

УДК: 621.039.51; 541.126

ВЛИЯНИЕ ЭКЗОТЕРМИЧЕСКИХ ДОБАВОК НА ТЕМПЕРАТУРУ ИНИЦИИРОВАНИЯ СВ-СИНТЕЗА БОРСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ

Чурсин С.С., Исаченко Д.С., Кузнецов М.С., Семенов А.О.

Томский политехнический университет, Физико-технический институт, Томск, Россия

АННОТАЦИЯ

В данной работе рассматривается способ управления СВ-синтезом при получении функциональных боросодержащих материалов. Описаны преимущества СВ-синтеза по сравнению с традиционными способами.

Изучено влияние экзотермической добавки на процесс протекания самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.

ВВЕДЕНИЕ

Боросодержащие материалы получили большое распространение в технике и производстве: в термоэлектродной промышленности, в атомной технике, в высокотемпературной технике и т.д. Но, на данном этапе развития технологий существует ряд проблем, связанных с получением некоторых боридов, так как, в основном, это высокотехнологичные и энергозатратные методы. Например, широко распространено высокотемпературное спекание боридов, но при этом методе необходимо в течение продолжительного времени поддерживать высокую температуру, и т.д.

Одним из альтернативных и перспективных методов порошковой металлургии является самораспространяющийся высокотемпературный синтез, открытый академиком А.Г. Мержановым и его научной школой в 1967г. Сущность метода СВ-синтеза состоит в том, что в результате локального инициирования реакции в тонком слое исходной шихты реагентов фронт горения самопроизвольно распространяется по всей системе благодаря теплопередачи от горячих продуктов к не нагретым исходным компонентам, в которых также инициируется реакция горения. Процесс получения конечного продукта в режиме СВС

имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционными методами печного синтеза материалов:

- отсутствие потребления электроэнергии для поддержания необходимых температурных режимов (процесс идёт за счет собственного тепловыделения);
- высокая производительность (сгорание происходит за десятки секунд);
- высокая чистота продуктов (температуры горения достигают значений 2000 — 4000К, что обеспечивает разложение и улетучивание примесей);
- управляемость процесса.

С такой точки зрения его можно охарактеризовать как направленный синтез, режимы реализации которого обеспечивают получение материала с требуемым сочетанием свойств[1].

В настоящее время проводится множество исследований по изучению влияния различных условий на процесс протекания СВС. Известно несколько путей, которые следует рассматривать применительно к конкретным стадиям и изменяемым параметрам. На стадии подготовки исходной шихты компонентов, при проведении процесса синтеза или при охлаждении готовых продуктов[3].

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

В Физико-техническом институте в последние несколько лет разрабатываются СВС-технологии. Рассмотрим сам процесс получе-

ния материалов данным методом. Изначально берутся реактивы из расчета на протекание необходимой реакции, в результате которой по-

лучается требуемое соединение. Далее данная смесь тщательно перемешивается. На этом этапе есть возможность произвести механическую активацию исходной шихты, ввести высокоэкзотермические добавки, что вносит дополнительные возможности управления процессом протекания синтеза. Затем образцы прессуются в требуемую форму, при этом варьирование давления прессования образца тоже имеет свой результат. И далее осуществляется сам СВ-синтез, который может быть проведен и в специальном реакторе, и в обычной печи, в зависимости от требуемых условий среды, в которой осуществляется синтез, например вакуум, воздух, или инертный газ. Помимо всех перечисленных методов управления СВ-синтезом есть еще достаточно большое количество, о которых можно прочитать в других работах.

В настоящее время ведется отработка технологии получения гексаборида лантана и карбида бора, широко используемых в производстве.

Как говорилось ранее, синтез управляемый, поэтому варьируя различные параметры подготовки шихты, можно получить продукт разного качества и с разными затратами. Одним из вопросов экономичности этого метода заключается в низкой температуре, и соответ-

ственно ниже температура инициирования реакции синтеза тем проще ее осуществлять.

Поэтому ведется изучение возможных способов снижения температуры инициирования СВ-синтеза.

Ранее в работе [2] было изучено влияние механической активации на температуру инициирования СВ-синтеза. Результат отображен на рисунке 2. Установлено что механическая активация приводит к снижению температуры инициирования, но она имеет так называемый “порог насыщения”, после которого она не только не вносит положительного результата, но может даже сказаться отрицательно, что и отображено на графике.

Еще одним способом снижения температуры инициирования синтеза является введение реакционно-способных добавок, вступающих в экзотермическую реакцию с большим энергетическим выходом при более низкой температуре, чем исходная шихта. При этом такая добавка должна быть инертна к целевому продукту и не ухудшать его качества. Одной из таких добавок является смесь Ni и Al. Процессы синтеза этих компонентов достаточно хорошо изучены на сегодняшний день. Температура инициирования данной смеси составляет около 450°C. Реакция может протекать в любой среде.

ПОСТАНОВКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ОСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА

При постановке опытов было определено что оптимальным массовым соотношением Ni/Al является 2/1. Данная добавка вводится в исходную шихту на стадии смешивания всех исходных реагентов.

После введения реакционно-способной добавки осуществлялась механическая активация исходной шихты, как и в предыдущей работе, для сравнения результатов. Механоактивация осуществляется в планетарной мельнице шарового типа АГО-2. В качестве мелющих тел используются металлические шары диаметром 6 мм. Засыпка производилась в соотношении 200 грамм металлических шаров к 35 граммам исходной шихты. Затем образцы прессуются гидравлическим прессом в цилиндрические формы диаметром 30 мм и высотой 10-12 мм. В дальнейшем после предварительного прогрева образца инициируется синтез материалов. Сред протекания реакции синтеза – вакуум. С помощью вольфрам-рениевых термопар ведется запись температур. Схема ректора для СВ-синтеза изображении на рисунке 1.

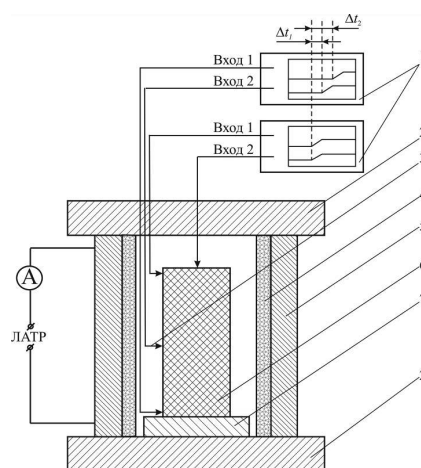


Рис.1 Экспериментальная установка для получения СВС-материалов: 1 – осциллографы С8-13(14); 2 – асбест; 3 – термопара; 4 – кварцевая труба с электрообмоткой; 5 – теплоизоляция (жидкое стекло + Al_2O_3); 6 – образец; 7 – несгораемая подставка.

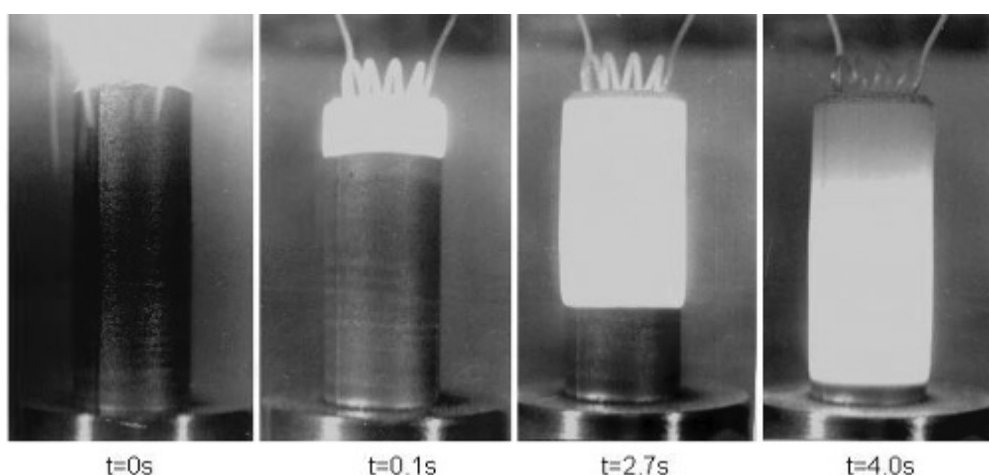


Рис.2 Процесс протекния СВ-синтеза.

На рисунке 2 показаны фото процесса СВ-синтеза.

В ходе эксперимента варьировалась частота вращения мельницы от 10 Гц до 30 Гц через 10 Гц и время активации исходной шихты от 5 минут до 20 минут через 5 минут. Количество добавки составило 10% массы исходной шихты. При введении большего количества добавки наблюдается термомеханическое разрушение образца, а при меньшем количестве добавки результат практически не заметен.

После постановки данного эксперимента, получена зависимость инициирования синтеза от механической активации исходной шихты с добавлением смеси Ni-Al, результат представлен на рисунке 3. Полученный результат сравнивается с результатами предыдущей работы.

Как видно из графика, температура инициирования реакции синтеза снизилась порядка на 300°C. При этом даже без предварительной механической активации можно получить достаточно большое преимущество в снижении температуры.

Таким образом, введение данной добавки вносит значительный экономический и технологический выигрыш при СВ-синтезе. Так же видно, что зависимость температуры инициирования синтеза носит тот же характер, что и в первом случае. Это подтверждает сделанные ранее выводы о том, что механическая активация имеет «порог насыщения», после которого она не только не вносит положительного эффекта, но и вносит «нежелательное» повышение температуры инициирования реакции.

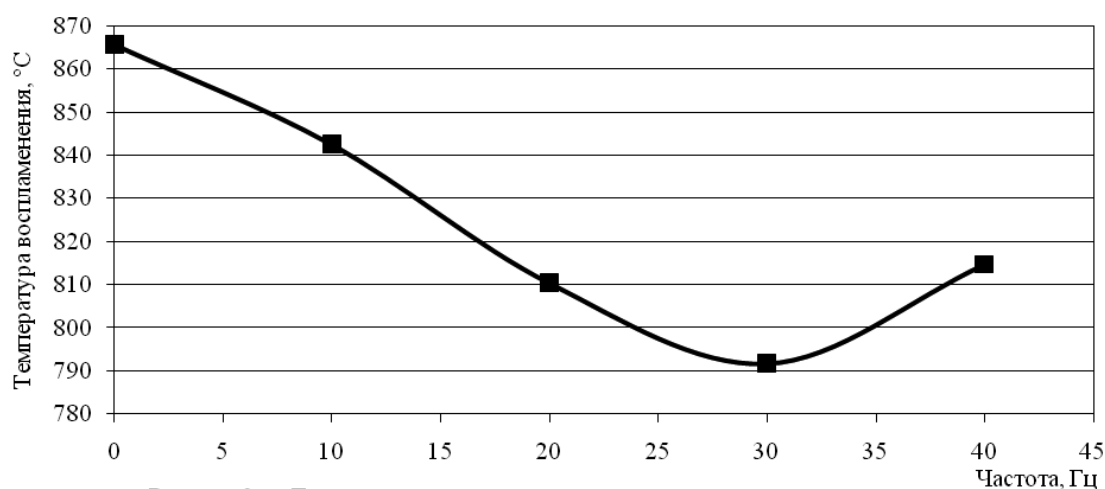


Рис.3 Температура воспламенения в зависимости от частоты вращения мельницы при механической активации шихты В-С.

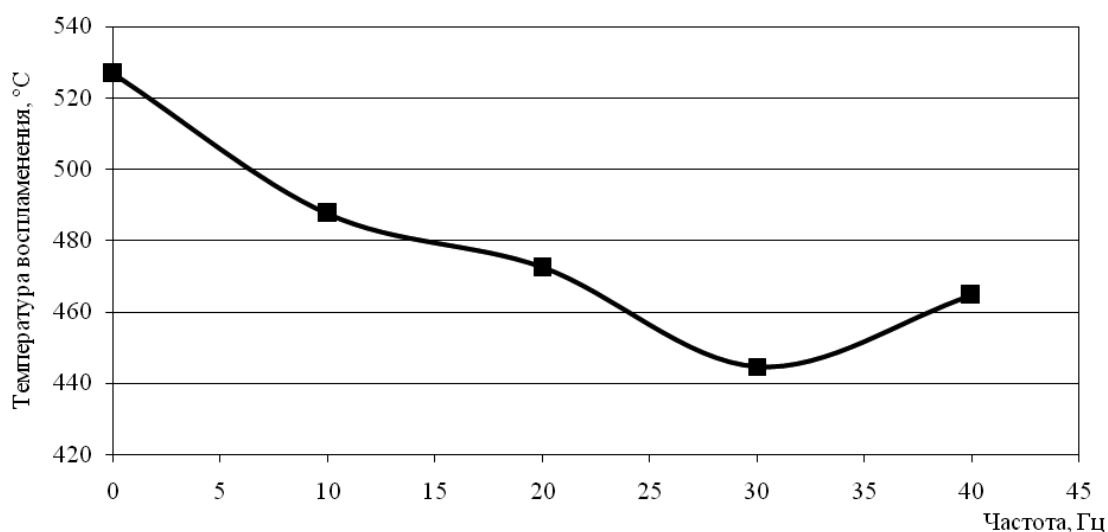


Рис.4 Температура воспламенения в зависимости от частоты вращения мельницы при механической активации шихты В-С с добавлением Ni-Al.

ВЫВОДЫ

При введении экзотермической добавки и предварительной механической активации достигается минимальная температура СВ-синтеза, что является значительным преимуществом СВ-синтеза перед традиционными способами получения боридов.

В дальнейшем планируется изучение влияния добавки и предварительной механической активации на структуру получаемого целевого материала, так как структура носит определяющий характер свойств целевого материала.

По результатам проделанной работы можно сделать следующие выводы:

- Установлено, что введение реакционно-способной экзотермической добавки снижает температуру инициирования СВ-синтеза, а как следствие упрощает и удешевляет процесс производства боридов, востребованных в промышленности;
- Доказано, что СВ-синтез требует тщательного подбора параметров подготовки исходной шихты для достижения наилучшего результата.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мержанов А.Г. Процессы горения и синтеза материалов. Черногловка: ИСМАН, 1998. – 512 с.
2. Исаченко Д.С., Кузнецов М.С., Семенов А.О., Чурсин С.С. Влияние механической активации на синтез материалов, получаемых в режиме СВС. / Сборник тезисов докладов Десятой всероссийской с международным участием школы-семинара по структурной макрокинетике для молодых ученых – г. Черногловка, ИСМАН, 2012г. – с. 46-48
3. Мержанов А.Г., Муксян А.С. Твердопламенное горение. Москв: Торус Пресс, 2007. – 336 с.