

Технологические особенности процесса изготовления заготовок катодов-мишеней из титаносодержащего сплава, полученного металлургической технологией

Студенты гр. 10505221 - Татарлы Д.Д., гр. 10403122 Пугацевич М.В.

гр. 10405222 Демидчук Н.В., Морская Е.А.,

Научные руководители – Шейнерт В.А., Слуцкий А.Г.

Белорусский национальный технический университет

г. Минск

В результате ранее выполненных исследований [1] апробированы варианты получения слитков из титаносодержащего сплава, включая индукционную плавку в том числе вакуумную и СВЧ процесс. Установлено, что вакуумная плавка существенно улучшает качественные характеристики получаемых слитков за счет более плотной и однородной макроструктуры, легко поддающихся процессу дробления и размола. Ниже приведены результаты экспериментальных исследований процесса получения заготовки катода мишени методом горячего статического прессования порошка из сплава на основе титана.

В лабораторных условиях с использованием вакуумной плавки были получены образцы слитков с использованием чистых металлических шихтовых материалов и выполнен их химический анализ. Это позволило обеспечить высокий (97%) металлургический выход и получить однородную макроструктуру слитка (рисунок 1а). Установлено, что полученный сплав содержит титан – 50,48 %, кремний – 19,94 %, никель – 29,56 %).

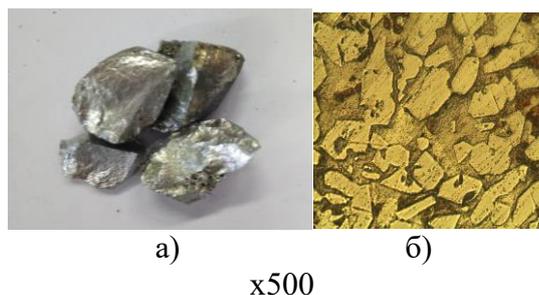


Рисунок 1 - Общий вид (а) и микроструктура (б) слитка титаносодержащего сплава x500

Микроструктура сплава состоит из равномерно распределенных мелких включений фаз, имеющих различную микротвердость (рисунок 1 б). При этом разброс значений для темных и светлых фаз в поле шлифа составил от 515 до 1220 МПА.

В дальнейшем полученные слитки титаносодержащего сплава подвергались дроблению и размолу по методике, описанной в работе [2].

Установлено, что плотность прессовок комплексного силицида составляла 80-85% от фактической плотности литой заготовки, что связано с плохой текучестью порошка при полном отсутствии пластических свойств. Одним из вариантов решения данной задачи является применение специально подобранного фракционного состава порошка для прессования, обеспечивающую наиболее плотную упаковку частиц полученной заготовки.

Для того, чтобы достичь плотности упаковки 0,95 была разработана 3D модель, позволяющая вычислить необходимое количество и размеры шаров второго, третьего и четвертого порядков требуемое для заполнения пустот между шарами первого базового уровня. В результате ранее выполненных расчетов был получен оптимальный теоретический фракционный состав применительно к порошку комплексного силицида [3]. Исходя из наличия доступных сит, рекомендуемый фракционный состав порошковой смеси и титаносодержащего сплава для получения прессованных заготовок катодов был следующий:– фракция 0,63–0,5мм – 87 %, 0,25–0,20мм – 6,2 %, 0,16–0,10мм – 1,3 %, 0,10–0,08мм – 5,5 %. Это в сумме составляет 85,2 % от общего объема прессовки с абсолютной плотностью. Оставшийся свободный объем 14,8 %

решено было заменить микропорошком с размером частиц менее 10 мкм, полученном размолотом фракций 0,25–0,10 мм на планетарной мельнице.

Технология измельчения включала две стадии. На первой-производилось грубое дробление слитков в ударной ступе до фракции менее 3 мм (рисунок 2 а). На второй стадии производился помол в шаровой мельнице типа «пьяная бочка» объемом 4 дм³ (рисунок 2б). Для помола использовались шары из стали ШХ15 твердостью не менее 62 НРС. Коэффициент заполнения мельницы материалом и шарами составлял 0,6. Для увеличения эффективности размола были подобраны три размерные группы шаров соответственно: диаметром 40мм-30% от объема загрузки, диаметром 15-20мм -50%, диаметром 8мм-20%.

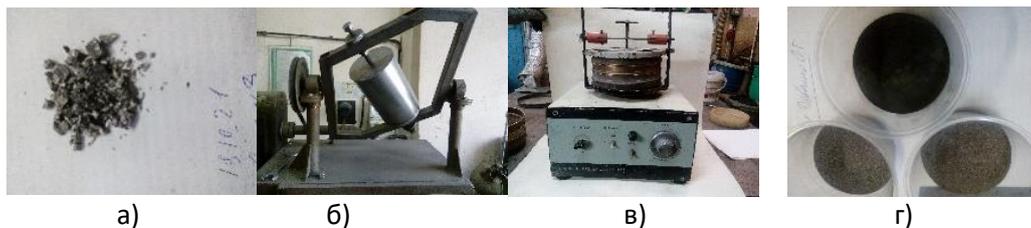


Рисунок 2 – Этапы получения порошка из титансодержащего сплава вакуумной плавки

а- сплав после предварительного дробления; б-лабораторная мельница; в-установка для фракционирования порошка; г-порошки различной фракции.

С целью получения рекомендованного фракционного состава порошка размол производился циклами по 30 минут с последующим отсевом нужной фракции. Рассев полученных порошков на фракции производился на проволочных ситах с вибрационным приводом (рисунок 2 в). Так на навеску порошка в 50 грамм отводилось 5 минут работы вибратора, что позволяло выделить до 95% нужной фракции. Затем производилась магнитная сепарация готовых порошков от намола шаров с помощью постоянных ферритовых магнитов во встряхивающем немагнитном коробе. Таким образом в результате размола слитков из титансодержащего сплава и последующего отсева получены различные фракции порошков в том числе: 0,63–0,5мм, 0,25–0,20мм, 0,16–0,10мм, 0,10–0,08мм, и менее 0,10мм. В дальнейшем по разработанной технологической оснастке с использованием титансодержащего порошка были изготовлены брикеты (рисунок 3).



Рисунок 3 – Прессформа и исходные материалы для получения заготовок катодов.

Прессформа изготовлена из жаропрочных сплавов, с предельной температурой работы не ниже 1000 К. Для достижения лучшего результата предложен вариант нагрева прессуемой смеси до температур, обеспечивающих достаточный уровень пластических свойств частиц порошка.[11ст в ЛиМ].

На рисунке 4 приведена схема горячего прессования и общий вид лабораторной установки для получения заготовок катодов и печь нагрева прессформы.



а)

б)

Рисунок 4. – Лабораторная установка (а) горячего статического прессования порошков, печь для нагрева технологической оснастки (б).

По такой технологической схеме был изготовлен опытный образец заготовки катода-мишени (рисунок 5 а). Навеска различных фракций порошка титансодержащего сплава засыпалась в прессформу, которая затем помещалась в нагревательную печь сопротивления. По достижению температуры... и выдержке в течении 10 минут осуществлялось прессование в диапазоне 100-250 МПа и выдержку заготовки под нагрузкой при охлаждении печи до 600-700 К, затем полученная заготовка катода-мишени извлекалась из прессформы.

Применительно к конкретной вакуумной установке нанесения покрытий используются катоды-мишени состоящие из его заготовки и токовода. В нашем случае материалом токовода выбрана медь (рисунок 5 б).

В лабораторных условиях апробирован вариант изготовления катода-мишени на основе порошка титансодержащего сплав, при котором его нижняя поверхность полировалась, и затем к ней припаивался медный токовод. На рисунке 5 представлены фотографии полученного таким способом катода-мишени и его элементов.



а)

б)

в)

а – прессованная заготовка катода б- медный токовод; в – готовый образец катода-мишени;

Рисунок 5 - Элементы катода-мишени для вакуумных установок

Для соединения воедино тела катода-мишени и токовода была разработана специальная технология пайки этих деталей. Так как токовод должен эффективно обеспечивать функции проводника тока значительной силы к катоду и отвода от него потока тепла выделяющегося в процессе распыления, для его изготовления обычно применяют медные и железные сплавы, к тому же, обеспечивающие достаточную механическую прочность всей конструкции. Пайка этих сплавов, как правило не вызывает затруднений при использовании припоев любых типов и на любой основе. Этого нельзя сказать о сплавах с высоким содержанием кремния и титана, первые, из которых приемлемо паяются припоями с высоким содержанием индия, вторые – твёрдыми высокотемпературными припоями.

Пайка заготовки катода к медному тоководу производилась по одному из вариантов технологии. На рисунке 5 в приведена фотография опытного образца готового катода на медном тоководе. По такой методике планируется изготовление катодов с использованием других вариантов пайки.

Таким образом экспериментально показана возможность получения катодов-мишеней с использованием комплексной технологии, включающую получение термонапряженного слитка из титансодержащего сплава, последующее дробление и размол до требуемой фракции, статическое горячее прессование заготовки катода и пайка его к медному тоководу. По такой технологической схеме в дальнейшем планируется изготовление опытных образцов катодов-мишеней и их испытание при нанесении покрытий различного назначения.

Список использованных источников

1. Оленцевич А.А., Микулич А.Д. гр. 10405221 Даничев А.О., гр. 10405222 Тропашко Е.В. Научные руководители – Шейнерт В.А., Слуцкий А.Г. Сравнительный анализ технологий получения слитков из комплексных силицидов для катодов-мишеней. // Новые материалы и технологии их обработки [Электронный ресурс]: сборник научных работ 24 Республиканской студенческой научно-технической конференции, 21–22 апреля 2023 года / сост.: А. П. Бежок, И. А. Иванов. – Минск: БНТУ, 2023. – С. 40-42.

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. Комплексный подход к решению технологической задачи получения катодов-мишеней из силицидов переходных металлов для вакуумных ионно-плазменных источников/ Журнал «Литье и металлургия» 2022г., № 3 – с. 83-90.