

https://doi.org/10.51885/3134-8009_IJS_2026_3_13

XFTAP 55.23.09

ТЕРМОХИМИЯЛЫҚ ПРОЦЕСТІ ПЛАЗМАЛЫҚ АКТИВТЕНДІРУ АРҚЫЛЫ ҚИЫН БАЛҚИТЫН ҚОСЫЛЫСТАРДЫ СИНТЕЗДЕУГЕ АРНАЛҒАН ЗЕРТХАНАЛЫҚ РЕАКТОРДА ТИТАН КАРБИДІН ЭКСПЕРИМЕНТТІК СИНТЕЗДЕУ

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ СИНТЕЗ КАРБИДА ТИТАНА В ЛАБОРАТОРНОМ РЕАКТОРЕ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ ПРИ ПЛАЗМЕННОЙ АКТИВАЦИИ ТЕРМОХИМИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА

EXPERIMENTAL SYNTHESIS OF TITANIUM CARBIDE IN A LABORATORY REACTOR FOR REFRACTORY COMPOUNDS USING PLASMA ACTIVATION OF THE THERMOCHEMICAL PROCESS

М.С. Канапинов ^{1*}, А.Я. Пак ², А.С. Ескермесова ¹, А.Е. Кусайнов ¹,
Д.Д. Ерболат ¹

¹КеАҚ «Дәулет Серікбаев атындағы ШҚТУ», Өскемен қ., Қазақстан

²Ғылыми зертеу Томск политехникалық университеті, Томск қ., Ресей Федерациясы

*Жауапты автор: Канапинов Медет Серикович, e-mail: kanapinovmedet6@gmail.com

Түйінді сөздер:

титан карбиді, титан
оксиді, көміртек, электр
доғалық синтез, плазма,
энергия-дисперсиялық
талдау, рентгендік-
фазалық дифракция, тоқ,
оттегі.

ТҮЙІНДЕМЕ

Жоғары сапалы материалдарды алу технологияларын жетілдіру қазіргі материал танудың өзекті міндеттерінің бірі болып табылады. Осы жұмыс жоғары температуралы плазманың түзілуін қамтама-сыз ететін электр доғалық разрядты пайдалану арқылы титан карбиді ұнтағын плазмохимиялық синтездеуді зерттеуге арналған. Бастапқы компоненттер ретінде титан оксиді мен көміртек пайда-ланылды. Рентгендік фазалық талдау нәтижелері синтезделген өнім-нің құрамында титан карбидінің кубтық фазасы шамамен 96 масс. % екенін көрсетті. Ұнтақтың морфологиясын сканерлеуші электрон-дық микроскопия әдісімен зерттеу бөлшектердің орташа өлшемі 2,6 мкм екенін анықтады. Бөлшектердің басым бөлігі дөңгелек және сопақша пішінді, сонымен қатар бұрышты пішінді бөлшектердің аз мөлшері байқалады. Энергия-дисперсиялық рентгендік спектрал-дық талдау (EDS) ұнтақтың атомдық және массалық құрамы бойын-ша элементтерін анықтады. BSE және SE режимдерінде алынған кескіндерді талдау элементтік талдау нәтижелерімен расталды. Ал EDS-карталау бөлшектер көлемі бойынша титан мен көміртектің біркелкі таралғанын, сондай-ақ оттегі мен алюминийдің аз мөлшерде жергілікті жерлерде кездесетінін көрсетті.

Ключевые слова:

карбид титана, оксид
титана, углерод,
электродуговой синтез,

АННОТАЦИЯ

Совершенствование технологий получения высоко качественных материалов является одной из актуальных задач современного материаловедения. Настоящая работа посвящена исследованию



© М.С. Канапинов, А.Я. Пак, А.С. Ескермесова, А.Е. Кусайнов, Д.Д. Ерболат

Бұл жұмыс Creative Commons Attribution 4.0 халықаралық лицензиясы
(CC BY 4.0) бойынша таратылады.

<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>

плазма,
энергодисперсионный
анализ, рентгено-фазовая
дифракция, ток,
кислород.

плазмохимического синтеза порошка карбида титана из оксида титана и углерода с использованием электродугового разряда. Результаты рентгеновской дифракции показали, что получено 96 масс% кубической фазы карбида титана. Исследование морфологии порошка методом сканирующей электронной микроскопии установлено, что средний размер частиц составляет 2,6 мкм. Большинство частиц имеет округлую и овальную форму, при этом наблюдается незначительное количество частиц угловатой формы. Энергодисперсионный рентгеноспектральный анализ (EDS) показал, атомный и весовой состав порошка. Анализ изображений в режимах BSE и SE подтвердил результаты элементного анализа, а EDS-картирование продемонстрировало равномерное распределение титана и углерода по объему частиц при локальном присутствии кислорода и следовых количеств алюминия.

keywords:

titanium carbide, titanium
oxide, carbon, electric arc
synthesis, plasma, energy-
dispersive analysis, X-ray
diffraction, current, oxygen

ABSTRACT

The development of technologies for producing high-quality materials is one of the most important tasks of modern materials science. This work is devoted to the investigation of the plasma-chemical synthesis of titanium carbide powder using an electric arc discharge that provides the generation of high-temperature plasma. Titanium oxide and carbon were used as the starting materials. The results of X-ray diffraction (XRD) analysis showed that the synthesized product contains approximately 96 wt.% of the cubic titanium carbide phase. Investigation of the powder morphology by scanning electron microscopy (SEM) revealed that the average particle size is 2.6 μm . Most particles have a rounded or oval shape, while a small number of angular particles were also observed. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) showed that the atomic and weight composition of the powder. Analysis of the images obtained in the back scattered electron (BSE) and secondary electron (SE) modes confirmed the results of the elemental analysis, while EDS mapping demonstrated a uniform distribution of titanium and carbon throughout the particles, with localized oxygen and trace amounts of aluminum.

КІРІСПЕ

Металлургия, мұнай өндеу және энергетика салаларының қарқынды дамуына байланысты агрессивті химиялық орталар жағдайында жоғары температураларда жұмыс істей алатын отқа төзімді керамикалық материалдарды қолдануға деген сұраныс артып келеді. Осындай материалдардың құрамдас бөліктерінің бірі материалға жоғары қатылық, тозуға төзімділік және төмен тығыздық қасиеттерін беретін титан карбиді болып табылады. Осыған байланысты зерттеулердің едәуір бөлігі бастапқы реагенттерді синтез процесстерінің жүруіне қажетті температураларға дейін қыздыруға негізделген титан карбидін алу әдістері мен технологияларын әзірлеуге және жетілдіруге бағытталған.

Қазіргі уақытта титан карбидін алу үшін алынатын ұнтақтың сапасын арттыруға, энергетикалық шығындарды төмендетуге және өнімдік құнын азайтуға бағытталған әр түрлі синтез әдістері қолданылады. Ең кен таралған тәсілдердің бірі өзінен-өзі таралатын жоғарғы температуралы синтез әдісі болып табылады (Kobashi M. et al. 2010, Akutagawa D. et al. 2025, Yan M. et al. 2021, Барабаш С.В. және т.б. 2020 және Pribytkov G.A. et. al., 2017). Оның артықшылығы қысқа уақыт аралығында төмен энергетикалық шығындармен өнім алуға мүмкіндік беруімен ерекшеленеді.

Титан карбидін алу технологияларының ішінде инертті газды ортада, атап айтқанда аргон атмосферасында (Kim B.S. et. al. 2007), титан оксидтерін карботермиялық

тотықсыздандыру әдісі кеңінен дамытылуда (Ren X.T. et. al. 2014). Сонымен қатар тотықсыздандырғыш ретінде сутегі химиялық элементі де қолданылады (Lv T. et. al. 2025). Процестің тиімділігін арттыруға және түзілетін бөлшектердің морфологиясын басқаруға мүмкіндік беретін электркаталитикалық әдістерді пайдалану арқылы жүзеге асырылатын карботермиялық синтез ерекше ғылыми қызығушылық тудырады (Wang H. et. al. 2016).

Титан карбидің синтездеудің келешегі зор бағыттарының бірі микро толқынды қыздыру технологиясын қолдану болып табылады (Huang K. et. al. 2013, Akutagawa D. et. al. 2025, Bo L. et. al. 2007, және Kiesler D. et. al. 2015). Бұл әдіс химиялық реакциялардың жылдам жүруін қамтамасыз етіп, материал көлемінде температураның бір келкі таралуына мүмкіндік береді. Өндіріс құнын целлюлоза өндірісінің қалдықтары мен ағаш көмірі сияқты қол жетімді материалдар кеңінен пайдаланылуда (Gotoh Y. et. al. 2001, Пак А.Я. және т.б. 2022, Гумовская А.А. және т.б. 2022). Сонымен қатар компоненттердің біркелкі таралуы мен және жоғары тазалық дәрежесі мен ерекшеленетін жоғары дисперсті титан карбиді ұнтақтарын алуға мүмкіндік беретін золь-гель әдісінде кең таралған (Biedunkiewicz A. et. al. 2013 және Simonenko P.E. et. al. 2013).

Карбид алу бағыттарының бірі әрі қарқынды дамып келе жатқан тәсілдерінің бірі қоршаған ортада электр доғалық разрядты қоздыруды пайдалану болып табылады, оның барысында доғалық плазма түзіледі. Бұл әдістің басқа синтез тәсілдерімен салыстырғандағы басты артықшылығы – реакциялық аймақта бірнеше мың градусқа дейінгі температураға қысқа уақыт ішінде қол жеткізу мүмкіндігі. Мұндай жоғары температура бастапқы компоненттер арасындағы химиялық реакциялардың қарқынды жүруін қамтамасыз етіп, титан карбидінің қысқа уақыт ішінде түзілуіне мүмкіндік береді. Сонымен қатар бұл технология қымбат вакуумдық жүйелерді қолдануды талап етпейді, процесті өнеркәсіптік ауқымға дейін масштабтау салыстырмалы түрде оңай жүзеге асырылады және әртүрлі инертті немесе реакциялық газдарды пайдалануды қажет етпейді.

Осы жұмыстың мақсаты қоршаған ортада қоздырылатын электрдоғалық разряд арқылы жүзеге асырылатын термиялық синтез негізінде ұнтақ тәрізді титан карбидін алу технологиясын әзірлеу және ғылыми тұрғыдан негіздеу болып табылады. Алынған ұнтақтың қасиеттеріне технологиялық параметрлердің әсерін бағалау мақсатында құрылымдық фазаларды анықтау үшін рентгендік-фазалық талдау жүргізу. Ұнтақ бөлшектерінің морфологиясымен өлшемдік таралуы лазерлік бөлшек өлшемдерін талдағыштың көмегімен зерттеу. Сонымен қатар, растрлық электрондық микроскопия арқылы бөлшектердің пішіні, олардың атомдық және массалық қатынасы, химиялық құрамы, сондай-ақ энергия-дисперсиялық спектроскопия (ЭДС) әдісімен химиялық элементтік құрамын анықтау.

Зерттеудің ғылыми жаңалығы титан оксиді мен көміртектен электрдоғалық әдіспен титан карбидін синтездеуде жатыр. Синтез процесінде электр доғасы реакциялық аймаққа оттегінің енуіне кедергі келтіретін қорғаныш газ қабықшасын қалыптастырады, соның нәтижесінде түзілетін титан карбидінің тотығу ықтималдығы төмендейді.

ЗЕРТТЕУ МАТЕРИАЛДАРЫ МЕН ӘДІСТЕРІ

Титан диоксидінен титан карбидін синтездеу бойынша эксперименттік зерттеулер Томск политехникалық университетінің Ұлттық зерттеулер орталығында ауа атмосферасы жағдайында жұмыс істейтін тұрақты тоқты үш фазалы электрдоғалық әдіспен титан карбиді алынып және оның технологиялық сұлбасы 1-суретте көрсетілді.

Бастапқы реагенттер ретінде R906 маркалы титан диоксиді TiO_2 ұнтағы (ITANOS, Қытай) және АРВ-У маркалы көміртек ұнтағы (Ресей) пайдаланылды. Реакциялық қоспаның жоғары біртектілігін қамтамасыз ету үшін «ВИБРОМАШ» ЖШС (Қазақстан) өндірген СВУ-

2 әмбебап вибрациялық стенді негізіндегі шарлы диірмен қолданылды. Ұнтақ компоненттері $\text{TiO}_2 = 1:20$ массалық қатынасында металл ұнтақтау ыдысына жүктелді. Механикалық араластыру процессі 1 сағат бойы жүргізілді. Гомогенизациядан кейін дайындалған қоспа ішкі графит тигельге жүктеліп, графит қақпақпен жабылды және одан кейін сыртқы тигельдің ішіне орналастырылды.



1-сурет. Электрдоғалық әдісті қолдана отырып, титан оксиді мен көміртегінен титан карбидін өндірудің технологиялық схемасы

Ескерту – авторлар құрастырған

Реакторлық қондырғы конструкциялық тұрғыдан екі негізгі функционалдық блоктан тұрды: электрмен қоректендіру жүйесі және электрдоғалық реактордың разрядтық контурын білдіретін реакторлық модуль. 2-сурет электрдоғалық разряд плазма-химиялық синтезінің технологиялық сұлбасы көрсетілген. Электрмен қоректендіру жүйесі максималды жұмыс тоғы 300 А-ге дейін жететін бір фазалы түзеткіш-инверторлы дәнекерлеу түрлендіргіштері түрінде ұсынылған үш тәуелсіз тұрақты ток көзінің негізінде жүзеге асырылды. Әрбір ток көзі кернеуі 380 В болатын үш фазалы желіден қоректендірілді. Бір фазалы 220 В кернеуді қалыптастыру үшін әрбір түрлендіргішке желінің бір фазасы мен бейтарап өткізгіш жалғанды. Мұндай қосылу сұлбасы реакторлық қондырғының жиынтық қуатын арттыруды қамтамасыз етті. Анод ретінде диаметрі 18 мм және ұзындығы 200 мм болатын графит электродтары пайдаланылды, олар қоректендіру көздерінің оң полюстеріне қосылды. Катод қызметін диаметрі 30 мм және биіктігі 30 мм болатын цилиндр пішінді графит тигель атқарды.

Бағыттаушы тіректе графит платформасы орналастырылды, оның үстіне биіктігі 55 мм және сыртқы диаметрі 50 мм болатын сыртқы графит тигель орнатылды. Тигельдің ішкі беті графит киізбен қапталғаннан кейін оның қуысына өлшемі кішірек ішкі графит тигель (биіктігі 30 мм, диаметрі 30 мм) орналастырылды, ол реакциялық қоспаны жүктеуге арналған. Синтезделетін өнімнің бөгде қоспалармен ластануын болдырмау үшін ішкі тигель графит қақпақпен герметикалық жабылды. Тигельдің үстіне жеке металл бағыттаушы шильзаларда диаметрі 18 мм және ұзындығы 200 мм болатын графит электродтар орнатылды.

Ұнтақ материалдың микроқұрылымы, бөлшектерінің пішіні және химиялық элементтік құрамы TESCANA VEGA растрлық электрондық микроскопында Xplore 30 (Oxford Instruments) энергодисперсиялық талдау детекторымен жабдықталған қондырманы пайдалану арқылы зерттелді.

НӘТИЖЕЛЕР ЖӘНЕ ОЛАРДЫ ТАЛҚЫЛАУ

Электродоғалық разрядты пайдалану арқылы жүзеге асырылатын синтез әдістемесі фазалық тоқты басқаруға және сол арқылы алынған өнімнің сипаттамаларына әсер етуге мүмкіндік береді. Бұл әрбір тұрақты тоқ көзінде орнатылған тоқ күшін өзгерту, сондай-ақ доғалық разрядтың бастапқы қоспаға әсер ету уақытын реттеу арқылы жүзеге асырылды. Доғалық разрядты тұтандыру кезінде электродтарға тұрақты тоқ кернеуі берілгенде тоқ көзінің потенциалдар айырмасы пайда болды (шамамен 64 В). Бұл, ең алдымен, іске қосу тоқтарымен және тигель ішіндегі қыздыруға жұмсалатын жылу энергиясының бөлінуімен байланысты, соның нәтижесінде жануды бастау үшін жоғары температура түзіліп, химиялық реакция қарқындалды (титан оксиді бөлшектерінің атомдарының көміртекпен жылдам қосылуы үшін). Қысқа тұйықталу режимінде графит электродтарын резистивті қыздырғаннан кейін кернеуі шамамен 35 В болатын доғалық разрядтың жану процесі басталды. Осы процесте титан карбидінің түзілу синтезі жүрді: $\text{TiO}_2 + 3 \text{C} = \text{TiC} + 2\text{CO}$.

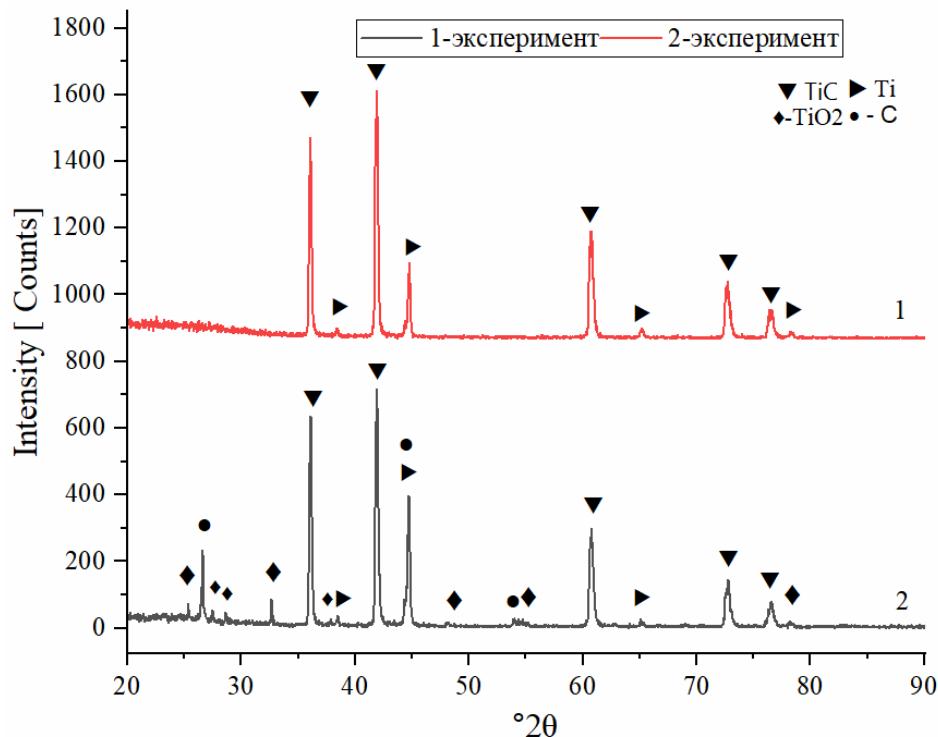
Бұл ретте доғалық разряд сөнген кезде кернеу корек көзінің бастапқы потенциалдар айырмасы мәніне дейін артады. Доғалық разряд сөнгеннен кейін кернеудің жоғары мәні өлшеу жүйесінің инерциялылығымен түсіндірілуі мүмкін. Реакциялық көлемде электр доғалық разрядтың жануы нәтижесінде жоғары температуралы аймақ қалыптасады. Оның максимумы доғаның бекіну аймағында орналасып, температурасы 10 000 К-ге дейін жетеді. Бұл кезде доғалық разрядтың тұтану аймағынан шамамен 8-10 мм қашықтыққа температура 200-3000 К-ге дейін төмендеуі мүмкін. Қарастырылып отырған жүйеде синтез процесінің температурасын дәл реттеу мүмкін емес, алайда температуралар диапазоны «титан-көміртек» күй диаграммасына сәйкес титан карбидтерінің кристалдық фазаларының түзілуі үшін жеткілікті екені белгілі.

Электрдоғалық разряд сөнгеннен кейін катодтың салқындау және жылу өрісінің теңесуі процесі басталды. Бұл тигельдің бүкіл беті бойынша температураның бір келкі таралуына (1050 °С) алып келеді және титан карбиді түріндегі жаңа фазалық құрылымның түзілуін қамтамасыз етеді. Түзілген қоспа салқындатылып, қондырғыдан алынды. Электр есептегішінің мәліметтері бойынша жұмыс циклінің толық кезеңінде, тоқ көзін іске қосқан сәттен бастап оны ажыратқанға дейін, электр энергиясының шығыны 0,3 кВт·сағат құрады.

1-кесте. Алынған өнімнің аналитикалық деректері

Анод салмағы, г		Тигелдің ішкі салмағы, г		Тигелдің сыртқы салмағы, г		Қоспаның салмағы	Өнім шығуының салмағы	Өнім шығуы %	Тоқ	Уақыт, с	Жалпы салмақ, г	
дейін	кейін	дейін	кейін	дейін	кейін						дейін	кейін
81,1	78,6	107,8	103,7	284,2	277,9	90,3	39,3	43,5	300	300	479	424
71,1	69,4	95,1	94,8	277	267,8	38,1	35,5	96	300	300	414,8	399,4

1-кестеде титан оксиді мен көміртекпен титан карбидін синтездеу үдерісінің эксперименттік параметрлері мен нәтижелері келтірілген. Синтез 300 А тоқ күшінде және үдеріс ұзақтығы 300 секунд жағдайында жүргізілді. Бірінші экспериментте алынған титан карбиді ұнтағының шығымы 43,5 %-ды құрса, екінші эксперименттің нәтижелері бойынша бастапқы реакциялық қоспаның жалпы масса шығыны 16 %-ды құрайды.



3-сурет. Алынған карбидтің XRD ренгендік дифракциялық көрінісі

Ескерту – авторлар алынған деректерді «Origin» бағдарламасының көмігімен құрастырған

3-суретте қоршаған орта жағдайында электр доғалық разрядты қолдану арқылы синтездеу әдісімен екі эксперимент барысында алынған титан карбидін зерттеу нәтижелері көрсетілген. Бірінші эксперименттің жартылай сандық талдау нәтижелері бойынша алынған өнім құрамындағы титан карбидінің мөлшері 43,5%-ды құрады. Үлгінің ренгендік дифрактограммасында титан карбиді фазасына сәйкес келетін жоғары қарқындылықтағы дифракциялық шыңдар байқалады. Сонымен қатар титан оксидіне, көміртекке және титанға сәйкес келетін әлсіз қарқындылықтағы шыңдардың болуы синтезделген өнім құрамында қалдық компоненттердің бар екендігін көрсетеді.

Екінші эксперимент нәтижелері бойынша ренгендік дифрактограмма титан карбидіне тән жоғары қарқындылықтағы шыңдар байқалды. Жартылай сандық талдау нәтижелері бойынша алынған өнім құрамындағы титан карбидінің мөлшері 96 %-ды құрайды. Бұл оның өнім құрамында басым фазалық компонент ретінде түзілгенін көрсетеді. Сонымен қатар, титанға сәйкес келетін төмен қарқындылықтағы шыңдар тіркелді. Алынған нәтижелер бірігші экспериментпен салыстырғанда екінші экспериментте титан карбидінің түзілу дәрежесінің едәуір жоғары болғанын көрсетеді.

Дифрактограммада TiC фазасына (кеңістіктік тобы Fm-3m, №225) сәйкес келетін жоғары қарқынды дифракциялық максимумдар шамамен $2\theta \approx 36^\circ, 42^\circ, 61^\circ, 72^\circ$ және 76° аймақтарында орналасқан. Олардың ішінде $2\theta \approx 42^\circ$ маңындағы шың ең жоғары интенсивтілікке ие, ал 36° маңындағы максимумда айқын көрінеді. Бұл шыңдардың болуы синтез нәтижесінде кристалдық құрылымы жақсы қалыптасқан TiC фазасының түзілгенін көрсетеді.

Сонымен қатар, $2\theta \approx 38^\circ, 45^\circ, 65^\circ$ және 78° маңында интенсивтілігі салыстырмалы түрде төмен шыңдар байқалады. Суреттегі фазалық сәйкестендіруге сәйкес олар Ti (Fm-3m, №225) фазасына жатқызылған. Бұл бастапқы титанды құрамды компоненттің белгілі бір мөлшері карбид түзілу реакциясына толық қатыспай қалғанын немесе синтезден кейін үлгі құрамында бос титанның сақталғанын көрсетуі мүмкін.

Жалпы алғанда, TiC шыңдарының Ti шыңдарына қарағанда едәуір жоғары болуы TiC зерттелген өнімнің басым кристалдық фазасы екенін көрсетеді. Дифрактограммада басқа фазаларға, соның ішінде айқын титан оксидтеріне сәйкес келетін күшті шыңдардың байқалмауы электрдоғалық синтез кезінде титан карбидінің түзілуі басым жүргенін көрсетеді.



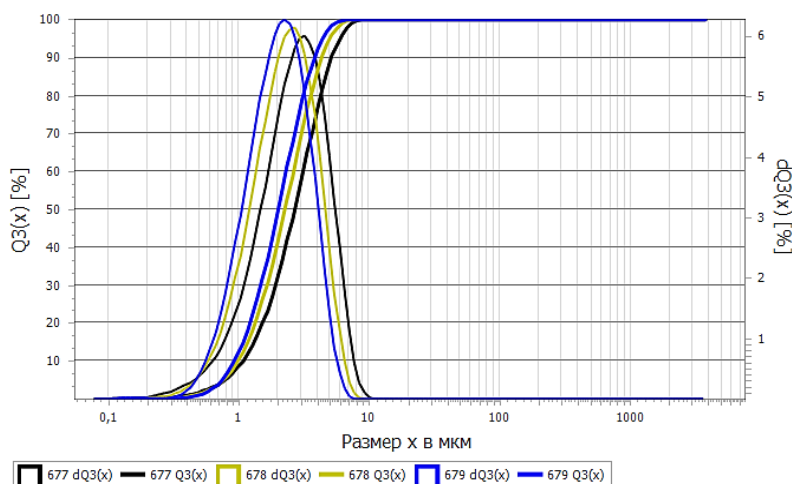
4-сурет. Титан оксиді қалдықтарының ішкі қабырғаға шөгу кезіндегі көрінісі
Ескерту – авторлармен эксперимент кезінде жасалған сурет

4-суретте электр доғалық разряд жүргізілгеннен кейін ішкі қабырғаға жабысып қалған титан оксиді бөлшектерінің қалдығы көрсетілген. Бұл қалдықтың болуы бірінші синтезден кейін реакцияның толық жүрмегенін көрсетеді. Соның нәтижесінде титан оксидінің бір бөлігі реакцияға түспей, титан карбидіне айналмаған. Мұны 1-кестенің нәтижелері растайды. Бұл өнімнің түрлену процесін оңтайландыру және соңғы өнімді неғұрлым толық алу мақсатында қайта синтез жүргізу туралы шешім қабылданды. Рентгендік-фазалық талдау нәтижелері бойынша бірінші реакциядан кейін алынған өнімнің үлесі 43 % болса, екінші синтезден кейін титан карбидінің мөлшері 96%-ға жетті.

Таңдалған разрядтық контур конфигурациясын қолдану жүктелген шикізат массасының 96 %-ына дейін жететін мақсатты өнімнің жоғары шығымын қамтамасыз етеді. Шамамен 4 % массалық шығын бастапқы реакциялық қоспадан қалдық ылғалдың жойылуымен, сондай-ақ синтез өнімдерінің бір бөлігінің графитті тигельдің қақпағы мен ішкі қабырғаларына жабысып қалуымен түсіндірілуі мүмкін.

Синтез процесі барысында электрдоғалық разрядтың әсерінен реакциялық аймақта жоғары температуралық жағдайлардың қалыптасатыны анықталды. Процестің басталуы ашық ауа ортасында жүзеге асырылғандықтан, ауадағы оттегі сыртқы графитті тигель материалымен әрекеттеседі. Графиттің тотығуы нәтижесінде көміртек тотығы (CO) мен көмір қышқыл газы (CO₂) түріндегі газ тәрізді өнімдердің түзілуімен жүретін реакциялар орын алады, бұл сыртқы тигельдің біртіндеп бұзылуымен қатар жүреді. Түзілетін CO және CO₂ газ қоспасы реакциялық аймақ маңында жергілікті газды қорғанның қалыптасуына ықпал етеді. Бұл ортаның болуы реакциялық көлемге оттегінің қол жетімділігін шектеп, тотығу процестерінің қарқындылығын төмендетеді және синтезделетін өнімнің фазалық құрамының сақталуына жағдай жасайды. Осылайша, синтез процесінде қалыптасатын

газдық атмосфера қорғаныш қызметін атқарып, соңғы материалда қажетсіз оксидтік фазалардың түзілуіне кедергі келтіреді.

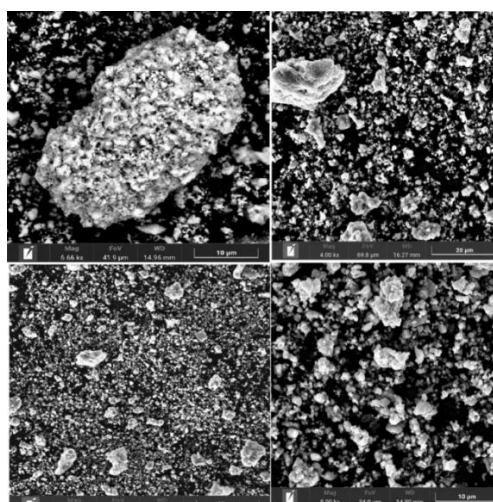


5-сурет. Карбид титаны ұнтақ бөлшектерінің орташа өлшемі

Ескерту – авторлар алған деректерді «MaScontrol» бағдарламасының көмегімен құрастырған

Fritch Analyzer 8 бөлшектердің лазерлік анализаторының көмегімен жүргізілген ұнтақтың гранулометриялық талдау нәтижелері (5-сурет) бөлшектердің орташа өлшемі 2,558 мкм екенін көрсетті. Бөлшектердің өлшемдері бойынша таралуын талдау өлшемі 1 мкм-ден кіші ұсақ дисперсті фракцияның да, өлшемі 10 мкм-ге дейін жететін ірі агрегацияланған бөлшектердің де бар екенін көрсетті.

Алынған деректер ұнтақтың микрометрлік диапазондағы бөлшектер басым болатын полидисперсті сипатқа ие екенін көрсетеді. Өлшемдердің кең таралуы материалдың технологиялық қасиеттеріне, соның ішінде аққыштығына, престоу кезіндегі тығыздалғыштығына және күйе жентектеу процестерінің жүру ерекшеліктеріне әсер етуі мүмкін. Сонымен қатар, агрегаттардың болуы синтез процесі немесе өнімді кейінгі салқындату барысында бастапқы бөлшектердің бірігуі мүмкін екенін көрсетеді.



6-сурет. Алынған карбид ұнтағының беттік микробөлшектер пішіні

Ескерту – авторлар алынған деректерді растрлық электрондық микроскоп көмегімен құрастырған

6-суретте синтезделген титан карбидінің морфологиясын сканерлеуші электрондық микроскопия СЭМ әдісімен зерттеу нәтижелері көрсетілген. Микро құрылымдық талдау бөлшектердің негізінен дөңгелектенген қырлары мен тегістелген беті бар бір текті емес пішінмен сипатталатынын көрсетті. $\times 10\,000$ есе үлкейту кезінде үлпек тәрізді, дөңгелек және пластинка тәрізді морфологияға ие ұсақ дисперсті бөлшектер анық байқалады.

Анықталған құрылымдық ерекшеліктер жоғары температуралы синтез жағдайында алынған карбидті материалдарға тән. Бақыланған бөлшектер морфологиясы электрдоғалық ситез барысында кристалдардың түзілуі, өсуі және агломерациясы процестерінің ерекшеліктерімен түсіндірілуі мүмкін. Алынған нәтижелер титан карбиді ұнтақтарына тән жақсы дамыған микроқұрылымның қалыптасқанын көрсетеді.

2-кесте. Карбид титаны ұнтағының салмағы (%)

Спектрлер	C (көміртегі)	O ₂ (оттегі)	Al (алюминий)	Ti (титан)	%
8	38,19	4,58	0,71	56,52	100
9	83,12	3,11	0,9	12,87	100
10	25,77	5,04	9,56	59,62	100
11	24,44	1,25	0,11	74,2	100
12	27,85	4,37	0,13	67,65	100
13	8,95	0	0,08	90,97	100
14	18,71	2,17	0	79,13	100
15	30,03	0	0,1	69,87	100
16	32,13	5,14	0,12	62,62	100
барлығы	32,23	2,8	1,3	63,71	100

Энергодисперсиялық рентгендік дисперсиялық талдау (EDS) нәтижелері бойынша, электрондық микроскопта жүргізілген және 2-кестеде көрсетілген мәліметтерге сәкес, электродоғалық әдіспен қоршаған орта жағдайында синтезделген титан карбидінің салмақтық құрамы титанның басым мөлшерімен сипатталады – 56 %. Сонымен қатар үлгі құрамында көміртектің едәуір мөлшері анықталды – 41 %. Бұдан басқа, құрамында 6 % оттегі және 1 % алюминий бар екені анықталды.

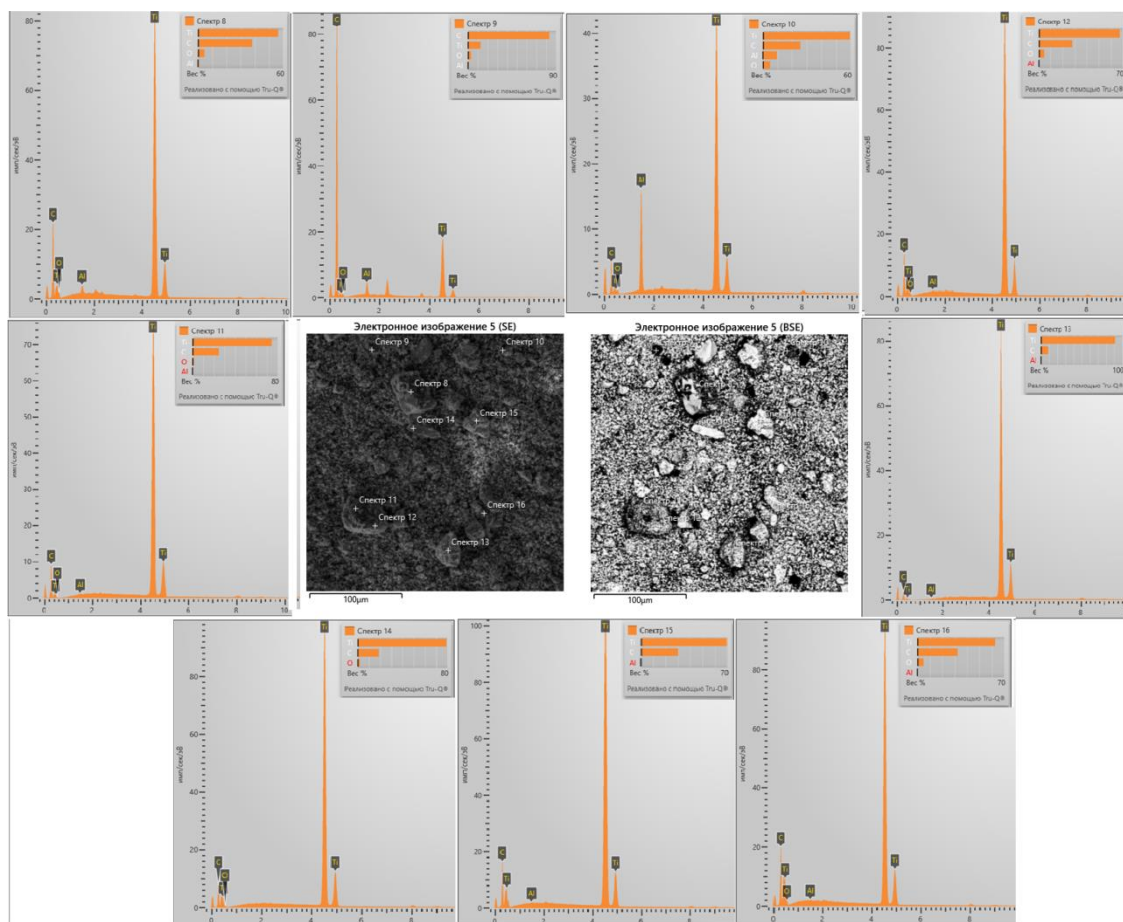
3-кесте. Карбид титаны ұнтағының атомдық қатынасы

Спектрлер	C (көміртегі)	O ₂ (оттегі)	Al (алюминий)	Ti (титан)	%
8	68,06	6,12	0,57	25,25	100
9	93,31	2,62	0,45	3,62	100
10	52,85	7,76	8,73	30,66	100
11	55,51	2,12	0,11	42,25	100
12	57,84	6,81	0,12	35,23	100
13	28,15	0	0,11	71,74	100
14	46,56	4,05	0	49,39	100
15	63,1	0	0,09	36,81	100
16	62,08	7,46	0,1	30,35	100
барлығы	58,62	4,1	1,14	36,14	100

3-кестеде көрсетілген атомдық үлестерге қайта есептегенде элементтердің мөлшері келесідей болды: көміртек – 52 %, титан – 41 %, оттегі – 6 % және алюминий – 1 %.

Жүйе элементтерінің массалық үлесінің тұрақты тоқпен жұмыс істейтін доғалық реакторлардың құрылысы мен жұмыс істеу принципі мен түсіндіруге болады. Электрдоғалық разряд берілген кезде жану процесі басталып, температура күрт жоғарылайды (доға бағанасында температура 12 000 °C-қа дейін жетеді). Содан кейін реакциялық қоспаның жануы жүреді. Бұл жағдайда жылу және масса алмасу процестері жүзеге асып, жаңа өнім түзіледі. Тұрақты тоқ көзіндегі электр доғалық разряд әсерінен заттың анодтан катодқа тасымалдануы орын алады. Нәтижесінде графитті өзектер біртіндеп бұзылып, реакция уақыты мен тоқ күшінің артуына байланысты графит қақпағында дипозиттердің (тұнбалардың) қалыптасуы жүреді.

Тәжірибелер нәтижесінде доғалық разрядтың жану процесі кезінде сыртқы графитті тигельдің массасы азаятыны, ал ішкі тигельдің массасы іс жүзінде өзгерісіз қалатыны анықталды. Бұл құбылыс электрдоғалық разряд әсерінен өте жоғары температураның түзілуі мен түсіндіріледі. Жоғары температура жағдайында сыртқы графитті тигельдің материалы қарқынды түрде шығындылып, реакцияға қатысады немесе буланады, ал ішкі тигельдің массасы айтарлықтай өзгеріске ұшырамайды.

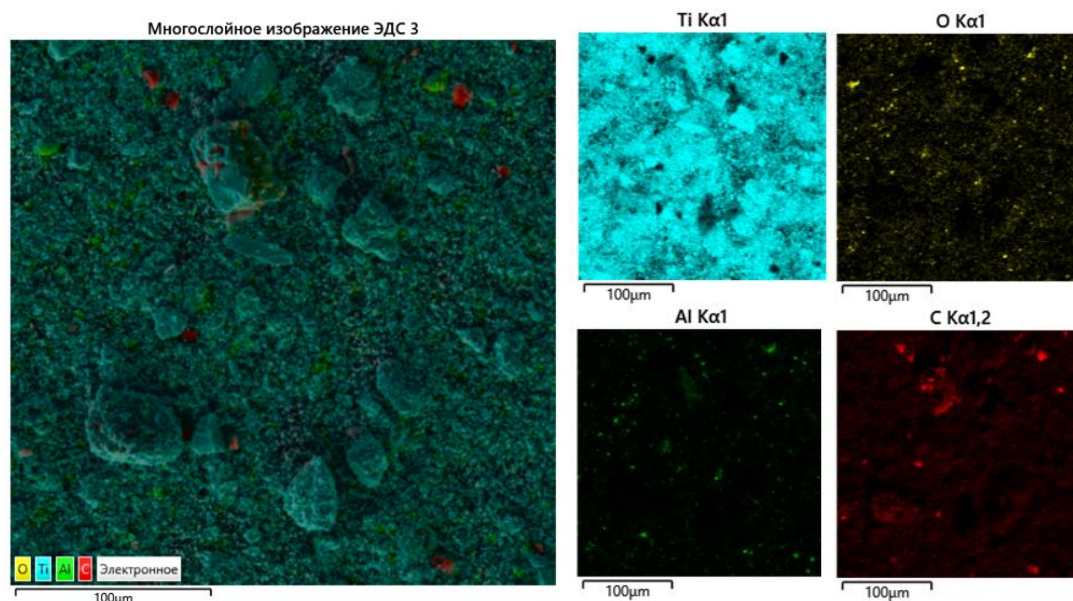


7-сурет. Нүктелік спектрлер бойынша элементтердің масалық қатынастары
Ескерту – авторлар алынған деректерді растрлық электрондық микроскоп көмігімен құрастырған

Осыны растау ретінде 7-суретте көрсетілген элементтердің массалық қатынастарының спектрлік талдау нәтижелерінің электрондық кескіні ұсынылған. Алынған деректер синтез нәтижесінде алынған титан карбиді ұнтағының құрамында титан

мен көміртектің басым екенін көрсетеді. Бұл элементтердің жоғары мөлшері тәжірибелер барысында реакцияның тиімді өткенін және титан карбидінің түзілуіне тән синтез процесінің жүзеге асқанын дәлелдейді.

Титанмен салыстырғанда көміртектің атомдық үлесінің жоғары болуы элементтердің атомдық массаларының айырмашылығы мен түсіндіріледі және рентгендік дифрактограммада (3-сурет) байқалған карбидтік фазаның бар екендігін қосымша растайды. Ұнтақ құрылымында анықталған оттегінің болуы синтез процесінің қоршаған орта жағдайында жүргізілуіне байланысты оксидтік қосылыстардың ауа құрамындағы оттегі мен әрекеттесуі нәтижесінде орыналған болуы ықтимал. Ал алюминийдің аз мөлшерде анықталуы титан оксиді құрамындағы бөгде қоспалардың болуымен байланысты болуы мүмкін.



8-сурет. Карбид ұнтағының элементтік ЭДС-қарталау нәтижелері

Ескерту – авторлар алынған деректерді растрлық электрондық микроскоп көмігімен құрастырған

Зерттелген титан карбиді ұнтағының ЭДС-қарталау нәтижелері, құрамында титан, көміртек, оттегі және алюминий элементтерінің бар екенін көрсетті (8-сурет). Элементтердің таралу карталары титан мен көміртектің салыстырмалы түрде бір келкі таралғанын анықтады, Бұл рентгендік дифрактограммада анықталған негізгі фазаның бар екенін растайды. Оттегі аз мөлшерде анықталды және оның болуы синтез реакциясы барысында түзілген оксидтік қосылыстармен байланысты болуы ықтимал. Алюминийде төмен концентрацияда кездеседі және материал құрылымында жергілікті түрде таралған. Алынған ЭДС-қарталау нәтижелері сандық энергодисперсиялық талдау деректерімен сәйкес келеді және зерттелген ұнтақ құрамында титан мен көміртектің басым екенін растайды.

ҚОРЫТЫНДЫ

Осы жұмыста жоғары температуралы плазманың түзілуін қамтамасыз ететін электродалық разрядты пайдалану арқылы титан карбиді ұнтағын синтездеу процесін эксперименттік зерттеу нәтижелері ұсынылған. Ұсынылған техникалық шешім титан карбидінің тиімді плазмохимиялық синтезін жүзеге асыруға және фазалық тазалығы

жоғары өнім алуға мүмкіндік берді. Рентгендік фазалық талдау нәтижелері бойынша синтездің негізгі өнімі құрамының шамамен 96 масс % құрайтын титан карбидінің (TiC) кубтық фазасы екені анықталды. Жанама фазалардың аз мөлшерде болуы тотықсыздану реакциясының толық аяқталмауымен немесе материалдың салқындау процесі кезінде екінші реттік тотығуымен байланысты болуы мүмкін. Ұнтақтың морфологиясын сканерлеуші электрондық микроскопия әдісімен зерттеу бөлшектердің орташа өлшемі 2,6 мкм екенін көрсетті. Бөлшектердің басым көпшілігі дөңгелек немесе сопақша пішінді, бұл жоғары температуралы плазмада материалдың ішінара балқып, кейінен кристалданғанын көрсетеді. Сонымен қатар, бұрышты пішінді бөлшектердің аз мөлшері байқалады. Олардың түзілуі бастапқы шихтаның толық балқымауымен немесе салқындау кезінде агломераттардың бұзылуымен байланыста болуы ықтимал. Энергия-дисперсиялық рентгендік спектралдық талдау (EDS) синтезделген ұнтақтың атомдық құрамы : титан – 56 ат.%, көміртегі – 41 ат.%, оттегі – 6 ат.% және алюминий – 1 ат.% екенін көрсетті. Ұнтақ құрамындағы оттегінің болуы синтез және кейінгі салқындау барысында бөлшектер бетінің қоршаған атмосферамен әрекеттесуі нәтижесінде ішінара тотығуымен түсіндіріледі. Алюминийдің болмашы мөлшерде кездесуі, ықтимал, реакциялық қондырғының конструкциялық элементтерінен немесе бастапқы компоненттерден материалдың ластануына байланысты. Кері шашыраған электрондар (BSE) және екінші реттік электрондар (SE) режимдерінде алынған кескіндерді талдау элементтік талдау нәтижелерін растайды. Бөлшектер беті бойынша химиялық элементтердің таралуы жеткілікті дәрежеде біркелкі, бұл синтез реакциясының тиімді өткенін көрсетеді. Элементтердің таралу карталары (EDS mapping) бөлшектер құрылымында титан мен көміртектің басым екенін, сондай-ақ оттегінің жергілікті және алюминийдің іздік мөлшерде кездесетінін көрсетті.

МҮДДЕЛЕР ҚАЙШЫЛЫҒЫ: Авторлар мүдделер қайшылығы жоқ екенін мәлімдейді.

ҚАРЖЫЛАНДЫРУ: «Бұл мақала «Табиғи минералдар мен керамикалық металдарды қосып өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез әдісімен жаңа композиттік материалдарды алу» AP25795521 тақырыбы бойынша Ғылым және жоғары білім министрлігінің ғылыми зерттеулерге арналған гранттық қаржыландыру жобасы аясында дайындалды».

ИНСТИТУЦИОНАЛДЫҚ ЭТИКА КОМИТЕТІНІҢ ҚОРЫТЫНДЫСЫ: Бұл зерттеу үшін Институционалдық этика комитетінің мақұлдауы талап етілмеді.

ЕРІКТІ КЕЛІСІМ ТУРАЛЫ МӘЛІМДЕМЕ: Барлық қатысушылардан зерттеуге дейін жазбаша ерікті келісім алынды.

ДЕРЕКТЕРДІҢ ҚОЛ ЖЕТІМДІЛІГІ ТУРАЛЫ МӘЛІМДЕМЕ: Осы техникалық зерттеудің нәтижелерін растайтын деректерді негізделген сұраныс бойынша жауапты автордан алуға болады. Зерттеу барысында пайдаланылған барлық материалдар. Оның ішінде есептеу нәтижелері, модельдер және модельдеудің бастапқы параметрлері алынған нәтижелердің дұстығын тексеру мен оларды қайта жаңғыртуға қажетті көлемде танысу үшін қол жетімді.

ЖАСАНДЫ ИНТЕЛЛЕКТ ТЕХНОЛОГИЯЛАРЫН ПАЙДАЛАНУ ТУРАЛЫ ХАБАРЛАМА: «Ғылыми мақаланың авторлары ғылыми мақаланы дайындау барысында жасанды интеллект (ЖИ) құралдарын (мәтінді жазуға көмек көрсету, редакциялау, фактілерді тексеру, деректерді талдау және т.б.) пайдаланған жоқ.»

Ғылыми мақаланың авторлары ғылыми мақаланы дайындау барысында жасанда интеллект (ЖИ) құралдарын (мәтінді жазуға көмек көрсету, редакциялау, фактілерді тексеру, деректерді талдау және т.б.) пайдаланған жоқ.

ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

- Akutagawa, D., Sato, T., Tokunaga, T., & Kobayashi, K. (2025). Rapid titanium carbide synthesis from titanium and graphite powders via ultrafast high-temperature sintering. *Materials Letters*, 398, 138890. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2025.138890>
- Biedunkiewicz, A., Figiel, P., Krawczyk, M. B., & Polrolniczak, U. G. (2013). Simultaneous synthesis of molybdenum carbides and titanium carbides by sol-gel method. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 113(1). <https://doi.org/10.1007/10973-013-3176-2>
- Bo, L., Lishan, C., Yanjun, Zh., & Chunming, X. (2007). Synthesis of TiC powder by mechanical alloying of titanium and asphalt. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 15(1), 138–140.
- Gotoh, Y., Fujimura, K., Koike, M., & Ohkoshi, Y. (2001). Synthesis of titanium carbide from a composite of TiO₂ nanoparticles/methyl cellulose by carbothermal reduction. *Materials Research Bulletin*. [https://doi.org/10.1016/S0025-5408\(01\)00713-9](https://doi.org/10.1016/S0025-5408(01)00713-9)
- Huang, K., Li, Y. F., & Xing, Y. Ch. (2013). Carbothermal synthesis of titanium oxycarbide as electrocatalyst support. *Journal of Materials Research*. <https://doi.org/10.1007/s11663-007-9117-3>
- Kiesler, D., & Bastuck, Th. (2015). Plasma synthesis of titanium nitride, carbide and carbonitride nanoparticles by means of reactive anodic arc evaporation from solid titanium. *Journal of Nanoparticle Research*. <https://doi.org/10.1007/s11051-015-2967-8>
- Kim, B. S., Woo, Y. C., & Kim, D. J. (2007). Synthesis of ultrafine TiC powders by carbothermal reduction. *Materials Science Forum*, 534–536, 141. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.534-536.141>
- Kobashi, M., Ichioka, D., & Kanetake, N. (2010). Combustion synthesis of porous TiC/Ti composite by a self-propagating mode. *Materials*. <https://doi.org/10.3390/ma3073939>
- Lv, T., Hu, T., & Tian, F. (2025). Hydrogen-enhanced carbothermal reduction for the synthesis of TiC from TiO₂. *Journal of Alloys and Compounds*, 1039, 183002. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.183002>
- Pribytkov, G. A., Korzhova, V., Baranovskiy, A., & Krinitcyn, M. (2017). Phase composition and structure of TiC-HSS steel binder produced by SHS method. *Metallurgy and Functional Coatings*. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2017-2-64-71>
- Ren, X. T., Liu, Y. Ch., Chen, Sh. H., Hou, L. G., Wang, G. L., & Teng, Y. Ch. (2014). The synthesis of TiC powders by carbothermal reduction method in vacuum. *Advanced Materials Research*, 1064, 62–65. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1064.62>
- Simonenko, P. E., Simonenko, N. P., Derbenev, A. V., & Nikolaev, V. (2013). Synthesis of nanocrystalline silicon carbide using the sol-gel technique. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 58(10), 1143–1151. <https://doi.org/S0036023613100215>
- Wang, H., Zhu, W. Ch., Liu, Y., Zeng, L., & Sun, L. (2016). Microwave-assisted green synthesis of TiC powders. *Materials*, 9(11), 904. <https://doi.org/10.3390/ma9110904>
- Yan, M., Xiong, Q., Huang, J., Hou, H., Zhang, L., Li, X., & Feng, Zh. (2021). Molten salt synthesis of titanium carbide using different carbon sources as templates. *Ceramics International*, 47(12), 17589–17596. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.03.077>
- Барабаш, С. В., Латухин, Е. И., & Умеров, Э. Р. (2020). Влияние фракционного состава СВС-шихты на структуру TiC. *Современные материалы, техника и технологии*, 5(32). <https://doi.org/10.47581/2020/30.10.2020/SMTT/32.5.002> // Barabash, S. V., Latukhin, E. I., & Umerov, E. R. (2020). Vliyanie fraktsionnogo sostava SVS-shikhty na strukturu TiC [Influence of the fractional composition of SHS charge on the TiC structure]. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii*, 5(32). <https://doi.org/10.47581/2020/30.10.2020/SMTT/32.5.002> (In Russ.)
- Гумовская, А. А., Поваляев, П. В., Калтаев, А. Ж., & Ларионов, К. Б. (2022). Синтез карбидов и оксикарбидов титана в атмосферной плазме дугового разряда с использованием

органических источников углерода. Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований, 7. <https://doi.org/10.17513/mjpf.13412> // Gumovskaya, A. A., Povalyaev, P. V., Kaltaev, A. Zh., & Larionov, K. B. (2022). Sintez karbidov i oksikarbidov titana v atmosfernoй plazme dugovogo razryada s ispol'zovaniem organicheskikh istochnikov ugleroda [Synthesis of titanium carbides and oxycarbides in atmospheric arc-discharge plasma using organic carbon sources]. Mezhdunarodnyy zhurnal prikladnykh i fundamental'nykh issledovaniy, 7. <https://doi.org/10.17513/mjpf.13412> (In Russ.)

Пак, А. Я., Гумовская, А. А., Янковский, С. А., & Ларионов, К. Б. (2022). Электродуговой синтез биоморфного карбида титана из древесных опилок. Химия твердого топлива, 3, 48–54. <https://doi.org/10.31857/S0023117722030069> // Pak, A. Ya., Gumovskaya, A. A., Yankovskiy, S. A., & Larionov, K. B. (2022). Elektrodugovoy sintez biomorfnoгo karbida titana iz drevesnykh opilok [Electric-arc synthesis of biomorphic titanium carbide from wood sawdust]. Khimiya tverdogo topliva, 3, 48–54. <https://doi.org/10.31857/S0023117722030069> (In Russ.)

Авторлар туралы мәліметтер
Информация об авторах
Information about authors



Канапинов Медет Серикович – PhD докторы, Саулет құрылыс және энергетика мектебінің аға оқытушысы, Д. Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университеті, Өскемен қ., Қазақстан
Канапинов Медет Серикович – доктор PhD, старший преподаватель школы архитектуры строительства и энергетики, Восточно-Казахстанского технического университета им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, Казахстан

Kanapinov Medet Serikovich – doctor PhD, senior lecturer at the school of architecture construction and energy East Kazakhstan Technical University named after D. Serikbaev, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan,
e-mail: kanapinovmedet6@gmail.com,
ORCID: <https://orcid.org/0009-0002-6249-2373>,



Пак Александр Яковлевич – техника ғылымдарының докторы, профессоры, Ұлттық зерттеу Томск политехникалық университетінің энергетика саласының перспективалы материалдары зертханасының меңгерушісі, Томск қ., Ресей.

Пак Александр Яковлевич – доктор технических наук, профессор, руководитель лаборатории перспективных материалов энергетической отрасли, Национального исследовательского Томского политехнического университета, г. Томск, Россия

Pak Aleksandr Yakovlevich – Doctor of Technical Sciences, professor, head of laboratory of advanced energy materials, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia.
e-mail: ayapak@tpu.ru,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8447-1309>,



Ескермесова Ардақ Серікқанқызы – Д. Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университетін «Машинажасау» мамандығының докторанты, Өскемен қаласы, Қазақстан

Ескермесова Ардақ Серікқанқызы – докторант по специальности «Машиностроение», Восточно-Казakhstanского технического университета им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, Казахстан

Yeskermessova Ardak Serikkankyzy – PhD doctoral student in Mechanical engineering, East Kazakhstan Technical University named after D. Serikbaev, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan

e-mail: ardakeskermesova@gmail.com,

ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-8454-3615>,



Кусайнов Арыстанбек Ерланович – Д. Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университетін «Техникалық физика» мамандығының докторанты, Өскемен қ., Қазақстан

Кусайнов Арыстанбек Ерланович – докторант по специальности «Техническая физика», Восточно-Казakhstanского технического университета им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, Казахстан

Arystanbek Kussainov – PhD doctoral student in Technical Physics, East Kazakhstan Technical University named after D. Serikbaev, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan,

e-mail: arys20055@gmail.com,

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4623-4681>,



Ерболат Диас Досымұлы – Д. Серікбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университеті “Veritas” артықшылық орталығының инженер-зерттеушісі, Өскемен қаласы, Қазақстан

Ерболат Диас Досымұлы – инженер-исследователь ЦП “Veritas” Восточно-Казakhstanского технического университета им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, Казахстан

Yerbolat Dias Dossymuly – Research Engineer at the “Veritas” Center of Excellence, D. Serikbayev East Kazakhstan Technical University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan.

e-mail: dyerbolat@edu.ektu.kz

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2072-4212>