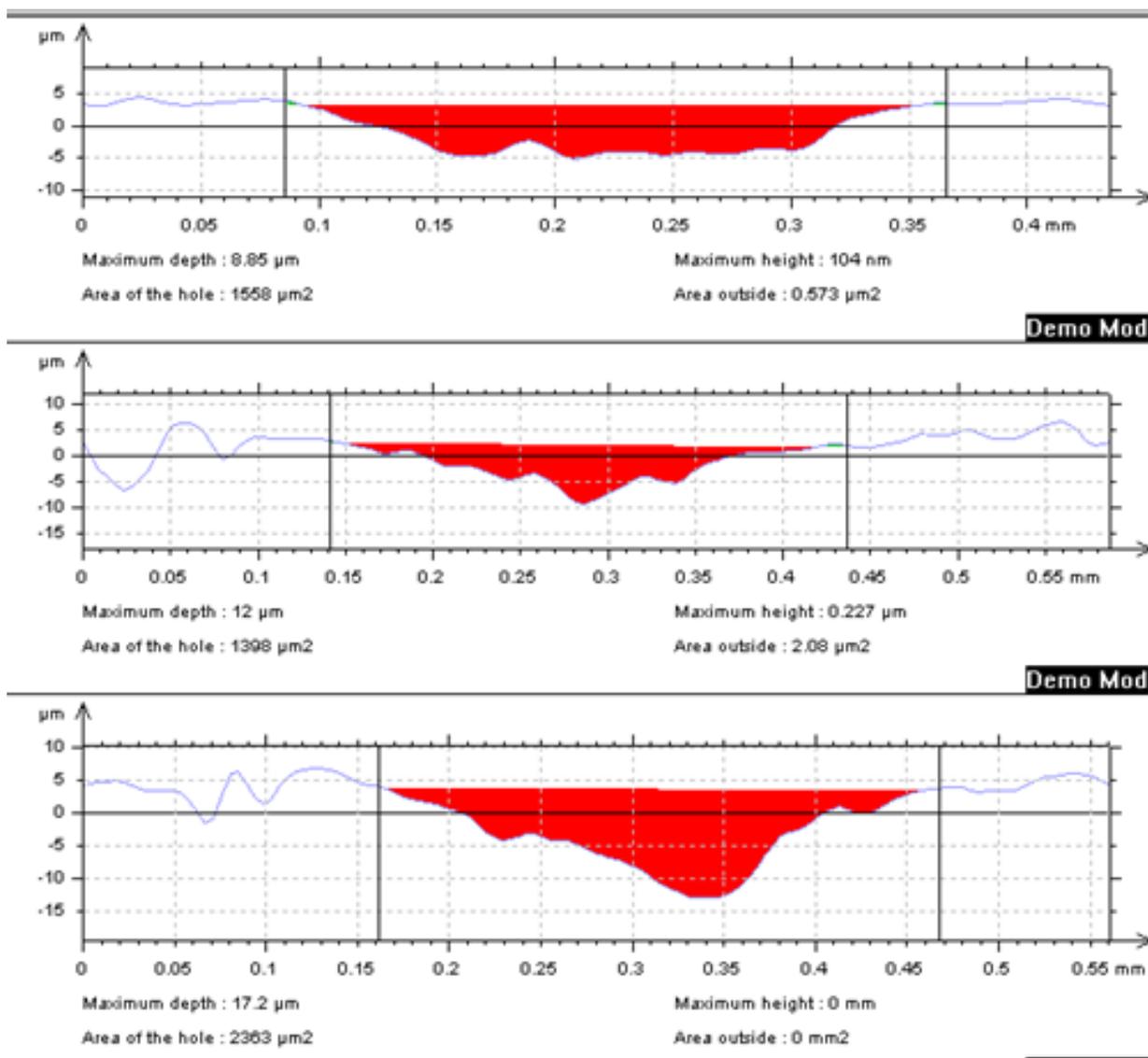


Рисунок 64 – Профили дорожек трения образца, спеченного при температуре 1500 °С

Коэффициент трения образца, полученного при температуре 1500 °С, имеет неоднозначное значение. Образец только по окончании испытаний по определению коэффициента трения достиг стабильного значения. Профили дорожек трения имеют отличительную форму, что говорит о неоднородности поверхности образцов.

Однако, стоит отметить, что глубина проникновения шара совсем незначительна, в особенности при сравнении с предыдущими случаями.

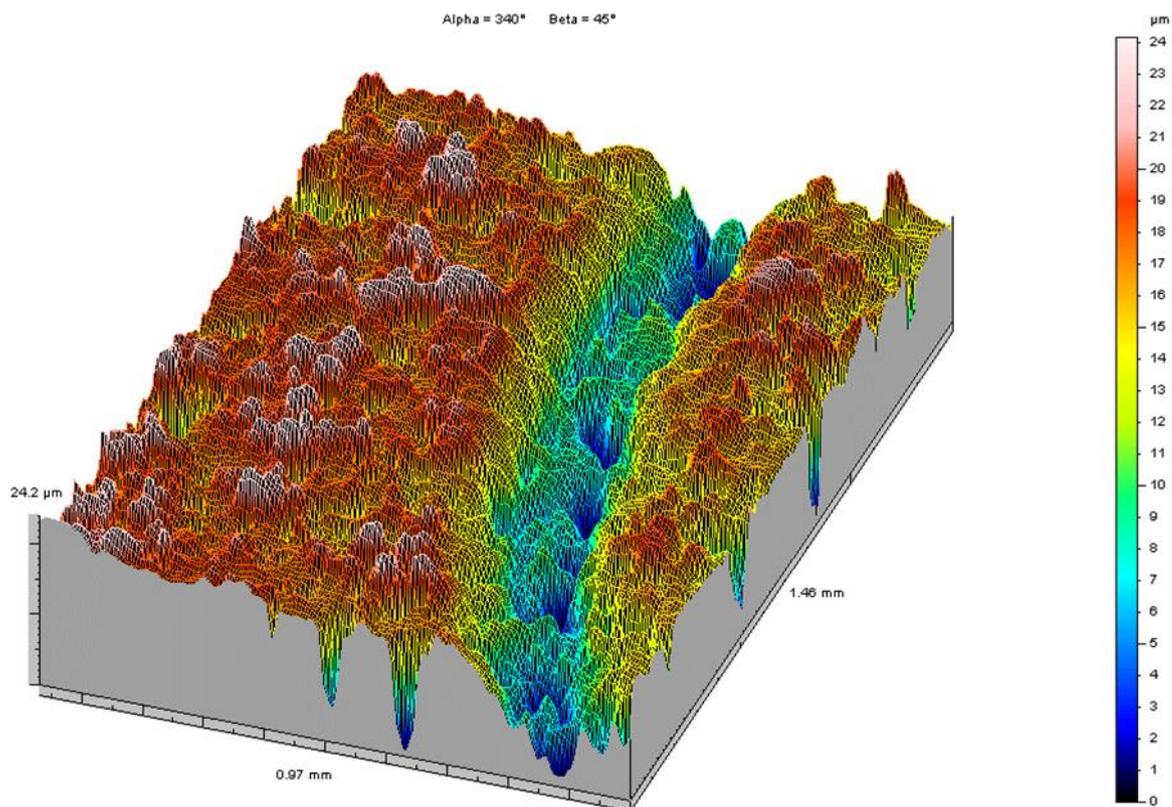


Рисунок 65 – 3D модель поверхности износа образца, спеченного при температуре 1600 °С

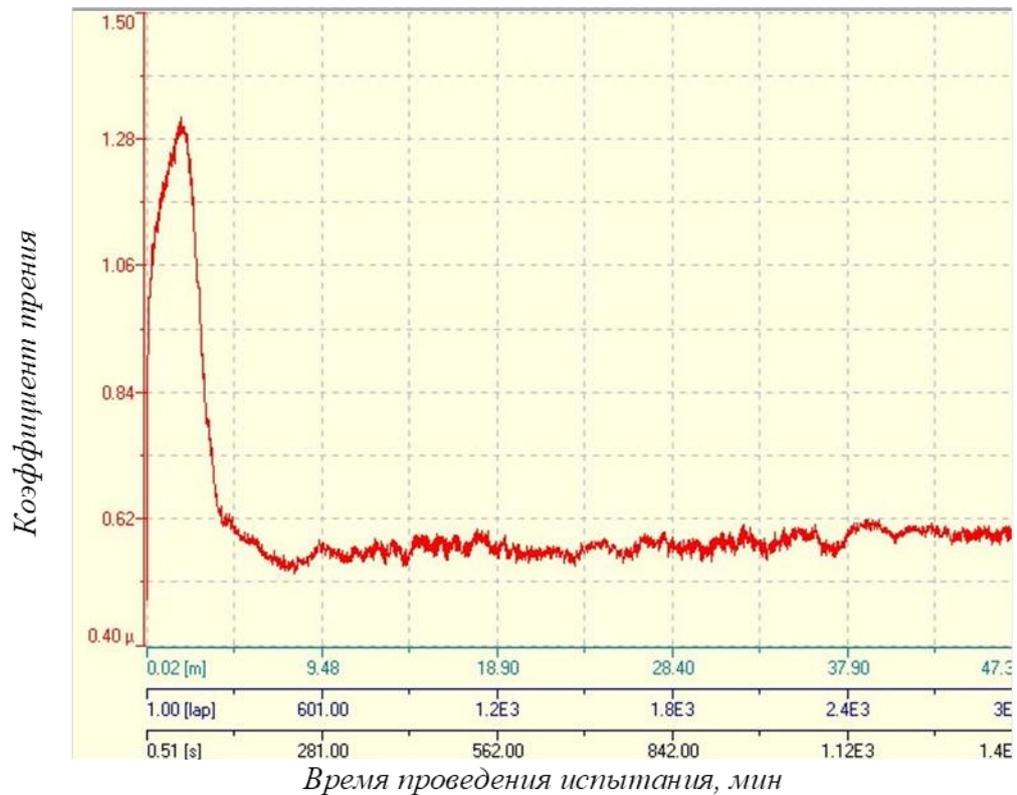


Рисунок 66 – Определение коэффициента трения образца спеченного при температуре 1600 °С

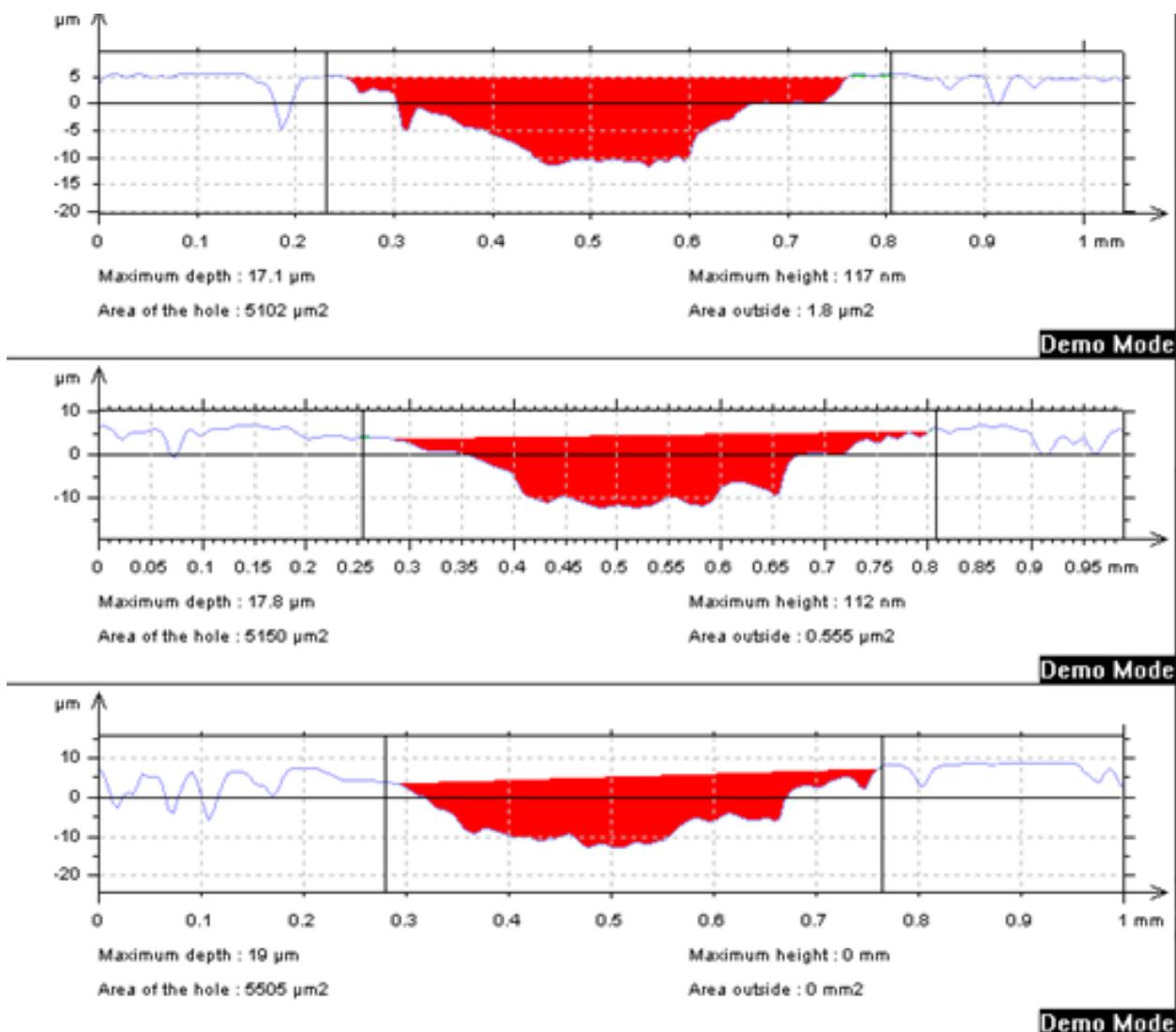


Рисунок 67 – Профили дорожек трения образца, спеченного при температуре 1600 °С

Коэффициент трения образца, полученного при температуре 1600 °С, имеет неоднозначное значение. Образец довольно быстро достиг стабильного значения. Профили дорожек трения имеют отличительную форму, что говорит о неоднородности поверхности образцов.

Однако, стоит отметить, что глубина проникновения шара совсем незначительна, в особенности при сравнении с предыдущими случаями.

На начальной стадии испытаний по определению коэффициента трения видны четкие колебания. Это связано с тем, что идет притирание шара к поверхности исследуемого материала. Время притирания зависит от шероховатости поверхности, в нашей работе шероховатость образцов была низка, с чем и связан быстрый выход на стабильное значение.

Стоит отметить, что в настоящей работе, коэффициент трения значительно улучшился с возрастанием температуры спекания образцов.

Учеными в работе [74] приведены результаты сравнения коэффициента трения графита и силицированного графита, относящегося к материалам

карбидокремниевой керамики. Ими отмечено, что силицирование понижает коэффициент трения, что говорит о долговечности данного материала. Значения коэффициента трения в данной работе не уступают, а в некоторых образцах и превосходят имеющиеся литературные данные.

5.2.2 Воздействие параметров ИПС на интенсивность износа карбидокремниевой керамики

Результаты по определению интенсивности износа основаны на профилях дорожек трения. Профили дорожек трения имеют схожую форму. Глубина проникновения шара по всем образцам примерно одинакова.

Результаты по определению интенсивности износа представлены в таблице 9.

Таблица 9 – Интенсивность износа

№ п/п	Наименование образца	Температура спекания, °С	Кэфф. трения	Износ, 10^{-15} , м ³ /с
1	SiC-1	1400	0,618	1,56
2	SiC-2	1500	0,601	34,6
3	SiC-3	1200	0,680	11,3
4	SiC-4	1600	0,256	0,92
5	SiC-5	1300	0,651	13,7

Проведенные вычисления (таблица 9) показывают, что при возрастании температуры ИПС, интенсивность износа образца уменьшается и увеличивается износостойкость. График зависимости износа материала и коэффициента трения от температуры спекания образцов приведен на рисунке 68.

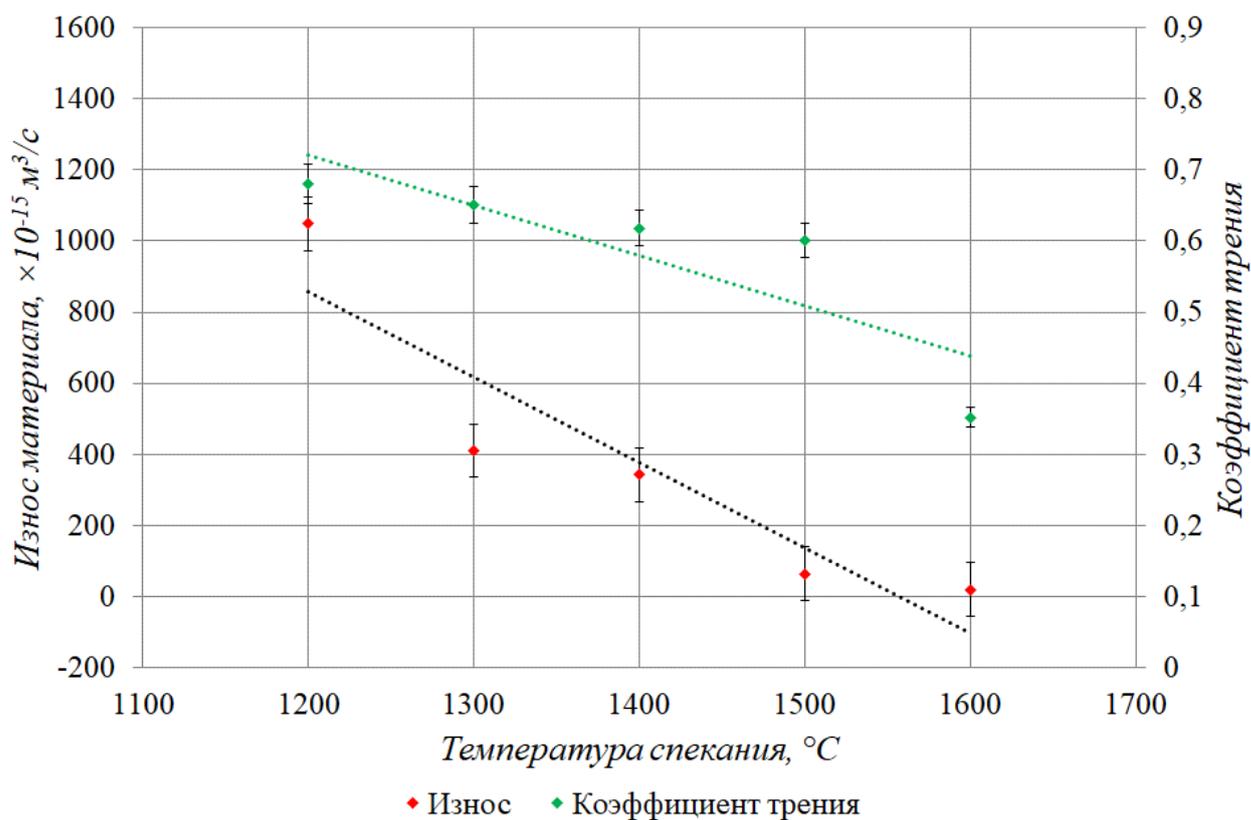


Рисунок 68 – График зависимости износа материала и коэффициента трения от температуры спекания образцов

Стоит отметить, что с ростом температуры спекания происходит уменьшение износа материала, так же, как и в работе [71, с. 854, 75, с. 23], то есть уменьшается интенсивность износа.

Установлено, что при скольжении характеристики износа и трения SiC-керамики меняются в зависимости от изменения микроструктуры. Жесткая взаимосвязь удлиненных зерен или зерен с высоким соотношением сторон привела к повышенной износостойкости. Кроме того, керамика SiC с четкими границами зерен показала улучшенную износостойкость [76, с. 25, 77, с. 1241]. Переход от слабого к сильному износу происходит для керамики SiC с крупнозернистой структурой, чем с мелкозернистой. Измельчение зерна и уменьшенное количества и размеров пор приводят к превосходной устойчивости к эрозии.

5.2.3 Влияние параметров ИПС на плотность и пористость материала на основе SiC

В таблице 10 приведены физико-механические свойства образцов, полученных методом ИПС. Исходя из данных приведенных в таблице 10 можно утверждать, что с ростом температуры спекания образцов, улучшаются эксплуатационные характеристики.

Таблица 10. Параметры плотности, твердости и пористости в зависимости от температуры спекания

№	Температура спекания, °С	Соотношение %масс		Время выдержки, мин	П, [%]	$\rho, \text{г/см}^3$	Микротвердость, МПа
		Si	C				
SiC-1	1600	70	30	5	3	2,805	24513
SiC-2	1400	70	30	5	9	2,534	23214
SiC-3	1200	70	30	5	6	2,651	22567
SiC-4	1500	70	30	5	4	2.727	22412
SiC-5	1300	70	30	5	12	2,475	21018

Твердость образцов в зависимости от температуры спекания увеличивается, так же, как и плотность образцов, а пористость уменьшается. Данные зависимости указаны на рисунках 69 и 70 соответственно.

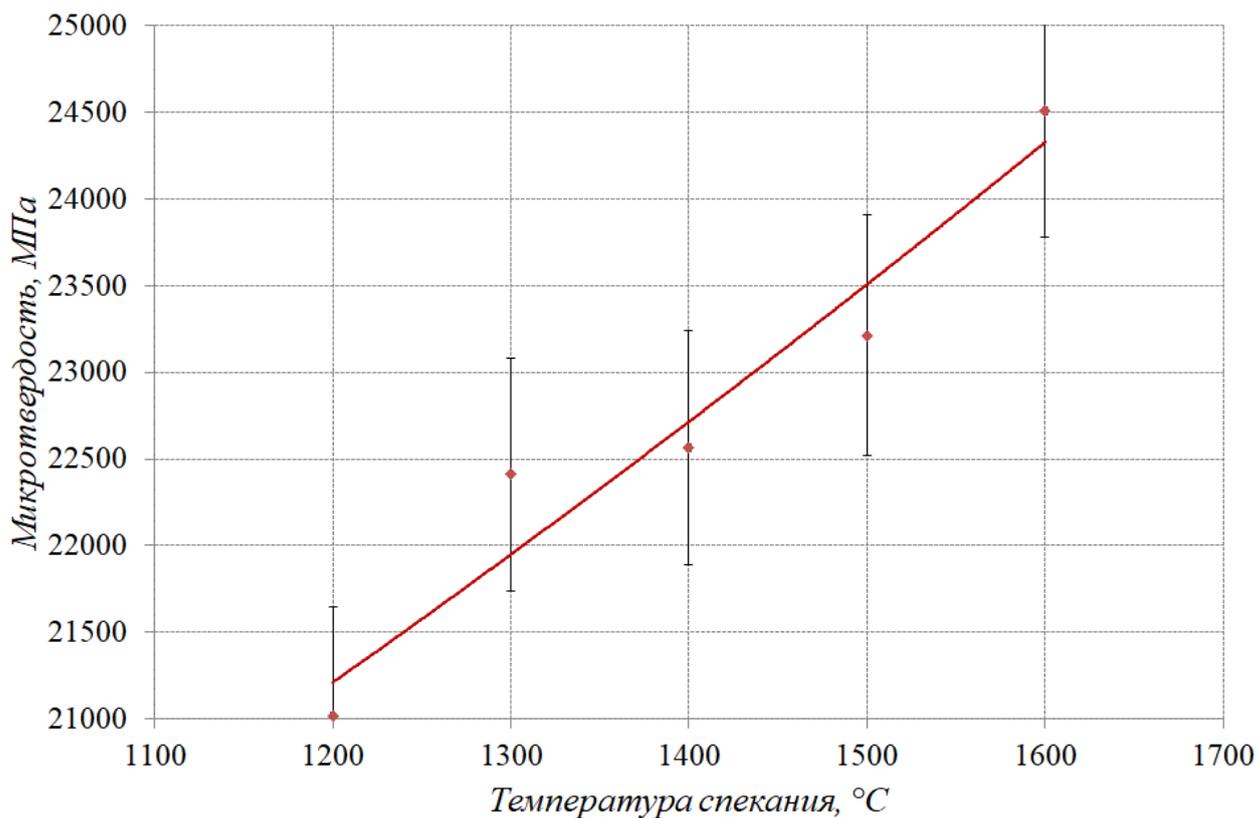


Рисунок 69 – График зависимости микротвердости образцов от температуры спекания

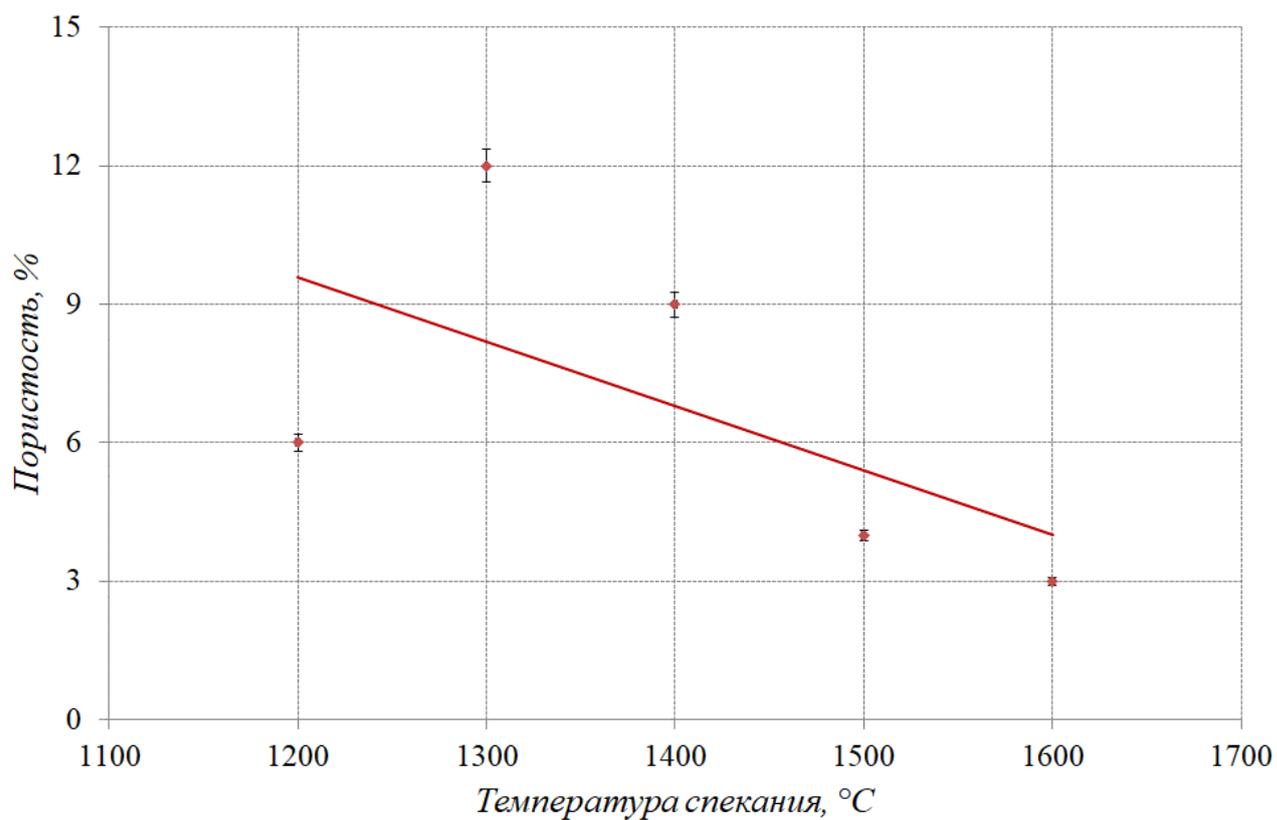
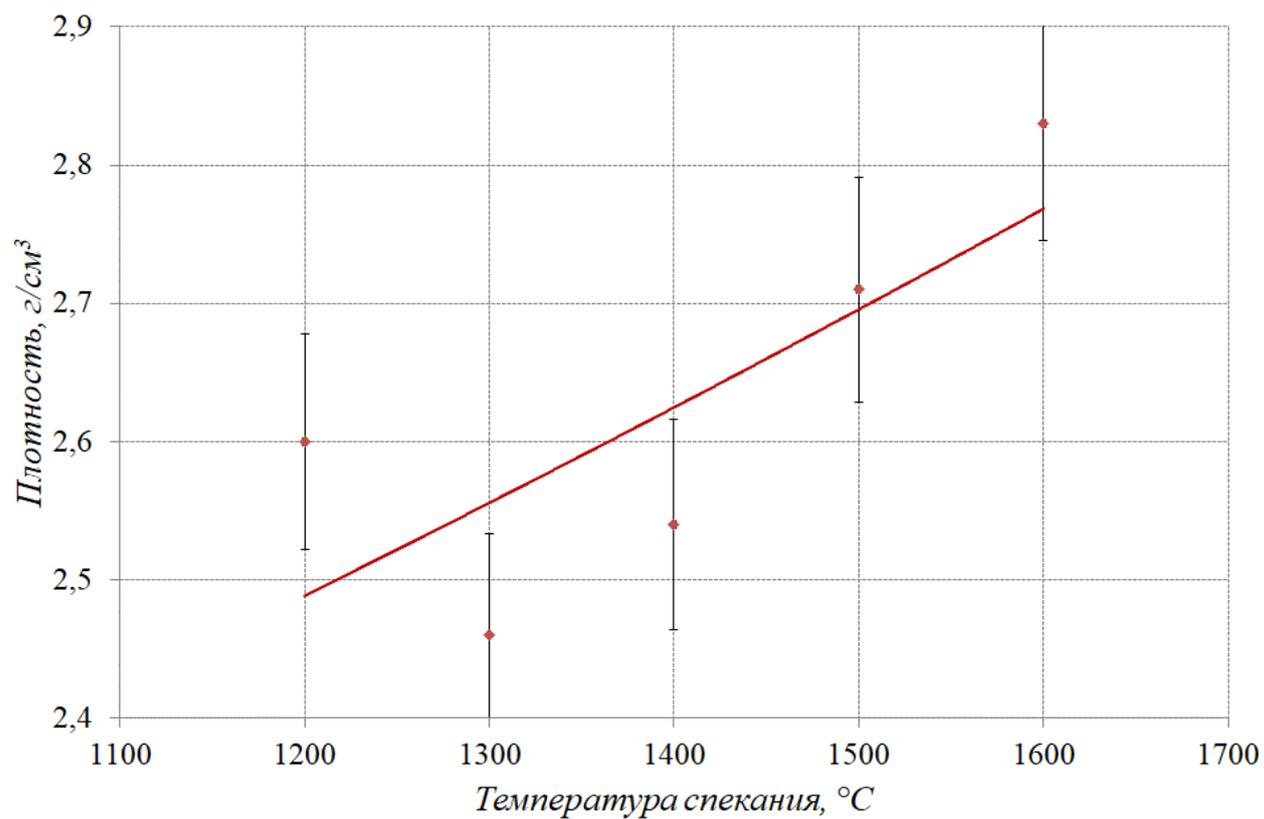


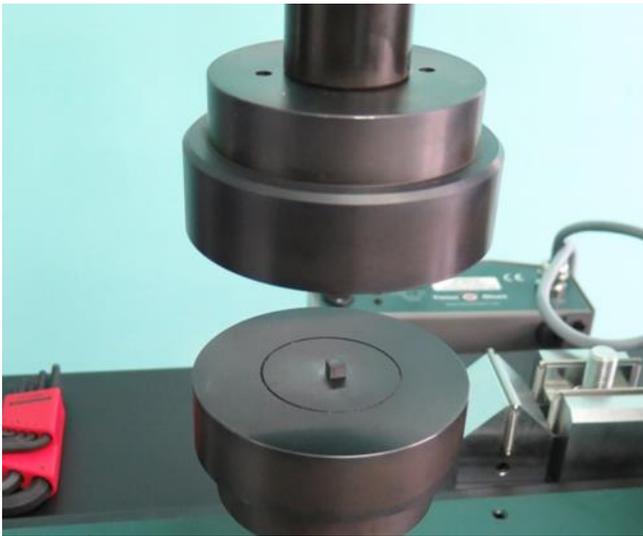
Рисунок 70 – Распределение плотности и пористости образцов в зависимости от температуры спекания

Стоит отметить, что характеристики карбидокремниевой керамики, такие как плотность, твердость и пористость, не уступают известным табличным значениям [68, с. 12]. Также нужно обратить внимание и на то, что материал имеет беспористую структуру, что видно не только по полученным данным по пористости, но и отображено на снимках микроструктуры.

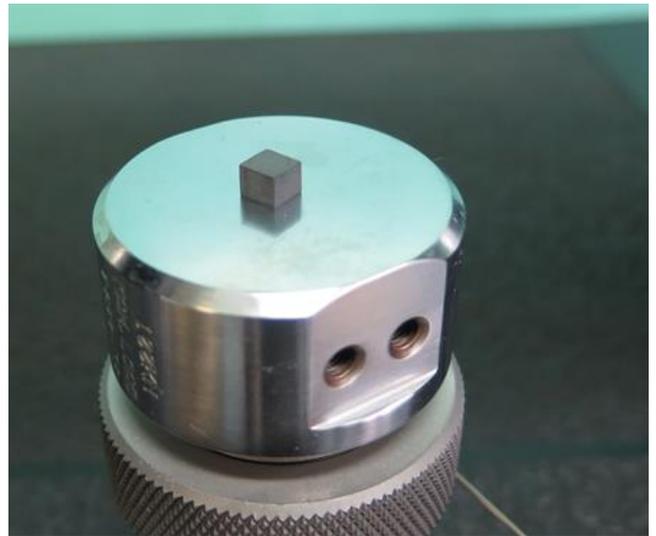
В работах [69, с. 583, 70, с.1137] плотность составила $2,71 \text{ г/см}^3$, данное значение имеет незначительное отклонения от полученных нами результатов. А именно, при значениях плотности, полученной в данной работе, пористость материала имеет более высокое значение [71, с. 853, 73, с. 574]. Данное явление можно связать с немного другим фазовым составом, то есть, содержание свободных кремния или углерода возможно выше.

5.2.4 Предел прочности карбидокремниевой керамики при ее получении методом ИПС

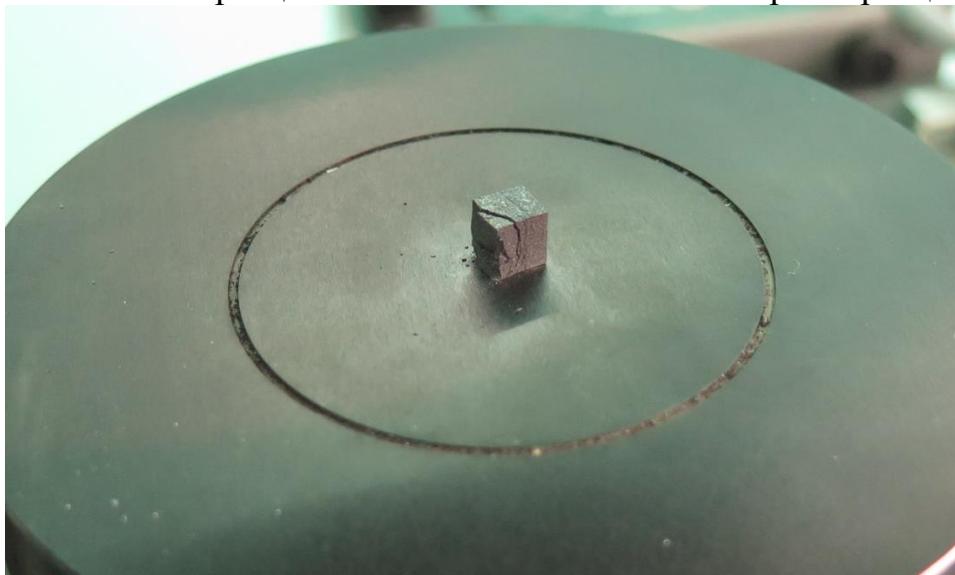
Для проведения разрушающих экспериментов были подготовлены компактные образцы кубической формы размерами $5 \times 5 \times 5$ мм. Подготовленные образцы были установлены в испытательную машину и прикладывалась необходимая нагрузка. Внешний вид образцов, а также характер разрушения приведен на рисунке 71.



Установка образца



Размеры образца



Характер разрушения

Рисунок 71 – Характер разрушения образцов

Характер разрушения образцов карбидокремниевой керамики представлен в виде диагональных трещин и образованию сколов. Такое разрушение объясняется тем, что на плоскости, наклоненной под углом, действуют максимальные касательные напряжения. Данные напряжения являются причиной разрушения образцов состоящих из хрупких материалов при испытании их на сжатие. Разрушения обусловлены сдвиговым напряжением из-за наличия сил трения между плитами испытательной машины и торцами образца.

Разрушение происходит по плоскостям, наклоненным к оси под углом 45° , совпадающим с направлением площадок, по которым действуют максимальные касательные напряжения. По причине несоблюдения перпендикулярности сторон образцов, наблюдается смещение оси излома (разрушения).

В процессе испытания регистрировались кривые сжатия «Нагрузка - Перемещение», которые приведены на рисунке 62.

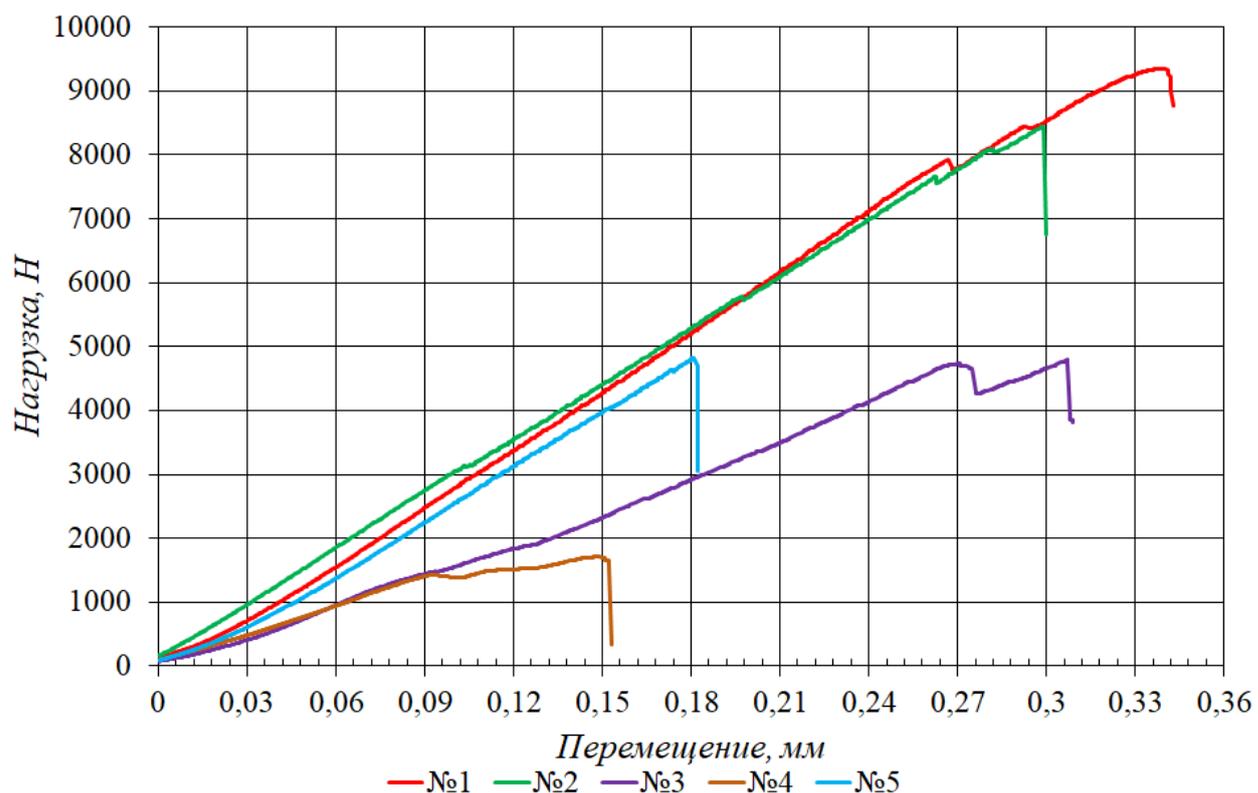


Рисунок 72 – Диаграмма предела прочности при сжатии

Значения предела прочности при сжатии и деформации при максимальной нагрузке всех испытанных образцов приведены в таблице 11.

Таблица 11 – Результаты определения прочностных характеристик при испытании на сжатие

№ п/п	Температура спекания, °	Максимальная нагрузка, Н	Предел прочности ($\sigma_{сж}$), МПа
1	1500	9352	260,11
2	1600	8441	263,41
3	1400	4834	175,3
4	1300	4787	144,63
5	1200	1708	72,6

В результате анализа кривых испытаний на сжатие установлено, что наибольшие значения предела прочности выявлены у образцов карбидокремниевой керамики, спеченных методом ИПС при температуре 1500 °С и 1600 °С (260~263 МПа). Сравнительно средние прочностные параметры можно наблюдать у образцов карбидокремниевой керамики, полученных при температуре 1300 °С и 1400 °С (145-175 МПа), а образец спеченный при температуре 1200 °С показывает довольно низкий предел

прочности. Зависимость предела прочности полученных образцов от температуры спекания показана на рисунке 73.

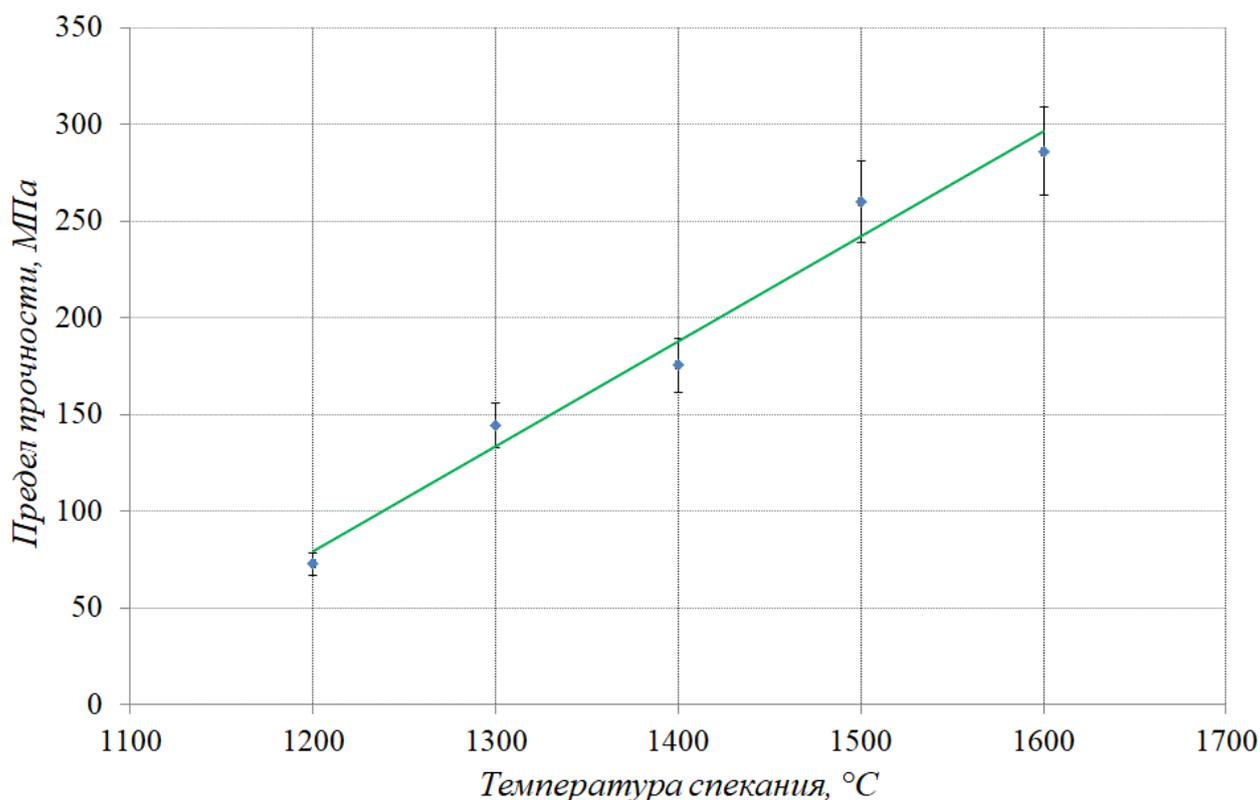


Рисунок 73 – Зависимость предела прочности карбидокремниевой керамики от температуры спекания

Как показано на рисунке 73, с возрастанием температуры спекания, предел прочности образцов карбидокремниевой керамики увеличивается от 70 МПа до 290 МПа.

Из приведенных выше результатов мы наблюдаем улучшение характеристик карбидокремниевой керамики в зависимости от его температуры спекания.

Стоит отметить, что предел прочности образцов карбидокремниевой керамики, не уступает известным табличным значениям. Полученные высокие значения предела прочности видно не только по полученным результатам, но и можно судить по структуре материала. Данное явление можно связать с содержанием карбида кремния в самом материале, так как в полученном материале его характеристики преобладают.

Выводы по пятой главе

Съемка 3D поверхности образцов, указывает на равномерное спекание, без видимых пор и шероховатостей.

Определено, что образованные фазы можно идентифицировать как нанокристаллическую кубическую α , β -SiC –фазу;

Выявлено, что на микроэлектронограмме присутствуют уширенные по углу дифракции слабые рефлексы, которые говорят нам о формировании новой структуры. Новое формирование текстуры происходит на гетерогранице зерен. Данная фаза скорее всего заполняет свободное пространство между кристаллами, которые хаотично ориентированы по всему объему.

Установлено, что физико-механические и трибологические свойства материала в зависимости от температуры спекания улучшаются. Плотность образцов составляет от 2,4 до 2,8 г/см³, что определенно не уступает материалам, указанным в литературном обзоре, а пористость не только не уступает, но и превосходит имеющиеся литературные данные.

Предел прочности материала увеличивается с увеличением температуры спекания образца. Минимальный предел прочности составляет 50МПа.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе проведен анализ мировой практики по получению карбидокремниевой керамики. Разработан способ получения карбидокремниевой керамики методом импульсного и искроплазменного спекания. Были исследованы физико-механические свойства, структурно-фазовые состояния, а также трибологические свойства полученного карбидокремниевое материала с использованием в качестве исходных компонентов вторичные продукты промышленности.

Анализ полученных образцов карбидокремниевой керамики, спеченной методами индукционного нагрева и ИПС, показывает относительно небольшие отличия в области изучения структурно-фазового состояния. Стоит отметить, что основными фазами в обоих методах получения карбидокремниевой керамики являются карбид кремния, свободный кремний и углерод. Хотелось бы отметить и то, что наличие этих трех фаз, на основании проведенного литературного анализа, характеризует карбидокремниевую керамику.

Вместе с тем, и структура спеченных импульсным методом и методом ИПС образцов, также четко характеризует трехфазный состав карбидокремниевой керамики. Кристаллическая решетка карбидокремниевой керамики кубическая и гексагональная вне зависимости от способа получения материала. Однако, стоит отметить, что параметры кристаллических решеток незначительно отличаются между собой.

Полученные образцы карбидокремниевой керамики с использованием в качестве исходных компонентов вторичные продукты промышленности после проведения спекания различными методами имеют цельную однородную структуру, без видимых пятен на поверхности. Активация порошков сыграла важную роль в однородности структуры.

Микроструктура образцов, имеет четкие границы зерен. Как было отмечено в аналитическом обзоре при скольжении характеристики износа и трения SiC-керамики меняются в зависимости от изменения микроструктуры. Установлено, что керамика на основе SiC с четкими границами зерен показала улучшенную износостойкость. Переход от слабого к сильному износу происходит для керамики SiC с крупнозернистой структурой, чем с мелкозернистой. Измельчение зерна и уменьшение количества и размеров пор привели к превосходной устойчивости к эрозии.

Однако, карбидокремниевая керамика, полученная методом индукционного нагрева, не позволила нам провести последующие физико-механические испытания. Это связано с тем, что полученный материал имеет более хрупкую структуру. Также не стоит и упускать из виду и то, что при нагреве импульсным методом не было совместного с температурой и прессования, соответственно, что и привело к более хрупкой и рассыпчатой структуре материала. Однако, плотность материала, составляет порядка 1,92 г/см³, что также характеризует карбидокремниевую керамику в соответствии с проведенным анализом литературы.

Вместе с тем, визуальный осмотр образцов, полученных методом ИПС, имеет гладкую поверхность, плотную структуру, без наличия трещин, сколов. Это связано со спецификой проведения спекания методом ИПС, так как при спекании воздействует на образец не только температура, но и давление, а также ток. В связи с этим, дальнейшее определение физико-механических свойств было возможно только на образцах карбидокремниевой керамики, полученной методом ИПС, за исключением плотности.

Сравнение плотности образцов показывает небольшое отличие в пределах погрешности. Однако, плотность образцов карбидокремниевой керамики, полученной методом ИПС, зависит от температуры спекания. Также стоит отметить и то, что физико-механические характеристики карбидокремниевой керамики с повышением температуры улучшаются, что описано в предыдущей главе.

На основании вышеизложенного стоит отметить, что образцы карбидокремниевой керамики, полученные методом ИПС, имеют характеристики не только соответствующие литературным данным, но и превосходящие их, как например коэффициент трения и интенсивность износа.

Однако, получение образцов карбидокремниевой керамики, методом индукционного нагрева не стоит упускать из виду. Для решения данного вопроса необходимо будет незначительно пересмотреть методику получения образцов и внести дополнение. К примеру, стоит увеличить нагрузку при предперессовании образцов. Стоит отметить и то, что структурно-фазовые характеристики образцов, полученных данным методом, не уступают не только литературным данным, но и полученным методом ИПС результатам.

Стоит отметить, что в научном мире не угас интерес к карбидокремниевой керамике и ее продуктам. Важно знать, что ее применение важно во всех областях промышленности не только Казахстана. Также необходимо отметить и возможность применения карбидокремниевой керамики в реакторостроении. Теоретически, стоит отметить, что в обоснование безопасности эксплуатации ЯР и ЯЭУ это позволит избежать большого количества проблем, так как данная керамика радиационно-стойкая.

По результатам проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Разработан новый способ получения карбидокремниевой керамики на основе вторичных продуктов промышленности, который позволяет получить материал с улучшенными характеристиками.
2. Обнаружено, что керамика, полученная методом ИПС имеет более плотную и беспористую структуру по сравнению с керамикой, полученной методом индукционного нагрева.
3. Установлено, что карбидокремниевая керамика, полученная методом индукционного нагрева, состоит из трех основных фаз: карбид кремния, кремний и углерод. Кристаллическая решетка, преобладающая в материале – кубическая и гексагональная. Спектральный состав выявил, отсутствие каких-либо примесей и указал на чистоту исходных компонентов.

Выявлено, что карбидокремниевая керамика, полученная методом ИПС, имеет однородную структуру. Съемка 3D поверхности образцов, указывает на равномерное спекание, без видимых пор и шероховатостей. Определено, что образованные фазы можно идентифицировать как кубические α -SiC и β -SiC фазы. Выявлено, что уширенные по углу дифракции рефлексы свидетельствует о начале формирования некоторой текстуры, преимущественно в области гетерограницы Si/SiC.

4. Выявлено, что физико-механические и трибологические свойства карбидокремниевой керамики, полученной методом искроплазменного спекания улучшаются с ростом температуры спекания. Плотность образцов составляет от 2,4 до 2,8 г/см³, что определенно не уступает материалам, указанным в аналитическом обзоре. Пористость не только не уступает, но и превосходит имеющиеся литературные данные. Предел прочности увеличивается с увеличением температуры спекания материала. Минимальный предел прочности составляет около 50МПа.

Оценка полноты решения поставленных задач

Все поставленные задачи диссертационной работы решены в полном объеме. Цель достигнута. Намеченные экспериментальные работы выполнены, анализ полученных результатов проведен совместно с научными консультантами и коллегами. Полученные результаты и выводы не противоречат основным положениям физики конденсированного состояния и термодинамики.

Рекомендации по использованию результатов диссертационной работы

Результаты диссертационной работы рекомендуются к использованию практикам-материаловедам по разработке новых перспективных материалов. Предложенный метод получения карбидокремниевых образцов может быть использован машиностроительными заводами для создания деталей машин.

Оценка научного уровня диссертационной работы

Высокий уровень выполненной работы обеспечивается тем, что результаты получены с применением хорошо апробированных методов экспериментальных исследований в специализированных лабораториях Филиала «ИАЭ» РГП НЯЦ РК. Литературный обзор по теме диссертации охватывает современные работы ученых ведущих стран мира. Полученные результаты опубликованы в известных зарубежных журналах, входящих в базу данных Thomson Reuters и Scopus, обсуждены на международных конференциях, проведенных в СНГ и странах дальнего зарубежья.

В заключении автор выражает огромную благодарность научным консультантам: главному научному сотруднику отдела бюджетных программ и подготовки кадров РГП НЯЦ РК, доктору физико-математических наук, профессору Скакову Мажыну Канапиновичу, доктору философии (PhD), доценту кафедры физики Международного казахско-турецкого университета им. Х.А. Ясави Курбанбекову Шерзоду Рустамбековичу и доктору инженерии, профессору Вроцлавского технологического университета Виелебе Войтеку

Казимировичу за помощь и поддержку при подготовке диссертационной работы, а также сотрудникам отдела материаловедческих испытаний филиала «ИАЭ» РГП НЯЦ РК за участие в проведении экспериментальных работ и кафедре «Техническая физика и теплоэнергетика» НАО «Университет имени Шакарима города Семей» за дружеское участие в работе и постоянную поддержку.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Породзинский, И.А. Высокоплотные карбидкремниевые материалы с регулируемым фазовым составом: дис. канд. тех. наук: 05.17.11: / Породзинский Игорь Александрович. – Москва, 2015. – 146 с.
- 2 Житнюк, С.В. Керамика на основе карбида кремния, модифицированная добавками эвтектического состава: дис. канд. тех. наук: 05.17.11: / Житнюк Сергей Викторович. – Москва, 2014. – 174 с.
- 3 Радьков А. В. Карбид кремния – перспективный материал силовой электроники: свойства и характеристики // Молодой ученый. – 2016. – №7. – С. 149-152.
- 4 López-Honorato E. TRISO coated fuel particles with enhanced SiC properties // Journal of Nuclear Materials. – 2009. – Vol. 392 (2). – P. 219-224.
- 5 Скаков М. К., Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш. Р., W. Wieleba. Определение износостойкости керамического материала, полученного на основе кремния и углерода методом искроплазменного спекания / Вестник СГУ им. Шакарима. – 2018. – №2. – С. 99-103.
- 6 Скаков М. К., Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш. Р., W. Wieleba. Рентгенофазовые исследования материала, полученного на основе кремния и углерода методом искроплазменного спекания. Вестник СГУ им. Шакарима. – 2018. – №2. – С. 95-99.
- 7 Кхин, М.С. Композиционная керамика на основе карбида кремния с эвтектическими добавками в системах $Al_2O_3-TiO_2-MnO$, $Al_2O_3-MnO-SiO_2$, $MgO-SiO_2$, $Al_2O_3(MgO)-MgO-SiO_2$: дис. канд. тех. наук: 05.17.11: / Кхин, Маунг Сое. – М., 2019. – 110 с.
- 8 Московских, Д.О. Получение субмикронного порошка карбида кремния и наноструктурированной керамики на его основе : дис. канд. тех. наук: 05.16.06: / Московских Дмитрий Олегович. – М., 2015. – 166 с.
- 9 Рындя, С.М. Особенности структуры тонких пленок SiC, формируемых методом импульсного лазерного осаждения на подложках Si и Al_2O_3 : дис. канд. физ.-мат. наук : 01.04.07 / Рындя Сергей Михайлович. – М., 2014. – 134 с.
- 10 Радьков А. В. Карбид кремния – перспективный материал силовой электроники: свойства и характеристики // Молодой ученый. – 2016. – №7. – С. 149-152.
- 11 Huixing Zhang, E. López-Honorato, A. Javed, X. Zhao, Jun Tan, P. Xiao A study of the microstructure and mechanical properties of SiC coatings on spherical particles // Journal of The European Ceramic Society. – 2012. – Vol. 32. – P. 1775-1786.
- 12 Патент США N 3485591, кл. 23-208, 05.06.1970 г.
- 13 Тарабанов А.С. Силицированный графит / Тарабанов А.С., Костиков В.И. – М.: Металлургия. – 1977. – 208 с.
- 14 Гнесин Г.Г. Карбидокремниевые материалы / Гнесин Г.Г. – М.: Металлургия. – 1977. – 215 с.

- 15 Гузман И.Я. Химическая технология керамики / Гузман И.Я. – М. : ООО РИФ «Стройматериалы». – 2003. – 406 с.
- 16 Балкевич В.Л. Техническая керамика / Балкевич В.Л. – М. : Стройиздат. – 1984. – 256 с.
- 17 Rashed A. H. Properties and Characteristics of Silicon Carbide/ Rashed A. H. // Poco Graphite, Inc. – 2002. – P. 19.
- 18 Evans R. S. Reaction Bonded Silicon Carbide / Evans R. S., Bourell D. L., Beaman J. J // SFF, Process Refinement and Applications. Department of Mechanical Engineering, The University of Texas at Austin, Solid Freeform Fabrication Proceedings. – 2003. – P. 414 – 422.
- 19 Izhevskiy V.A. Liquid Phase Sintered SiC. Processing and Transformation Controlled Microstructure Tailoring / Izhevskiy V.A., Genova L.A., Bressiani A.H., Bressiani J.C.// Materials Research. – 2000. – Vol. 3. – № 4. – P. 131–138.
- 20 SiC Ceramic Materials for Design of High Performes Applications// General Literature Form No. A–12,047 12 C. Saint–Gobain Ceramics. 1997 Carborundum Corporation Effective 5/97 Supercedes 7/91 All Rights Reserved. Printed in USA.
- 21 General Bulletin – Hexoloy (®) Silicon Carbide Ceramic Materials for High Performance Applications//General Literature Form No. A–12049 Sant–GobainCeramics. C. 17.
- 22 Typical Properties of SUPERSiC® Materials.8/2008P. 1 P. – Режим доступа: <http://www.poco.com>, свободный. (Дата обращения 20.09.1017)
- 23 Munro R.G. Material Properties of a sintered α -SiC / Munro R.G. // J.Phys.Chem. Ref. Data. – 1997. – Vol. 26. – № 5. – P. 1205–1203.
- 24 Moissan, Henri «Nouvelles recherches sur la météorité de Cañon Diablo». Comptes rendus . – 1904. – Vol. 139. – P. 773–86.
- 25 Fend Z. C., SiC power materials: devices and applications. Ed. Springer series in material science, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, ISBN: 3-540-20666-3, 2014. – P.73.
- 26 Schwetk K. A., Werheit H., Nold E., Sintered and monocrystalline black and green silicon carbide: Chemical compositions and optical properties, Ceramic Forum International. –2003. – Vol. 80 (12).
- 27 Abderrazak H., Hmida E.S. Silicon Carbide: Synthesis and Properties // Properties and Applications of Silicon Carbide. –2011. – P. 361–388.
- 28 Tairov M Yu., Tsvetkov V. F. Investigation of growth processes of ingots of silicon carbide single crystals, Journal of Crystal Growth. – 1978. – Vol. 43. – P. 209–212.
- 29 Wellmann P., Desperrier P., Müller R., Straubinger T., Winnack A., Baillet F., Blanquet E., Dedulle J.M., Pons M., SiC single crystal growth by a modified physical vapor transport technique, Journal of Crystal Growth. –2005. – Vol. 275. – P. 555–560.
- 30 Chaussende D., Baillet F., Charpentier L., Pernot E., Pons M. and Madar R. Continuous Feed Physical Vapor Transport: Toward High Purity and Long Boule Growth of SiC J. Electrochem. Soc. – 2003. – Vol. 150(10). – P. G 653 – G 657.

- 31 Brinker C.J., Clark D.E., Ulrich D.R. Better Ceramics Through Chemistry. – Chemistry, Materials Science. – Published by North-Holland. – 1984. – 398 p.
- 32 Rodeghiero E.D., Moore B.C., Wolkenberg B.S., Wuthenow M., Tse O.K., Giannelis E.P. Sol-gel synthesis of ceramic matrix composites // Materials Science and Engineering. – 1998. – P. 11–21.
- 33 Klein L.C., Garvey G.J. Kinetics of the Sol-Gel Transition, Journal of Non-Crystalline Solids. – Vol. 38–39. – P. 45–50.
- 34 Raman V., Bahl O. P., Dhawan U. Synthesis of silicon carbide through the sol-gel process from different precursors. – Journal of Materials Science. – 1995. – Vol. 30.– P. 2686–2693.
- 35 Zou G., Cao M., Lin H., Jin H., Kang Y., Chen Y. Nickel layer deposition on SiC nanoparticles by simple electroless plating and its dielectric behaviours, Powder Technology. – 2006. – Vol. 168 (2).– P. 84–88.
- 36 Zhang B., Li J., Sun J., Zhang S., Zhai H., Du Z. Nanometer silicon carbide powder synthesis and its dielectric behavior in the GHz range // Journal of the European Ceramic Society. – 2002. – Vol. № 22. – P. 93–99.
- 37 Zhao D.L., Luo F., Zhou W.C. Microwave absorbing property and complex permittivity of nano SiC particles doped with nitrogen // Journal of Alloys and Compounds. – 2010. – Vol. № 490. – P. 190–194.
- 38 Zhao D., Zhao H., Zhou W. Dielectric properties of nano Si/C/N composite powder and nano SiC powder at high frequencies // Physica E. – 2001. – Vol. 9. – P. 679–685.
- 39 Mentz J., Muller M., Buchkremer H.-P., Stover D. Processing of porous C/SiC via «inner siliconizing» // acs.omnibooksonline.com/data/papers/2001_31.3.pdf.
- 40 Peng Xiao, ZhuanLiy, Zibing Zhu and Xiang Xiong. J.Mater. Sci. Technol. – 2010. – Vol. 3. – №. 26. – P. 283-288.
- 41 Бубненко И.А., Кошелев Ю.А., Сорокин О.Ю. [и др.] Влияние добавок углеродных нанотрубок на свойства силицированных графитов. // Цветные металлы. –2010. – № 7. – С. 70-72.
- 42 Development of C/C-SiC brake pad for high-performance elevators / Hussam Abu El-Hija, Walter Krenkel, Stefan Hugel // Int. J. Appl. Ceram. Technol. – 2005. – Vol. 2. – P. 105-113.
- 43 New carbon materials./ Li Zhuan, XIAO Peng, XIONG Xiang, HUANG BO-yun. – 2010. – Vol. 3. – №.25. – P. 225-231.
- 44 Journal of Ceramic Processing Research./ Xiao Peng, Li Zhuana, Zhu Zibingb and Xiong Xiang. – 2010. – Vol. № 11. – №. 3. – P. 335-340.
- 45 Агалямова Э.Н. Кристаллическая структура полиморфных и политипных модификаций карбида кремния // Автореф. дис. ... к.ф.–м.н. Челябинск, 2011. – 19 с.
- 46 Агалямова Э.Н., Беленков Е.А., Грешняков В.А. Структура полиморфных разновидностей карбида кремния // Вестник Челябинского государственного университета. Физика. – 2011. – № 15 (230) . – Вып. 10. – С. 15–24.

47 Беленков Е.А., Агалямова Э.Н., Структура полиморфных разновидностей карбида кремния // Вестник Челябинского государственного университета. Физика. – 2009. – № 24 (162) . – Вып. 5. – С. 13–21.

48 Xu Huiwen, Bhatia Tania, Deshpande Swarnima A., Padture Nitin P., Ortiz Angel L., Cumbreira Francisco L. Microstructural Evolution in Liquid–Phase–Sintered SiC. Pt I. Effect of Starting Powder // J. Amer. Ceram. Soc. – 2001. – Vol. 84. – № 7. – P. 1578.

49 An original way to investigate the siliconizing of carbon materials. A. Favrea, H. Fuzellierb, J. Suptil // Ceramic international. – 2003. – Vol. 29. – P. 235–243.

50 Preparation and characterisation of porous biomorphic SiC/C ceramic from molten salt. Jun Ding, Hongxi Zhun, Chengji Deng, Guangqiang Li, Kanglei Wang, Jianpeng Liu // Ceramics International. – 2015. – Vol. 41. – P. 11539–11545.

51 Jun Liua, Qianming Gongga, Yang Shaoa, Daming Zhuanga, Ji Liang // In-situ fabrication of MoSi₂/SiC–Mo₂C gradient anti-oxidation coating on Mo substrate and the crucial effect of Mo₂C barrier layer at high temperature. // Applied Surface Science. – 2014. – Vol. 308. – P. 261–268.

52 Raichenko A. The analysis of the electric heating of the WC-Co hard-alloy under consideration of the temperature dependence // Journal de Physique IV. – 1993. – Vol. 3. – P. 1235-1239.

53 Xie G., Ohashi O., Yamaguchi N., Wang A. Effect of surface oxide films on the properties of pulse electric-current sintered metal powders // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2003. – Vol. 34. – P. 2655-2661.

54 Johnson, D. L. Comment on «Temperature-gradient-driven diffusion in rapid rate sintering» // Journal of the American Ceramic Society. – 1990. – Vol. 73. – P. 2576-2578.

55 Zhou, Y. Hirao K., Yamauchi Y., Kanzaki S. Effects of heating rate and particle size on pulse electric current sintering of alumina // Scripta Materialia. – 2003. – Vol. 48. – P. 1631-1636.

56 Raman V., Bahl O. P., Dhawan U. Synthesis of silicon carbide through the sol-gel process from different precursors // Journal of Materials Science. – 1995. – Vol. 30. – P. 2686–2693.

57 Klein L.C., Garvey G.J. Kinetics of the Sol-Gel Transition // Journal of Non-Crystalline Solids. – 1985. – Vol. 38–39. C. 45–50.

58 Jun Tan, Meadows P. J., Daxu Zhang, Xi Chen, López-Honorato E., Zhao X., Fan Yang, Abram T., Xiao P. Young's modulus measurements of SiC coatings on spherical particles by using nanoindentation // Journal of Nuclear Materials. – 2009. – DOI:10.1016/J.JNUCMAT.2009.05.001.

59 Snead L. L. Handbook of SiC properties for fuel performance modeling/ L.L. Snead, T. Nozawa, Y. Katoh, T.S. Byun, S. Kondo, D. A. Petti // Journal of Nuclear Materials. – 2007. – Vol. 371. – P. 1-3.

60 Шевцова, Л.И. Структура и механические свойства материалов на основе алюминиды никеля, полученных по технологии искрового плазменного

спекания порошковых смесей : дис. канд. тех. наук: 05.16.09: / Шевцова Лилия Ивановна. – Новосибирск, 2015. – 200 с.

61 C/C-SiC composites for advanced friction systems / W. Krenkel, B. Heidenreich, and R. Renz // *Adv. Eng. Mater.* – 2002. – Vol. 4 [7]. – P. 427.

62 Физические величины /Справочник/ А.П.Бабичев, Н.А.Бабушкина, А.М. Братковский и др./под редакцией Е.З.Мейлихова, М.:Энергоиздат. – 1991. – 1232 с.

63 Афонин В.К. Металлы и сплавы. Справочник/ В.К. Афонин, Б.С. Ермаков, Е.Л. Лебедев, Е.И. Пряхин, Н.С. Самойлов, Ю.П. Солнцев, В.Г.Шипш // Изд-во НПО «Профессионал». Металлы и сплавы, справочник. // 2003. – 1066 с.

64 Гончаренко, И.М. Комплексное модифицирование сталей и покрытий TiN в плазме дуговых разрядов низкого давления: дис. канд. тех. наук: 05.16.01: / Гончаренко Игорь Михайлович. Томск, 2004. 168 с.

65 Ухина, А.В. Структурно-морфологические особенности формирования металл-алмазных композиций : дис. канд. хим. наук: 02.00.21 Ухина Арина Викторовна. Новосибирск, 2019. 117 с.

66 Карпенко, В.Ю. Совершенствование метода восстановления изношенных деталей автомобилей путем применения электроискровых покрытий на основе электроэрозионных наноматериалов : дис. канд. тех. наук: 05.22.10 Карпенко Вадим Юрьевич. – Курск, 2016. – 213 с.

67 Hongyan Xia, Jiping Wang, Zhongqi Shi, Guanjun Qiao / Reciprocating friction and wear properties of mesocarbon microbeads-based graphite and siliconized graphite / *Journal of Nuclear Materials.* –Vol. 433. – № 1–3. –2013. – P. 341-344.

68 Kovalčíkov A., Kurek P., Balko J., Dusza J, Šajgalík P. Effect of the counterpart material on wear characteristics of silicon carbide ceramics // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials.* – Vol. 44. – May 2014. – P.12-18.

69 Tribological Behavior of Silicon Carbide Ceramics. Sandan Kumar Sharma, B. Venkata Manoj Kumar, Young-Wook Kim // *Journal of the Korean Ceramic Society.* – 2016. – № 53(6). – P. 581-596.

70 Couret A., Molenat G., Galy J., Thomas M. Microstructures and mechanical properties of TiAl alloys consolidated by spark plasma sintering // *Intermetallics.* – 2008. – Vol. 16. – P. 1134-1141.

71 Xie G., Louzguine-Luzgin D.V., Kimura H., Inoue A. Microstructure and mechanical properties of crystalline particulates dispersed Ni-based metallic glassy composites fabricated by spark plasma sintering // *Intermetallics.* – 2010. – Vol. 18. – P. 851-858.

72 Xie G., Louzguine-Luzgin D.V., Song L., Kimura H., Inoue A. Dual phase metallic glassy composites with large-size and ultra-high strength fabricated by spark plasma sintering // *Intermetallics.* – 2009. – Vol. 17. – P. 512-516.

73 Zhu S. L. Yang X.J., Cui Z.D. Effect of hydroxyapatite content on the microstructure, thermal and mechanical properties of Ti-based glassy

alloy/hydroxyapatite composite prepared by spark plasma sintering // *Intermetallics*. – 2011. – Vol. 19. – P. 572-576.

74 Di Pierro S. et al. Rock-forming moissanite (natural α -silicon carbide) (итал.) // *American Mineralogist* (англ.)рус. : diario. — 2003. — Vol. 88. — P. 1817—1821.

75 Kohyama A. *Advances in Ceramic Materials. SiC/SiC Composite/ A. Kohyama* // 2007. – 36 p.

76 Брантов С.К., Кузнецов Н.Н. Электрофизические свойства композиционного материала на основе силицированной углеграфитовой ткани // *Материаловедение*. – 2002. – №5. – С. 25-27.

77 Margiotta J.C. Formation of dense silicon carbide by liquid silicon infiltration of carbon with engineered structure / Margiotta J.C., Zhang D, Nagle D.C. and others // *Materials Research Society*. – 2008. – Vol. 23. – №5. – P. 1237–1248

78 Войцень В.С. Перспективы использования SiC/SiC-композитов в термоядерных реакторах (по анализу международных баз данных INIS, MSCl, INSPEC) / Войцень В.С., Шепелев А.Г., Пономаренко Т.А. // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. – 2007. – № 2 (90). – С. 160–163.

79 Sauder C. *Innovative SiCf/SiC Composite Materials for Fast Reactor Applications. Sodium-Cooled Fast Reactor./ C. Sauder, C. Lorrette, F. Audubert, A. Michaux, C. Colin, P. David, A. Coupe, Ph Berne, L. Briottet, J.L. Seran L. Chaffron* // *Proceedings of ICAPP 2011. – Nice, France. – May 2-5*.

80 Kim W. Fabrication and material issues for the application of SiC composites to LWL fuel cladding nuclear engineering and technology/ W. Kim, D. Kim, J.Y. Park // 2013. – Vol. 45. – № 4. – P. 565-572.

81 Ozawa K. Effect of neutron irradiation on fracture resistance of advanced sic/sic composites / K. Ozawa, Y. Katoh, L.L. Snead, T. Nozawa // *Режим доступа: <http://web.ornl.gov>, свободный (дата обращения 01.10.2016)*.

82 Snead L. L. Stability and Properties of SiC and its Composites at High Neutron Fluence / L.L. Snead, Y. Katoh, K. Ozawa, T. Nozawa // 2011. – 5 p. – *Режим доступа: <http://academic.research.microsoft.com>, свободный (дата обращения 30.06.2017)*.

83 Katoh Y. Assessment of Silicon Carbide Composites for Advanced Salt-Cooled Reactors/ Y. Katoh, D.F. Wilson, C.W. Forsberg // 2007. – 88 с. *Режим доступа: <http://info.ornl.gov> (дата обращения 09.10.2016)*.

84 Kowbel W. High Thermal Conductivity SiC/SiC Composites for Fusion Applications/ W. Kowbel, C. A. Bruce, K.L. Tsou, K. Patel and J.C. Withers ,G.E. Youngblood // *Journal of Nuclear Materials*. – 2000. – Vol. 283-287 (Part 1). – P. 570-573.

85 Simos N. Composite Materials under Extreme Radiation and Temperature Environments of the Next Generation Nuclear Reactors/ N. Simos // 2011. – 27 p.

86 Helary D. Advanced characterization techniques for SiC and PyC coatings on hightemperature reactor fuel particles/ D. Helary, O. Dugne, X. Bourrat // *Journal of Nuclear Materials*. – 2008. – Vol. 373. – P. 150-156.

87 Katoh Y. Neutron Tolerance of Advanced SiC-Fiber / CVI-SiC Composites/ Y. Katoh, A. Kohyam, L.L. Snead, T. Hinoki, A. Hasegawa // 2003. – 5 p.

88 Harrison S. Gas-Phase Selective Area Laser Deposition(SALD) Joining of SiC Tubes with SiC Filler Material / S. Harrison, H.L. Marcus // 1998. – 6 p. Режим доступа: <http://utwired.utexas.edu>, свободный (дата обращения 23.11.2016)..

89 Senor D.J. Effects of neutron irradiation on thermal conductivity of SiC-based composites and monolithic ceramics / D.J. Senor, G.E. Youngblood, C.E. Moore, D.J. Trimble, J.J. Woods // 1996 – 28 p. Режим доступа: <http://www.osti.gov>, свободный (дата обращения 015.06.2016).

90 Nikolaenko V.A. Radiation γ - annealing of silicon carbide irradiated in a BOR-60 reactor / Nikolaenko V.A., Subbotin A.V. // Atomic Energy. – 2004. – Vol. 97. – № 4. – P. 701–706.

91 Harrison S. Gas-phase Selective Area Laser Deposition (SALD) joining of SiC/ S. Harrison, H.L Marcus// Materials & Design. – 1999. – Vol. 20. – № 2-3. – P. 147-152.

92 Nozawa T. Reseach plan and status of high-dose rabbit irradiation experiment for silicon carbide composites/ T. Nozawa, K. Ozawa, H. Tanigawa, Y. Katoh, L. L. Snead, and R. E. Stoller//Fusion Reactor Materials Program. – 2011. – DOE/ER-0313. – P. 50 - 50.

93 Manocha L.M. SiC fibers and composites by chemical vapor reaction (CVR) of host carbon materials/ L.M.Manocha, Bharat Patel, S. Manocha. // Composites and nanostructures. – 2010. – № 1. – P. 21-29.

94 Лебедев А.А. Радиационная стойкость SiC и детекторы жестких излучений на его основе. Обзор. / Иванов А.М., Строкан Н.Б. // Физика и техника полупроводников. – 2004. – Т. 38. – С. 129–150.

95 Oxidative resistance of irradiated graphite coated with silicon carbide / Romanova N., Gizatulin S., Dyussambayev D., Koztayeva U., Shaimerdenov A. // Proceedings - 2020 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects, EFRE 2020. – 2020. – P. 1178-1183.

96 Виргильев Ю.С. Влияние нейтронного облучения на свойства углерод-углеродных композиционных материалов/ Виргильев Ю.С.// Обзорная информация ОАО «НИИГрафит». – 2011. – 35 с.

97 Виргильев Ю.С. Радиационная стойкость изотропных конструкционных графитов / Виргильев Ю.С., Лебедев И.Г.// Неорганические материалы. – 2002. – № 10. – Т. 38. – С. 1192-1198.

98 Воеводин В.М. Структурная стабильность и радиационное распухание аустенитных сталей/ Воеводин В.М., Неклюдов И.М.// 2011. Режим доступа: http://rosenergoatom.info/index.php?option=com_content&view=article&id=79:2009-11-28-15-12-46, свободный (дата обращения 13.04.1017).

99 Воеводин В.М. Проблема радиационной стойкости конструкционных материалов в ядерной энергетике / В.М. Воеводин, И.М. Неклюдов. // Вестник Харьковского университета. Физическая серия «Ядра, частицы, поля» // – № 746. – 2006. – С. 3-22.

100 Лебедев, А.С. Карботермический синтез ультрадисперсного карбида кремния и применение его для упрочнения сплавов : дис. канд. хим. наук: 02.00.04 / Лебедев Алексей Сергеевич. Челябинск, 2020. 121 с.

101 Каракозов, Б.К. Структура и свойства гетерофазных материалов интерметаллидного класса на основе Ti-Al-Nb, полученных SPS спеканием : дис. канд. тех. наук.: 05.16.09: / Каракозов Батыржан Кумекбаевич. Барнаул, 2018. 139 с.

102 Bendersky L.A., Roytburd A., Boettinger W.J. Phase transformations in the (Ti,Al)₃Nb section of the Ti-Al-Nb system. I. Microstructural predictions based on a subgroup relations between phases // *Acta Metallurgica et Materialia*. – 1994. – Vol. 42. – № 7. – P. 2323-2335.

103 Назарбаев Н.А., Школьник В.С., Батырбеков Э.Г. и др. Проведение комплекса научно-технических и инженерных работ по приведению бывшего Семипалатинского испытательного полигона в безопасное состояние. Том 3. г. Курчатов. – 2016. – 595 с.

10 Батаев А.А., Батаев В.А. Композиционные материалы: строение, получение, применение. – М.: Логос. – 2006. – 400 с.

105 Болдин М.С. Физические основы технологии электроимпульсного плазменного спекания: электронное учебно-методическое пособие / М.С. Болдин. – Нижний Новгород. – 2012. – 59 с.

106 Omori, M. Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS) // *Materials Science and Engineering: A*. – 2000. – Vol. 287. – P. 183-188.

107 Couret A., Molinat G., Galy J., Thomas M. Microstructures and mechanical properties of TiAl alloys consolidated by spark plasma sintering // *Intermetallics*. – 2008. – Vol. 16. – P. 1134-1141.

108 Анисимов А.Г. Мали В.И. Исследование возможности электроимпульсного спекания наноструктурных порошковых материалов // *Физика горения и взрыва*. – 2010. – Т. 46. № 2. – С. 135-139.

109 Munir Z.A. Synthesis and densification of nanomaterials by mechanical and field activation // *Journal of Materials Synthesis and Processing*. – 2000. – Vol. 8. – P.189-196.

110 Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия – М.: Металлургия. – 1982. – 631 с.

111 Peter J. Goodhew, John Humphreys, Richard Beanland. *Electron Microscopy and Analysis* / 3rd ed. p.cm.– London: Taylor & Francis. – 2001.– 251 p.

112 Фандеев В.П., Самохина К.С. Методы исследования пористых структур // Интернет-журнал «НАУКОВЕДЕНИЕ» . – 2015. – Том 7. – №4. <http://naukovedenie.ru/PDF/34TVN415.pdf>(доступ свободный). Загл. с экрана. Яз. рус., англ. DOI: 10.15862/34TVN415 (дата обращения 19.05.1017).

113 Московская Т. У. Определение плотности тел методом пикнометра / Т. У. Московская. – Иркутск: Редакционно-издательский отдел ИГУ, 2003. 12 с.

114 Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах Том 1 / ред. М. И. Максимова – М.: ИПК Издательство стандартов. – 1999. – 142 с.

115 ГОСТ 9450-76. Металлы. Измерение твердости по Виккерсу. – М.: Изд-во стандартов. – 1975. – 30 с.

116 Oxidative resistance of irradiated graphite coated with silicon carbide. Bondar O.V., Pogrebnjak A.D., Takeda Y., Postolnyi B., Zukowski P., Sakenova R. et al. / Structure and properties of combined multilayer coatings based on alternative triple nitride and binary metallic layers // Lecture Notes in Mechanical Engineering. – 2019. – P. 31-40.

117 Золоторевский В.С. Механические свойства металлов – М.: МИСИС, 1998. – 400 с.

118 ГОСТ 25.503-97. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. М.: Изд-во стандартов. – 1997. – 27 с.

119 Скаков М.К., Дерявко И.И., Бакланов В.В. и др. Способ получения силицированного графита. – Патент РК на изобретение №32057. – бюл. №9. – опуб. 15.05.2017.

120 Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш.Р., М.К.Жамбаева. Отработка технологии получения силицированного графита. XXII Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика». Тезисы, МЭИ, М. – 2016. С. 230.

121 Siliconized graphite production technology / M.K.Skakov, Sh.R. Kurbanbekov, Y.T. Koyanbaev, V.V. Baklanov, A.Zh. Miniyazov, R.M. Mukhamedzhanova // International Conference on Circuits and Systems (CAS 2015), Paris, France 2015, August 9-10. – P. 215-218 (ATLANTIC PRESS, Thomson Reuters).

122 Изучение технологии получения силицированного графита на основе карбида кремния, Ш.Р. Курбанбеков, И.И. Дерявко, В.В. Бакланов, А.Ж. Миниязов, А.Д. Даулеткелдыев, Р.М. Мухамеджанова, Б.Т. Оразымбеков, К.Б. Конырова // Вестник НЯЦ РК. – 2015. – №. 3 . – С. 5-9.

123 Туктамышев И.И. Селезнев А.Н. Калинин Ю.К. Туктамышев И.Ш. Гнедин Ю.Ф. Шеррюбле В.Г. Способ получения карбида кремния // патент РФ. 27.02.2001 . №2163563.

124 Tokita M. Trends in Advanced SPS (Spark Plasma Sintering) Systems and Technology // Journal of the Society of Powder Technology. – 1993. – Vol. 30. – С. 790-804.

125 Omori M. Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS) // Materials Science and Engineering: A. – 2000. – Vol. 287. – P. 183-188.

126 Xie G., Ohashi O., Yoshioka T., Song M., Mitsuishi K., Yasuda H., Furuya K., Noda T. Effect of interface behavior between particles on properties of pure Al powder compacts by spark plasma sintering // Materials Transactions. – 2001. – Vol. 42. – P. 1846-1849.

127 Liu, W., Naka M. In situ joining of dissimilar nanocrystalline materials by spark plasma sintering // ScriptaMaterialia. – 2003. – Vol. 48. – P. 1225-1230.

128 Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш.Р., М.К. Жамбаева. Рентгенографическое исследование силицированного графита, полученного методом порошковой металлургии. Международный студенческий научный вестник. – 2016. – № 3-1. – С. 28-29.

129 Жамбаева М.К., Курбанбеков Ш.Р., Мухамедова Н.М., Степанова О.А. Құрамына байланысты алынған силицирленген графит үлгілерінің микроқұрылымын және микроқаттылығын зерттеу. Вестник СГУ им. Шакарима. – 2016. – №3. – С. 13-16.

130 Скаков М.К., Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш.Р., Бакланов В.В., Жамбаева М.К. Исследование материала, полученного на основе системы SiO₂+C. Вестник НЯЦ РК. – 2016. – №3. – С. 128-134.

131 Mazhyn Skakov, Sherzod Kurbanbekov, Nuriya Mukhamedova, Viktor Baklanov. Structure investigations of siliconized graphite obtained during elaboration of sintering process technology. International Journal of ChemTech Research. – 2016. – №9 (8). – P. 447-452.

132 Скаков М.К., Бакланов В.В., Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш.Р. Исследование материала, полученного на основе кремния и углерода методом искроплазменного спекания. Вестник НЯЦ РК. – 2017. – № 1. – С. 26-30.

133 Скаков М. К., Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш. Р., Кожахметов Е. А. Исследование структурно-фазового состояния материала, полученного на основе кремния и углерода. Collected Papers X International Scientific-Practical conference «EurasiaScience». – Москва 2017. – С. 99-100.

134 Мухамедова Н.М., Скаков М. К. Влияние температуры спекания на структурно-фазовый состав карбидокремниевой керамики / Сборник аннотаций XVI Курчатовской междисциплинарной молодежной научной школы. – 2018. – 6-9 ноября. – Москва. – С. 227.

135 Мухамедова Н.М., Скаков М. К., Мухамедов Н.Е., Кожахметов Е.А. Влияние температуры спекания на тонкую структуру образцов карбидокремниевой керамики / Вестник Каз НИТУ – 2019. – № 6 (136). – С. 357-362.

136 Mukhamedova N.M., Skakov M.K., Kurbanbekov Sh.R. Mechanical properties of ceramic material obtained by the method of spark plasma sintering / Тезисы V международной конференции «Фундаментальные основы механохимических технологий». – 2018. – 25-28 июня. – Новосибирск, Россия. С. 188.

137 Скаков М. К., Мухамедова Н.М., Курбанбеков Ш. Р., W. Wieleba. Результаты исследований физико-механических и трибологических свойств образцов карбидокремниевой керамики полученных методом искроплазменного спекания / Тезисы VIII международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала». – 2018. – 11 - 13 сентября. – г. Курчатov, Республика Казахстан. – С. 152.

138 Скаков М. К., Мухамедова Н.М., W. Wieleba. Влияние температуры спекания на физико-механические свойства карбидокремниевой керамики / Вестник КазНУ. – 2018. – № 1 (125). – С. 61-65.

139 Скаков М. К., Мухамедова Н.М., W. Wieleba. Механические свойства карбидокремниевой керамики / Вестник КазНУ. – 2018. – № 6 (130). – С. 235-240.

140 Mukhamedova N.M., Skakov M.K., Wieleba W. Determination of phase composition and mechanical properties of surface of the material obtained on the basis of silicon and carbon by spark-plasma sintering method. AIMS Materials Science. – 2018. – 6(1).– P. 1-9. doi: 10.3934/matricsci.2019.1.1.

141 Мухамедова Н. М., Скаков М. К., Кожаметов Е. А., Мухамедов Н. Е / Влияние температуры спекания при получении карбидокремниевой керамики на формирование ее структуры / Тезисы IX международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала». – 2021. – 07 – 09 сентября.– г. Курчатов, Республика Казахстан. – С. 44 – 45.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Патент и авторское свидетельство на изобретение



(19) **МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

(12) **ПАТЕНТ**

(11) **№ 32057**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

(54) **НАЗВАНИЕ:** Способ получения силицированного графита

(73) **ПАТЕНТООБЛАДАТЕЛЬ:** Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» Министерства энергетики Республики Казахстан (KZ)

(72) **АВТОР (АВТОРЫ):** Скаков Мажын Канапинович (KZ); Дерявко Илья Ильич (KZ); Бакланов Виктор Владимирович (KZ); Курбанбеков Шерзод Рустамбекович (KZ); Коянбаев Ерболат Тайтолеуович (KZ); Миниязов Арман Жанарбекович (KZ); Кукушкин Иван Михайлович (KZ); Сапатаев Ержан Ернатулы (KZ); Мухамедова Нурия Мейрамкановна (KZ)

(21) Заявка № 2015/0993.1

(22) Дата подачи заявки: 01.09.2015

Зарегистрирован в Государственном реестре изобретений Республики Казахстан 18.04.2017.

Действие патента распространяется на всю территорию Республики Казахстан при условии своевременной оплаты поддержания патента в силе.

Заместитель министра юстиции
Республики Казахстан

Э. Азимова

Сведения о внесении изменений приводятся на отдельном листе в виде приложения к настоящему патенту



МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

УДОСТОВЕРЕНИЕ АВТОРА

№ 97818

Настоящим удостоверяется, что Мухамедова Нурия Мейрамкановна (KZ)

*и Скаков Мажын Канапинович (KZ); Дерявко Илья Ильич (KZ);
Бакланов Виктор Владимирович (KZ); Курбанбеков Шерзод
Рустамбекович (KZ); Коянбаев Ерболат Тайтолеуович (KZ); Миниязов
Арман Жанарбекович (KZ); Кукушкин Иван Михайлович (KZ); Сапатаев
Ержан Ернатулы (KZ)*

является(ются) автором(ами) изобретения

(11) 32057

(54) Способ получения силицированного графита

(73) *Патентообладатель:* Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» Министерства энергетики Республики Казахстан (KZ)

(21) 2015/0993.1

(22) 01.09.2015

Заместитель министра юстиции
Республики Казахстан

Э. Азимова

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Акт внедрения результатов работы в деятельность филиала «ИАЭ»



«УТВЕРЖДАЮ»

Первый заместитель
директора, PhD

В.В. Бакланов

2022г.

АКТ № 12-230-02/163-64 от 21.01.2022
о внедрении результатов диссертационной работы
на соискание степени доктора философии (PhD)
Мухамедовой Нурии Мейрамкановны
в получение перспективных конструкционных материалов.

Комиссией Филиала «Институт атомной энергии» РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» в составе:

Председатель:

Коянбаев Е.Т. – заместитель директора по материаловедческим исследованиям.

Члены комиссии:

Бакланова Ю.Ю. – начальник отдела материаловедческих испытаний;

Миниязов А.Ж. – начальник лаборатории испытаний материалов в условиях термоядерного реактора;

Барбатенков Р.К. – начальник группы лаборатории испытаний конструкционных и топливных материалов

составлен настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Мухамедовой Нурии Мейрамкановны на тему «ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ И УГЛЕРОДА», внедрены в научно-исследовательскую деятельность Филиала «Институт атомной энергии» РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» Министерства энергетики РК по направлению получения перспективных конструкционных материалов.

Предложенная технология получения нового керамического материала на основе карбида кремния методом искрового плазменного спекания порошковых смесей, с использованием графитового и кварцевого лома в качестве исходных компонентов позволяет получить карбидокремниевый материал с превосходящими физико-механическими свойствами от аналогичных материалов, полученных с применением других известных технологий.

Методы и подходы, предложенные автором, апробированы при разработке и реализации технологии получения новых перспективных материалов в рамках НТП «Развитие атомной энергетики в Республике Казахстан» по теме «Исследование перспективных материалов на основе системы Ti-Al-Nb для хранения и транспортировки водорода» на 2018-2020 г., а также, стоит отметить и то, что результаты диссертационной работы подтверждены инновационным патентом «Способ получения силицированного графита» №32057 от 18.04.2017 г., бюл. №9 от 15.05.2017 г.

Председатель комиссии

Коянбаев Е.Т.

Члены комиссии:

Бакланова Ю.Ю.

Миниязов А.Ж.

Барбатенков Р.К.

СОГЛАСОВАНО

Ученый секретарь, PhD

Ерыгина Л.А.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Акт внедрения результатов работы в учебный процесс

УТВЕРЖДАЮ



Член правления - Проректор
по академическим вопросам
«Университет имени Шакарима
города Семей»
И.А. Оралканова
« 12 20 21 г.

АКТ

о внедрении результатов научно-исследовательской работы
Мухамедовой Нурии Мейрамкановны

Комиссия в составе:

Председатель: Ж.К. Молдабаева, к.б.н., и.о. проректора по науке и инновациям;

Члены комиссии: Ж.Х. Тохтаров, PhD, декан инженерно-технологического факультета
О.А. Степанова, к.т.н., заведующий кафедрой «Техническая физика и теплоэнергетика»

подтверждает, что результаты научно-исследовательской работы Мухамедовой Нурии Мейрамкановны по теме диссертации «ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛА, ПОЛУЧЕННОГО НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ И УГЛЕРОДА» представленной на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 6D072300 «Техническая физика», внедрены в учебный процесс и использованы при изучении дисциплин «Физика конденсированного состояния», «Теория и техника научного эксперимента» на кафедре «Техническая физика и теплоэнергетика» НАО «Университет имени Шакарима города Семей», а также при изучении дисциплин «Основы нанотехнологий», «Атомные электростанции» на базе филиала кафедры в Национальном ядерном центре Республики Казахстан.

Комиссия считает, что внедрение результатов научно-исследовательской работы дает возможность обучающимся в бакалавриале и магистратуре изучить инновационные способы и технологии применяемые при получении новых материалов, освоить современные методы проведения материаловедческих исследований, а также получить навыки по расчетам исходных компонентов для получения передовых материалов, применимых в различных областях промышленности РК.

Председатель

Ж.К. Молдабаева

Члены комиссии:

Ж.Х. Тохтаров

О.А. Степанова