

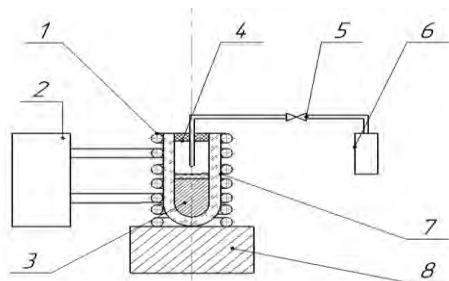
И.А. ИВАНОВ, д-р техн. наук,
А.Г. СЛУЦКИЙ, канд. техн. наук,
В.А. ШЕЙНЕРТ,
Э.В. КОВАЛЕВИЧ,
И.Л. КУЛИНИЧ (БНТУ)

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ СИЛИЦИДОВ НА ОСНОВЕ МЕДИ, НИКЕЛЯ И ТИТАНА ДЛЯ КАТОДОВ-МИШЕНЕЙ

Ранее выполненные исследования показали возможность получения силицидов, содержащих в своем составе медь, никель, титан, методом высокотемпературного восстановления компонентов из соединений [1, 2]. Основным недостатком получаемых слитков силицидов является недостаточно высокая их плотность, обусловленная особенностями восстановительного процесса. С этой целью была разработана методика и выполнены предварительные экспериментальные исследования процесса получения силицидов с использованием индукционной плавки. Схема установки представлена на рисунке 1.

По данной методике можно получать силициды из различных сплавов с использованием как чистых исходных шихтовых материалов, так и чернового слитка, полученного металлотермическим способом. Для обеспечения качества получаемого слитка плавку осуществляли в нейтральной атмосфере, используя аргон.

На первом этапе выполнены исследования особенностей получения силицида меди. В качестве исходных шихтовых материалов использовали чистую медь (в виде пластин) и кремний марки КРЗ.



1 – индуктор; 2 – преобразователь; 3 – жидкий расплав; 4 – огнеупорная пробка; 5 – кран; 6 – баллон с аргоном; 7 – тигель; 8 – подставка

Рисунок 1 – Принципиальная схема плавки силицидов

Расчетное количество исходных шихтовых материалов загружали в тигель и устанавливали в индуктор плавильной печи на специальную подвижную подставку. После расплавления и выдержки полученный сплав охлаждался вместе с печью до комнатной температуры и извлекался из тигля. Общий вид полученного слитка представлен на рисунке 2.



а



б

а – общий вид; б – после дробления

Рисунок 2 – Образец силицида меди

Визуально установлено, что излом полученного силицида имеет однородную плотную структуру. Данный силицид оказался достаточно хрупким материалом, при этом металлургический выход по слитку составил 96 %.

Ниже представлены результаты химического анализа (таблица 1, рисунок 3), выполненного на микрорентгеноспектральном анализаторе «INCA 350» фирмы «OxfordInstruments» (Англия).

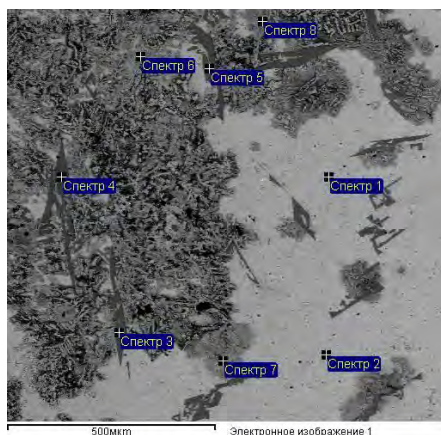


Рисунок 3 – Анализируемые участки силицида меди

Таблица 1 – Результаты химического анализа силицида меди

Спектр	Al	Si	Cu
Спектр 1	–	9,28	90,72
Спектр 2	0,77	8,78	90,46
Спектр 6	–	6,20	93,80
Спектр 7	–	10,03	89,97
Спектр 8	–	7,70	92,30

Установлено, что в полученном силициде концентрация меди составляет 90–94 %, а кремния от 6–10 %, что свидетельствует о достаточно высоком усвоении данных элементов в процессе плавки. Были выполнены исследования микротвердости структурных составляющих силицида меди. Результаты замеров в различных точках показали, что микротвердость колеблется в широких пределах (от 458 МПа до 802 МПа).

В качестве примера на рисунке 4 представлена фотография микроструктуры силицида меди, из которой четко просматрива-

ются белые остроугольные включения, общее количество которых не превышает 10–20 %. Наличие данной фазы, по-видимому, и обуславливает значительный разброс значений микротвердости силицида.



Рисунок 4 – Микроструктура силицида меди, $\times 500$

На втором этапе осуществили плавку силицида, содержащего медь и титан. В качестве шихтовых материалов использовали медные и титановые пластины, а также кристаллический кремний в соотношении 43 % меди и титана, и 14 % кремния. Metallurgical yield for this silicide was high and amounted to 98 %.

On Figure 5 and in Table 2, the elemental composition data of the complex silicide are given at various points.

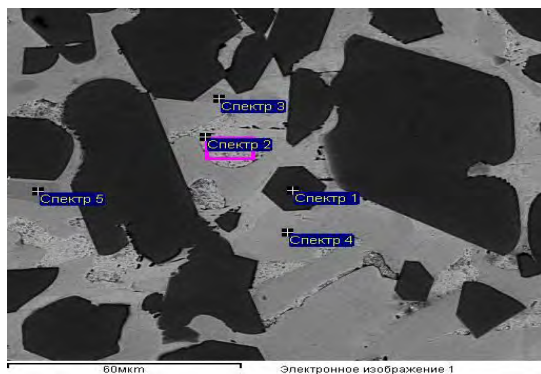


Рисунок 5– Анализируемые участки силицида меди и титана

Таблица 2 – Результаты химического анализа силицида меди и титана

Спектр	C	Al	Si	Ti	Fe	Cu
Спектр 1	14,59	0,04	20,95	61,32	0,40	2,70
Спектр 2	4,18	1,31	0,20	6,34	0,34	87,64
Спектр 3	12,17	0,50	0,31	28,65	7,81	50,56
Спектр 4	14,75	3,15	-0,13	18,72	0,67	62,84
Спектр 5	11,90	1,14	1,00	36,77	18,49	30,70
Среднее	11,52	1,23	4,47	30,36	5,54	46,89

Установлено, что полученный силицид имеет неоднородный химический состав, особенно по кремнию. Кроме того в силициде обнаружено значительное количество углерода, что, по-видимому, связано с технологическими особенностями плавки.

Были выполнены замеры микротвердости опытного образца опытного силицида в различных точках. При этом разброс значений микротвердости колеблется от 772 МПа до 1600 МПа, что значительно выше, чем у силицида меди. На рисунке 6 представлена микроструктура силицида меди и титана.

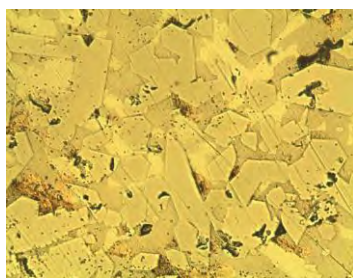


Рисунок 6 – Микроструктура силицида меди и титана, $\times 500$

Видно наличие значительного количества темных равномерно распределенных включений. Природу микроструктуры данного силицида можно оценить, проведя рентгеноструктурный фазовый анализ.

На следующем этапе провели плавку силицида, содержащего расчетное количество никеля и титана. Металлургический выход по

слитку составил 97 %. Макроструктура полученного слитка однородная, при этом в верхней его части образовалась сосредоточенная усадочная раковина.

На рисунке 7 и в таблице 3 приведены данные элементного состава комплексного силицида в различных точках.

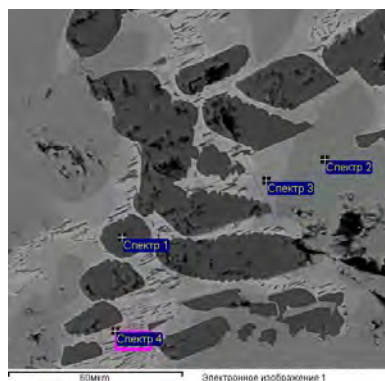


Рисунок 7– Анализируемые участки силицида никеля и титан

Таблица 3 – Результаты химического анализа силицида никеля и титана

Спектр	C	Al	Si	Ti	Fe	Ni
Спектр 1	20,00	0,20	19,68	57,73	0,09	2,30
Спектр 2	16,66	0,25	8,80	40,48	0,32	33,49
Спектр 3	18,72	1,47	7,52	31,35	0,47	40,47
Спектр 4	1,36	1,85	6,37	47,16	0,25	43,02
Среднее	14,19	0,94	10,59	44,18	0,28	29,82

Анализ полученных результатов показал, что силицид в среднем содержит 11 % кремния, 30 % никеля, 44 % титана, а также значительное количество углерода. При этом остаточное содержание алюминия невысокое.

Микроструктура полученного сплава представлена на рисунке 8.

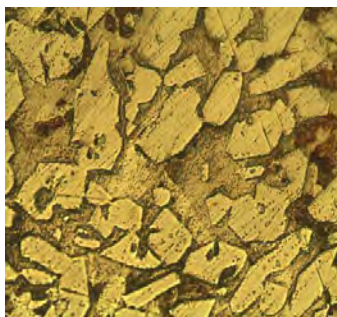


Рисунок 8 – Микроструктура силицида никеля и титана, $\times 500$

Разброс значений микротвердости составил 515–1220 МПа, что несколько ниже, чем у силицида меди и титана.

Таким образом, выполненные экспериментальные исследования показали реальную возможность получения силицидов, содержащих медь, титан и никель, с использованием чистых исходных шихтовых материалов. При этом для минимизации потерь компонентов процесс плавки необходимо осуществлять в нейтральной атмосфере. В дальнейшем планируется проводить исследования процесса получения аналогичных силицидов с использованием в составе шихты черновых сплавов, полученных методом высокотемпературного восстановления элементов из оксидов.

Литература

- 1. Особенности** получения силицидов для изготовления катодов-мишеней / А.И. Иванов [и др.] // *Металлургия: Республ. межведом. сб. науч. тр.* – Минск: БНТУ, 2016. – Вып. 37. – С. 98–103.
- 2. Исследование** процесса получения сплавов металл-кремний для изготовления катодов-мишеней / И.А. Иванов [и др.] // *Современные методы и технологии создания и обработки материалов : материалы XI Междунар. науч.-техн. конф., Минск 14–16 сентября 2016 г.* / ФТИ НАН Беларуси. – Минск, 2016.