

УДК 666.3/7

ВЛИЯНИЕ МАРКИ ИСХОДНОГО ПОРОШКА И ВРЕМЕНИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ НА РАЗМЕР ЧАСТИЦ ДИСИЛИЦИДА МОЛИБДЕНА

© Канд. техн. наук *Е.С. Голубцова*

Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь

Рассмотрено влияние времени измельчения на дисперсность порошка дисилицида молибдена трех марок *A, B* и *C*. Помол порошка осуществлялся в планетарной мельнице в среде изопропилового спирта. Методами математического планирования эксперимента сделана обработка полученных результатов и даны рекомендации для выбора марки порошка и времени его измельчения.



Голубцова Е.С.
докторант кафедры «Порошковая металлургия и технология материалов». Область интересов: вопросы технологии, методы получения и исследования конструкционной керамики на основе нитрида кремния

При создании электропроводящих керамических композиций большую роль играет подготовка компонентов шихты, а именно соотношение размеров частиц порошка неэлектропроводящей матрицы и электропроводящей составляющей, в качестве которой могут быть использованы TiN, TaC, ZrB₂, La₂CrO₂, MoSi₂ и другие соединения. Исходя из работ [1, 2] крупность электропроводной составляющей должна быть в 3–10 раз меньше средней фракции *d*₅₀ неэлектропроводной компоненты (матрицы).

В качестве электропроводной компоненты использовался порошок дисилицида молибдена (HC Starck, Berlin) трех различных марок *A, B* и *C*, отличающихся между собой степенью дисперсности: крупный, средний и мелкий соответственно.

В состоянии поставки ни одна из марок порошка дисилицида молибдена не отвечает этим требованиям. Размеры фракций *d*₁₀, *d*₂₀, *d*₃₀, *d*₄₀, *d*₅₀, *d*₆₀, *d*₇₀, *d*₈₀, *d*₉₀, *d*₉₅ исходных марок порошка дисилицида молибдена сравнимы, а в некоторых случаях и превышают значения соответствующих фракций полученной смеси на основе нитрида кремния (рис. 1–7).

С целью достижения необходимого соотношения размеров по фракциям порошок дисилицида молибдена трех указанных выше марок был подвергнут размолу в течение 4, 7, 10, 27 и 36 ч.

Размол осуществлялся на планетарной мельнице Pulverisette-5 в среде изопропилового спирта, гранулометрический состав порошка определяли прибором Microtrac-X100, принцип действия которого основан на дифракции лазерных лучей от порошковых частиц [3]. Обработку полученных результатов осуществляли с помощью методов математического планирования эксперимента [4].

Вариация времени размол порошка марки *C* не привела к вышеуказанным



Рис. 1. Зависимость размера зерна порошка MoSi₂ (Марка А) различных фракций от длительности помола

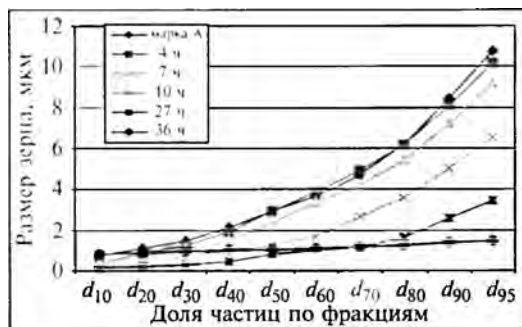


Рис. 2. Распределение частиц по фракциям при различной длительности размол порошка MoSi₂ (Марка А)

Рис. 3.
Зависимость размера зерна порошка MoSi₂ (Марка В) различных фракций от длительности помола



Рис. 4.
Распределение частиц по фракциям при различной длительности помола порошка MoSi₂ (Марка В)

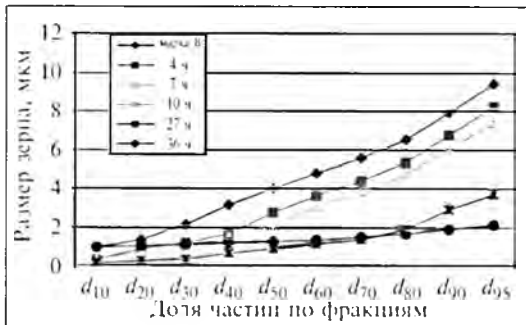


Рис. 5.
Зависимость размера зерна порошка MoSi₂ (Марка С) различных фракций от длительности помола



Рис. 6.
Распределение частиц по фракциям при различной длительности помола порошка MoSi₂ (Марка С)

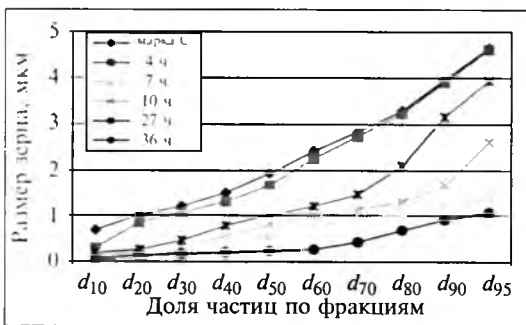
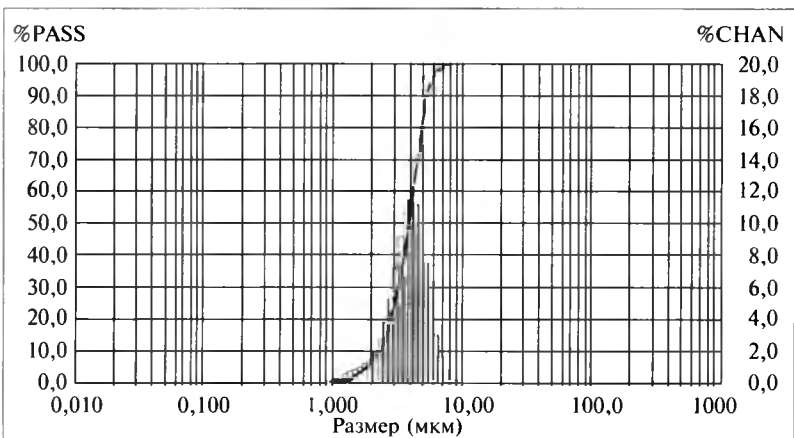


Рис. 7.
Распределение частиц по фракциям и полулогарифмическая суммарная кривая распределения частиц по размерам порошковой смеси на основе нитрида кремния



результатам. У порошка марки С, несмотря на увеличение времени помола, наблюдается очень широкая область дисперсии размера, поэтому порошок марки С не подходит для создания данного материала с целью получения однородной структуры и необходимых свойств.

Это можно объяснить теоретически-ми выводами П.А. Ребиндера и др. авторов, согласно которым затрачиваемая на измельчение материала энергия пропорциональна работе, идущей на деформацию тела и на образование новых поверхностей [5].

В данном случае часть энергии рассеивается в виде тепла и идет на перемещение частиц внутри тела, не вызывая его разрушения, а часть расходуется на преодоление трения между материалом и элементами измельчающей машины. На каждом этапе получают частицы различной дисперсности. В общей массе частиц имеются и такие, которые не должны были бы подвергаться разрушению в последующих циклах, но технологически это осуществить почти невозможно. Эти частицы остаются в общей массе материала, воспринимая на себя часть действующих усилий, гасят их, переизмельчаются и резко тормозят течение процесса в нужном направлении.

Выбор же порошка дисилицида молибдена остальных марок А и В основывался на основании вышеуказанных соображений соотношения по размерам электропроводной и неэлектропроводной составляющих, а также на основе математической модели, полученной посредством математического планирования эксперимента [4].

Как следует из рис. 1, 3, после 36 ч. помола возможно получить практически монофракционный порошок дисилицида молибдена, используя марку А или В данного порошка.

Исследовали влияние марки материала и времени измельчения на размер частиц порошка дисилицида молибдена.

В качестве параметра оптимизации y_1 выбрали размер частиц порошка (d_i , мкм), а в качестве факторов — марку порошка дисилицида молибдена MoSi₂ А и В (x_1) и время измельчения 18 и 36 ч (x_2). Цель исследования — изучить вли-

яние тех же факторов на размер частиц порошка с помощью математической модели, полученной посредством математического планирования эксперимента [6].

Для проведения эксперимента был выбран план 2 × 3, где 2 — два уровня первого фактора x_1 (материал *A* и *B*), а 3 — три уровня времени измельчения ($x_2 = \pm 1$ и 0).

Ошибки эксперимента определялись по пяти параллельным опытам при $x_1 = -1$ и $x_2 = -1$, т.е. материал *A* и время измельчения 0 ч (исходный порошок в состоянии поставки).

Матрица плана 2 × 3 и результаты опытов приведены в таблице, где x_1 и x_2 — кодированные уровни факторов ($x_1 = -1$ — материал *A*, а $x_1 = +1$ — материал *B*, $x_2 = -1$ время измельчения 0 ч, $x_2 = 0$ — 18 ч и $x_2 = +1$ — 36 ч), а y_1, y_2, y_3, y_4 и y_5 — соответственно размер частиц, обозначенный на рис. 2, 4, 6 как $d_{10}, d_{10}, d_{30}, d_{50}, d_{75}$ и d_{95} , что отвечает 10, 30, 50, 75 и 95% части смеси.

После статистической обработки результатов эксперимента по методике работы [6] и проверки значимости коэффициентов уравнений получены адекватные модели (при ошибках опыта соответственно $S_1 = 0,03$ мкм; $S_2 = 0,13$ мкм; $S_3 = 0,125$ мкм; $S_4 = 0,257$ мкм и $S_5 = 0,274$ мкм).

$$y_1 = d_{10} = 0,191 + 0,055x_1 + 0,658x_2^2, \tag{1}$$

$$y_2 = d_0 = 0,703 - 0,378x_2 - 0,13x_1x_2 +$$

Матрица 2 × 3

№	x_1	x_2	x_1x_2	x_2^2	y_1	y_2	y_3	y_4	y_5
1	—	—	+	+	0,733	1,438	2,907	5,400	10,780
2	—	0	0	0	0,195	1,006	1,006	2,240	5,252
3	—	+	—	+	0,198	0,942	1,048	1,203	1,471
4	+	—	—	+	0,934	2,130	4,030	6,036	9,401
5	+	0	0	0	0,197	0,400	0,943	1,708	3,890
6	+	+	+	+	0,932	1,114	1,271	1,541	2,124

$$+ 0,703x_2^2, \tag{2}$$

$$y_3 = d_{50} = 0,975 + 0,214x_1 - 1,155x_2 - 0,225x_1x_2 + 1,34x_2^2, \tag{3}$$

$$y_4 = d_{75} = 0,761 - 0,93x_2 + 1,34x_2^2, \tag{4}$$

$$y_5 = d_{95} = 4,571 - 0,348x_1 - 4,147x_2 + 0,508x_1x_2 + 1,373x_2^2. \tag{5}$$

Из этих уравнений видно, что наибольшее влияние на размер частиц оказывает время измельчения (x_2), влияние марки материала менее существенно (особенно на d_{75}), но для получения более мелких фракций (d_{10}, d_{30} и d_{50}) предпочтение нужно отдать материалу *A* ($x_1 = -1$). К тому же порошок марки *A* после 36 ч размолла имеет требуемое соотношение размеров по соответствующим фракциям со смесью порошка матрицы на основе нитрида кремния.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Zinkovic Lj.M., Nikolic Z.S., Boskovic S.M.* Electrical properties and percolation concentration in Si_3N_4 —TiN based composites // Key Engineering Materials. 2002. Vols. 206—213. P. 1489—1492.
2. *Yamada K., Kamiya N.* High temperature mechanical properties of Si_3N_4 — $MoSi_2$ and Si_3N_4 — SiC composites with network structures of second phases // Mater. Sci. and Eng. 1999. Vol. A 261. P. 270—277.
3. New accessories for particle size analysis // Int. Ceram. J. 1994. Aug. P. 226.
4. *Каледин Б.А.* Планирование экспериментов в порошковой металлургии.— Минск: БПИ, 1982. Ч. I и II. — 105 с.
5. *Сиденко П.М.* Измельчение в химической промышленности. — М.: Химия, 1968. — 384 с.
6. *Вознесенский В.А.* Статистические методы планирования экспериментов в технико-экономических исследованиях. — М.: Финансы и статистика, 1981. — 262 с.