

Технологические особенности плавки комплексных силицидов

Студенты гр.10405119 Раков И.Г., Хорольский П.Д., Федорович Д.С.
Научный руководитель – Шейнерт В.А. А.Г.Слуцкий
Белорусский национальный технический университет
г. Минск

Применительно к технологии изготовления катодов-мишеней для установок ионно-плазменного нанесения покрытий и на основании ранее выполненных исследований разработаны основные практические принципы, включающие: металлургические, литейные, деформационные и термические процессы [1-2].

В основу металлургических принципов положен подбор химического состава сплава на основании анализа диаграмм состояния двухкомпонентных и многокомпонентных металлических систем. Для покрытий с высокой износостойкостью, прочностью, тепло- и жаростойкостью, коррозионной устойчивостью выбраны композиции из титана, никеля, хрома и их силицидов.

Примером может служить процесс получения литого комплексного силицида, содержащего: 50 % титана, 20 % никеля, 30 % кремния, состав которого выбран на основании анализа диаграмм состояния соответствующих систем. Установлено, что реакции образования силицидов титана сильно экзотермические, так же у данного состава высоки теплоты растворения элементов друг в друге.

Экспериментальные работы, проведенные на высокоскоростной плавильной установке, позволили получить полностью жидкофазный гомогенный сплав, из которого при охлаждении выделялись вначале кристаллы Ti_5Si_3 , а затем закристаллизовалась матрица в виде эвтектики из твердого раствора кремния в никеле и низшего силицида никеля [3]. Конечная структура такого сплава состоит из матрицы сравнительно мягких никелевых фаз с вкраплениями твердого силицида титана.

Из описанного принципа вытекает, что порядок плавки, время и темп ввода компонентов имеет большое, часто решающее значение для проведения синтеза тугоплавкого силицида. Никель допускает скоростную плавку в любых атмосферах, в том числе воздушной, и начинать синтез с получения исходного никелевого расплава технологически просто, однако требуемый высокий перегрев приводит к значительному газопоглощению. С этой точки зрения, кремний более выгоден как основа исходного расплава, так как его взаимодействие с газами минимально, удельный вес мал, что позволяет иметь большой объем исходного расплава, даже при низких концентрациях кремния в формуле силицидов, к тому же возможно применение графитового тигля без риска загрязнения сплава углеродом. По отношению к кислороду он является сильным раскислителем, что устраняет необходимость промежуточного раскисления. Кремний не растворяет в себе углерод, что позволяет проводить синтез силицидов с разогревом реагирующей смеси до очень высоких температур.

Важным аспектом при формировании конечной структуры комплексного силицида является литейная технология получения слитка. Например, формирование и кристаллизация слитка в поле центробежных сил может быть реализована заливкой расплава во вращающийся кристаллизатор, что обеспечивает формирование плотной мелкокристаллической структуры. Хорошие результаты получены при изготовлении слитков комплексного силицида в металлический кокиль. Благодаря своей технической простоте данный способ литья в составной кокиль с прибыльной надставкой возможно рассматривать как наиболее технологичный.

На основании вышеизложенного и применительно к комплексному силициду титан-

никель-кремний предложена следующая схема синтеза : реактор -графитовый тигель, газовая атмосфера - нейтральная (аргон), первая стадия -получение расплава кремния и его перегрев до 1900 К, вторая стадия – подогрев никеля и титана в пластинах толщиной 0,003-0,005 м до 700 К, третья стадия – последовательный непрерывный ввод никеля затем титана в исходный расплав кремния одновременно с максимальным подводом энергии извне до достижения температуры 2500 К (оптическая пирометрия), четвёртая стадия – по достижении температурного максимума перемешивание полученного расплава при выпуске и охлаждение со скоростной кристаллизацией (закалка из жидкого состояния) Конечной целью данного литейного процесса является получение слитка комплексного силицида с плотной, однородной, термонапряжённой структурой, который легко поддается процессу дробления и измельчения с целью последующей обработки деформационными методами.

Лабораторные методики, основанные на металлургических принципах проведения синтеза, прошли экспериментальное апробирование в процессе плавки комплексного силицида. В качестве плавильного агрегата использовали инвертор электрической мощностью 30 кВт и частой генерации в диапазоне 8-50 кГц, позволяющий развивать удельную тепловую мощность в садке до 250 Дж·с/см³. Это обеспечивает скоростное расплавление исходных материалов, что крайне необходимо для синтеза силицидов (фото 1а.).



а)



б)

Фото 1. Инверторная плавильная установка (а) и тигель (б)

Для обеспечения вложения в садку столь высокой мощности использован электродный графит, из которого был изготовлен плавильный тигель с огнеупорной теплоизоляцией на основе карбида кремния, способной работать при температурах до 2500 К минимально необходимое время. Толщину огнеупорной теплоизоляции выбрали из расчёта падения температуры по сечению до 1300-1500 К на внешней поверхности. Для дальнейшего сокращения теплового потока потерь в наружном слое плавильного реактора использовали высокоэффективную среднетемпературную диэлектрическую теплоизоляцию в виде мулитовой ваты с предельной рабочей температурой 1500 К (фото 1 б). Такая теплоизоляция обеспечила минимум тепловых потерь.

Литейные технологические принципы, использованные в разработке, позволили решить серьезную проблему, которой явился процесс разлива жидкого силицида из плавильного тигля в литейную форму. Эту операцию необходимо проводить в кратчайшее время, учитывая высокую скорость снижения температуры с уровня 2500 К. Оптимальная форма слитка для дальнейшей обработки деформационными методами, в частности операциями дробления, это как можно более тонкая протяжённая пластина, к тому же, отвечающая принципу скоростной кристаллизации (закалка из жидкого состояния) для обеспечения изоморфной макро- и микроструктуры.

Такие требования вытекают из необходимости последующего дробления слитка до мелких фракций частиц (менее 10-4 м) при минимизации выкрошивания отдельных фаз и облегчения процесса измельчения за счёт высоких внутренних напряжений в слитке. Высокую скорость теплосъёма от расплава может обеспечить металлическая форма, технология которой разработана достаточно хорошо и не вызывает затруднения. Затруднения вызывает

заполнение такой формы высокотемпературным расплавом. Для практической реализации был использован способ с использованием смыкающегося кокиля. При температурах разлива силицидных сплавов, не смотря на их пониженную теплопроводность развивается огромный температурный перепад между поверхностью расплава и стенкой формы, что может привести к горячей диффузионной сварке в зоне контакта или подплавлению пограничного слоя, поэтому применение теплоизолирующих покрытий рабочих поверхностей кокиля желательна (Фото 3.).

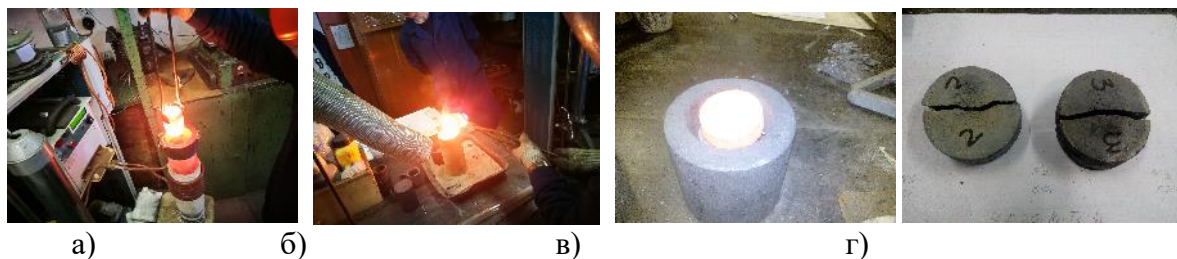


Фото 3. Технология получения слитка комплексного силицида

а - процесс плавки; б – процесс заливки литейной формы; в – процесс термостатирования слитка; г-готовые слитки.

В лабораторных условиях отработан процесс плавки комплексного силицида, содержащего титан и никель и получены быстроохлажденные слитки. Дальнейшее их дробление и размол позволили получить порошок требуемого фракционного состава для последующего использования при изготовлении катодов-мишеней методом прессования.

Таким образом в результате выполненных исследований экспериментально апробирован способ получения порошка из комплексного силицида с использованием литейной технологии.

Список использованных источников

1. Иванов И.А., Слуцкий А.Г., Шейнерт В.А. Технологические принципы изготовления катодов-мишеней из комплексных силицидов для вакуумных ионно-плазменных источников Международная научная и научно-техническая конференция «Ресурсо- и энергосберегающие инновационные технологии в литейном производстве» 23-24 марта, 2022, Ташкент, – с. 18-20.

2. Иванов И.А., Слуцкий А.Г., Шейнерт В.А. Иванов А.И., Белый А.Н. Изготовление катодов-мишеней из композиционных силицидов для нанесения защитных покрытий с применением литейно-деформационной технологии журнал «Литье и металлургия» 2021г., № 2 – с. 68-75.

3. Иванов И.А., Слуцкий А.Г., Шейнерт В.А., Белый А.Н., Бежок А.П., Костюченко Ю.А., Ковалевич Э.В. Совершенствование процесса получения катодов-мишеней из комплексных силицидов для вакуумных ионно-плазменных источников сб. Металлургия. №41 2020 г. часть 2 – с. 1-15.