

мо целевого нитрида продукт синтеза содержит щелочной или щелочноземельный металл, весьма опасный, как активная примесь.

Для нейтрализации металла азида было предложено вводить в исходную систему "Элемент - азид" галоидную соль, в результате чего целевой продукт синтеза содержал бы уже не натрий, а нейтральную галоидную соль, например, NaCl и NaF. при этом температура горения снижается, и синтез проводится в более мягких условиях. Первыми галоидными солями, которые использовались в шихтах СВС-Аз были хлорид аммония NH_4Cl и фторид аммония NH_4F . Было установлено, что использование галоидных солей в исходных шихтах СВС-Аз не менее эффективно, чем самого азиды натрия, за счет активных радикалов, входящих в их состав.

Список использованных источников

1. Амосов, А.П. Азидная технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза микро- и нанопорошков нитридов / А.П. Амосов, Г.В. Бичуров. – М.: Машиностроение. – 2007. – 526с.

УДК 621.762

Получение высокоплотной керамики на основе реакционно-связанного нитрида кремния

Студент гр. 104611 Кривуленко Н.В.
Научный руководитель – Жук А.Е.

Белорусский национальный технический университет
г. Минск

Реакционно-связанный нитрид кремния (РСНК) наряду с технологическими преимуществами имеет ряд недостатков, которые ограничивают его использование. Технология реакционного спекания в значительной мере уже исчерпана. Не представляется возможным существенно уменьшить пористость РСНК путем варьирования условий азотирования.

Это означает, что прочность и надежность нитридокремниевых материалов, полученных реакционным спеканием, практически достигли своего максимума. В связи с относительно низкими абсолютными значениями прочности РСНК (300-350 МПа) в последние годы предпринимаются усилия для ее повышения путем дополнительной обработки.

Одним из путей в этом направлении является пропитка реакционно-связанного изделия каким-либо веществом и последующая его термообработка. Эффективными добавками, используемыми для пропитки, являются полимеры, в частности, кремнийорганические. Повышению плотности и прочности реакционно-связанной керамики, например, способствует пропитка РСНК циклофенилциклотрисиланом или смешанным полисиланом. Такая керамика представляет собой уже композиционный материал.

Другой способ уменьшения пористости РСНК состоит в проведении дополнительного спекания. Поскольку РСНК – материал пористый и, следовательно, теоретически может быть доуплотнен, предложено уплотнять его путем спекания при высокой температуре, а чтобы уплотнение проходило более легко и быстро – добавлять в исходный материал активаторы, аналогичные тем, что используются при горячем прессовании нитрида кремния. Относительная плотность РСНК перед таким дополнительным спеканием составляет 75-85%, что значительно выше, чем спрессованные образцы из Si_3N_4 , используемые для получения изделий традиционным спеканием, и поэтому уплотнение даже до плотности, близкой к теоретической, сопровождается небольшой усадкой (4-6%) и незначительными искажениями размеров и формы изделий.

Введение уплотняющих добавок в РСНК возможно тремя способами. При первом способе добавка вводится в исходный порошок кремния до реакционного спекания. Во втором

способе добавка входит в состав солевого раствора, которым затем пропитывают РСНК, и при третьем способе добавка вносится в образец путем диффузии из засыпки во время спекания.

Первый способ позволяет вводить в кремниевый порошок добавку любого вида, для ее равномерного распределения производится мокрый размол смеси кремния с добавкой в шаровой мельнице. Однако добавки, введенные до реакционного спекания, могут оказывать влияние на процесс азотирования и на формирование микроструктуры, причем не всегда положительное. Кроме того, при механическом смешивании порошков кремния и добавок не удается полностью исключить образование агломератов добавок. А такие агломераты впоследствии вызывают появление крупных пор в РСНК. Для более равномерного распределения уплотняющих добавок более подходящими являются пропитка РСНК растворами солей или введение их с помощью диффузии. Для введения в РСНК растворным способом добавок MgO используется раствор MgCl в воде и метаноле. После сушки и термообработки соль разлагается до оксида. Для получения необходимой концентрации добавки осуществляется многократная пропитка.

При диффузионном способе введения добавки реакционно-связанный образец помещают в засыпку, в состав которой входит нужная добавка. Основу засыпки составляет Si_3N_4 . Спекание приводит к диффузии добавки из засыпки в объем образца. Этот способ позволяет вводить малые количества добавок и обеспечивает очень равномерное насыщение ими всего изделия. Спекание РСНК проводится в засыпке и в случае, если добавки были введены одним из первых двух способов, т.к. она подавляет термическое разложение нитрида и защищает изделия от реакции с атмосферой. Спекание проводится в атмосфере азота при температуре 1800 °С при атмосферном давлении или при температурах до 2000 °С с применением повышенного давления азота.

По сравнению с чистым РСНК повторно спеченные образцы имеют повышенную прочность. Степень повышения прочности зависит от вида и количества добавок, введенных в реакционно-связанный материал до спекания, а также от вида и количества добавок засыпки.

По данной технологии модно изготавливать плотные высокопрочные изделия, требующие минимальной механической обработки. Однако, поскольку при дополнительном спекании добавляются известные активаторы, высокотемпературная прочность таких материалов оказывается намного меньше, чем прочность при комнатной температуре. Микроструктура РСНК после допекания становится подобной микроструктуре горячепрессованного нитрида кремния (уплотнение материала при допекании происходит по жидкофазному механизму).

Основным недостатком такой технологии является общий для всех высокоплотных материалов на основе нитрида кремния недостаток – высокотемпературное разупрочнение, обусловленное присутствием в них относительно легкоплавких пограничных фаз. Вид и состав этих фаз зависят от уплотняющих добавок. Прежде всего, это стеклоподобные фазы, образующиеся при взаимодействии Si_3N_4 и таких добавок, как MgO, Y_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , ZrO_2 и др. Стеклофазы после охлаждения присутствуют на границах зерен нитрида кремния в аморфном или частично кристаллизованном состоянии.

Расстекловывание стеклофаз, т.е. выделение кристаллических фаз, приводит к некоторому улучшению высокотемпературной прочности материалов и может рассматриваться как один из путей совершенствования свойств. Еще одним направлением является поиск таких активаторов допекания, которые обеспечивают образование жидкой фазы при более высоких температурах (1800 – 1900 °С), а затем кристаллизуются, или таких, которые обеспечивают образование жидкой фазы, исчезающей в процессе спекания. Исчезать жидкая фаза может путем растворения в нитриде кремния, как это происходит, например, в сиалонах.

В качестве эффективной дополнительной обработки РСНК очень перспективным представляется горячее изостатическое прессование (ГИП). Для изостатического прессования в качестве исходного материала может использоваться предварительно сформованный поро-

шок Si_3N_4 , реакционно-связанный нитрид кремния, заготовка из предварительно подпеченного порошка или спеченный РСНК.

Для ГИП необходимо, чтобы заготовка не содержала открытой пористости, поэтому высоко-пористый РСНК и прессовку из порошка требуется заключать в передающие давление специальные оболочки. Относительно плотные СНК и СРСНК не требуют капсулирования. В качестве оболочек могут использоваться тугоплавкие металлы или стекла.

УДК 666.3:661.55

Металлокерамические фильтры: получение, области применения

Студенты гр. 104611 Федюк И.Л., Попко М.В.
Научный руководитель – Григорьев С.В.
Белорусский национальный технический университет
г. Минск

Исходным материалом для изготовления фильтровальных перегородок из пористых металлов служат металлические порошки со сферической или несферической формой частиц, получаемые методами порошковой металлургии. Современная порошковая металлургия, как правило, включает следующие технологические этапы изготовления пористых изделий: получение исходных металлических порошков и приготовление из них шихты (смеси); компактирование порошков (или их смесей) в заготовки; спекание.

Получают исходные металлические порошки либо механическими, либо физико-химическими методами. Наиболее производительным и дешевым методом получения порошков для металлокерамических фильтров считают распыление (диспергирование) расплавленного металла газом, воздухом или паром с последующим резким охлаждением брызг металла в воде. Обычно для этого используют порошки из углеродистой и нержавеющей сталей (1Х13, Х18Н9Т, Х18Н11Б, Х18Н12М2Т), никеля, монель-металла, титана, бронзы, меди и карбидов тяжелых металлов следующих фракций (размеры частиц в мм): $< 0,06$; $0,063 - 0,10$; $0,10 - 0,15$; $0,15 - 0,20$; $0,2 - 0,3$; $0,3 - 0,4$; $0,4 - 0,6$; $0,6 - 0,8$; $0,8 - 1,0$. Перед прессованием порошки смешивают с наполнителями для предотвращения закрытия пор при спекании.

Конечной операцией производства изделий порошковой металлургии является спекание, сущность которого заключается в термообработке заготовок при температуре ниже температуры плавления хотя бы одного из компонентов. Именно эта стадия производства фильтрующих перегородок из пористых металлов определяет плотность изделия и обеспечивает набор определенных механических и физико-химических свойств фильтра.

Спекание, как правило, проводят в защитной или восстановительной атмосферах (инертные газы, водород, углеводородсодержащие газы и пр.), а также в вакууме. Нагрев изделий осуществляют в электропечах (вакуумных, колпаковых, муфельных, толкательных, конвейерных, проходных, шахтных, с шагающим подом и др.), а также в индукционных печах или прямым пропусканием электрического тока.

Спекание и прессование могут быть совмещены в одном процессе (спекание под давлением, горячее прессование). Размер пор в фильтровальных перегородках из пористых металлов обычно колеблется в пределах $- 1...75$ мкм, пористость до 50 %, прочность на растяжение до $7 \cdot 10^3$ Н/см².

Фильтры, изготовленные методом порошковой металлургии на металлической и металлокерамической основе, обладают комплексом полезных эксплуатационных характеристик: высокая прочность, позволяющая выдерживать изгибающие деформации, гидро- и аэродинамические нагрузки (например, давление в 25 МПа не изменяет поровую структуру и эксплуатационные свойства фильтрующих перегородок); высокая химическая стойкость (металлокерамические фильтры работают в агрессивных средах, имеющих значение рН от 2 до