

## ВЛИЯНИЕ ЭФФЕКТА УГЛЕРОДНОГО «ЗАГРЯЗНЕНИЯ» НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ КЕРАМИК, ИЗГОТАВЛИВАЕМЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Андреев П.В.<sup>1</sup>, Дрожилкин П.Д.<sup>2</sup>, Сметанина К.Е.<sup>2</sup>, Алексеева Л.С.<sup>2</sup>,

Болдин М.С.<sup>2</sup>, Востоков М.М.<sup>2</sup>, Мурашов А.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>) ФГБУН Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девярых РАН,  
г. Нижний Новгород, Россия

<sup>2</sup>) ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Нижегородский государствен-  
ный университет им. Н.И. Лобачевского», г. Нижний Новгород, Россия

E-mail: andreev@phys.unn.ru

## INFLUENCE OF THE EFFECT OF CARBON IMPURITY ON THE PHASE COMPOSITION OF CERAMICS PRODUCED BY THE METHOD OF ELECTRIC PULSE PLASMA SINTERING

Andreev P.V.<sup>1</sup>, Drozhilkin P.D.<sup>2</sup>, Smetanina K.E.<sup>2</sup>, Alekseeva L.S.<sup>2</sup>, Boldin M.S.<sup>2</sup>,  
Vostokov M.M.<sup>2</sup>, Murashov A.A.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>) G.G. Devyatykh Institute of Chemistry of High-Purity Substances RAS, Nizhny Nov-  
gorod, Russia

<sup>2</sup>) N.I. Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia

Carbon impurity effect during spark plasma sintering due to the sample and graphite mold surfaces contact can lead to a changes in the phase composition of the sintered ceramics. The carbon influence effect on the phase composition in ceramics based on  $\text{Si}_3\text{N}_4$  with  $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  addition is observed.

Получение керамических образцов методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) происходит за счет быстрого нагрева графитовой пресс-формы пропусканием через нее тока короткими импульсами большой мощности. Не исключается возможность возникновения температурного градиента в образце и перегрева вблизи поверхностей контакта пресс-формы и образца. Последнее может способствовать загрязнению углеродом с поверхности пресс-формы объема образца [1], что способно привести к существенным изменениям фазового состава и, как следствие, физико-механических свойств изготавливаемой керамики.

Исследовались керамические образцы на основе порошка  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (чистота: 99.6%, 90% масс.  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  + 10% масс.  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ , дисперсность не более 5 мкм, Alfa Aesar, Германия) с добавкой  $\text{Y}_2\text{O}_3$  –  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (мольное соотношение компонентов 3:5) в количестве 3 (образец 1), 5 (образец 2), 10 (образец 3) и 15% масс. (образец 4).

Керамические образцы получены методом ЭИПС на установке Dr. Sinter model SPS-625 при одноосном давлении 70 МПа, скорость нагрева составляла 100°C/мин. до окончания усадки образца. Окончание усадки достигалось при

1900, 1890, 1710, 1630°C для образцов 1-4 соответственно. Относительная плотность всех полученных образцов превысила 95.5%.

Фазовый состав керамических образцов проводился методом рентгеновского фазового анализа на дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu, Япония) ( $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ). Условия съемки: схема Брэгга-Брентано, “режим широкой щели” в диапазоне углов  $2\theta$  15-70°, шаг сканирования 0.04°, время экспозиции 2 с. Между экспериментами поверхностный слой удалялся путем шлифовки образца алмазными дисками на установке Secotom-10 (Struers, Дания). При этом шлифовка проводилась таким образом, чтобы толщина удаленного слоя (не менее 60 мкм) превышала глубину падения интенсивности рентгеновского пучка в  $e$  раз (~40 мкм для  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ).

По результатам анализа была обнаружена фаза SiC в поверхностном слое полученных керамик. Причина ее образования связывается с диффузией углерода с пресс-формы в приповерхностные слои спекаемого образца. Также обнаружена фаза Si, ее наличие связывается с перегревом поверхности образца относительно зафиксированных температур, что привело к разложению  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $> 1600^\circ\text{C}$ ) [2].

В слоях, превышающих по глубине 140 мкм, во всех образцах обнаружены только фаза  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  (образец 1 и 2), и дополнительно фаза  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  (в образцах 3, 4). Количественное отношение  $\alpha/\beta$  для каждого образца является постоянным на всем диапазоне исследованных глубин, что косвенно свидетельствует о незначительной величине температурного градиента на рассматриваемых глубинах.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-33-60084.*

1. E.A. Olevsky, D.V. Dudina Field-Assisted Sintering (Springer), p. 354-379 (2018)
2. Bučevac D., Bošković S., Matović B. Kinetics of the  $\alpha\text{-}\beta$  Phase Transformation in Seeded  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Ceramics // Science of Sintering. V. 40, P. 263-270 (2008).