II ТЕХНОЛОГІЇ ОТРИМАННЯ ТА ОБРОБКИ КОНСТРУКЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ

УДК 621.762: 667.612.2

Д-р техн. наук Б. П. Середа, канд. техн. наук Ю. А. Белоконь,
Ю. В. Бондаренко, А. А. Жеребцов, К. В. Белоконь

Государственная инженерная академия, г. Запорожье

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДИСПЕРСНОСТИ ИСХОДНОГО ПОРОШКА НА ПАРАМЕТРЫ ПРОЦЕССА ГОРЕНИЯ В УСЛОВИЯХ САМОРОСПРОСТРАНЯЮЩЕГОСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА

В работе рассмотрено влияние дисперсности исходного порошка кремния на параметры процесса горения СВС-систем. Исследовано влияние дисперсности на скорость и температуру горения, а также на глубину химического превращения и фазовый состав конечного продукта.

Ключевые слова: *СВС, дисперсность, режим горения, порошок кремния.*

Постановка проблемы

В основе процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) лежит явление горения исходных реагентов, поэтому исследование закономерностей горения СВС-систем является основой при изучении СВС, а наука о горении является базой для построения теории процессов СВС [1].

Создание и развитие методов диагностики процессов горения является одной из актуальных задач научных и прикладных исследований. Для каждого конкретного вида горения в соответствии с начальным фазовым составом компонентов диагностические методы развивались с целью решения определенных научных и практических задач использования процессов горения. Теория распространения волны горения и многочисленные экспериментальные исследования не могут описать закономерности и стадийность формирования конечного продукта СВС (фазового состава, строения, структуры) [2]. В связи с этим общая теория СВС строится на совместном рассмотрении механизма горения и процессов структурообразования. Поэтому методология диагностики горения СВС-систем неразрывно связана с материаловедческими исследованиями, направленными на изучение основных свойств конечных продуктов и выявления их зависимости от механизмов распространения волны горения [3].

Цель работы – изучить влияния дисперсности исходного порошка на параметры СВС-процесса (скорость и температура горения), а также на глубину химического превращения и фазовый состав конечного продукта.

Методика проведения исследования. В работе использовались порошки кристаллического кремния (ГОСТ 2169-69) с массовой долей кремния 99 % и массовыми долями основных примесей: железа 0,4 %, алюминия 0,4 % и нитрида кремния – продукта СВС с массовой долей основного вещества (нитрида кремния) – 99,9 % и свободного кремния - 0,1 %, которые смешивались в заданных пропорциях в шаровой мельнице и сжигались в среде технического азота (МРТУ-602-375-66) с массовой долей азота 99,6 % и кислорода 0,3 %.

Разделение порошка кремния по фракциям сначала проводилось ситовым методом. Рассев производился с помощью набора сит с величиной ячеек: 40, 45, 50, 56, 63, 71, 80 мкм, на вибростоле с частотой 50 Гц. Величина навески не более 100 г, время рассева 30 мин. Характеристики получившихся фракций кремния указаны на рисунке 1.

Грансостав фракций кремния определяли на микроскопическом компьютерном анализаторе (МИКАН). Средний размер частиц порошка $D_{ср}$ брался на уровне 50 % по интегральной кривой распределения.

Анализ результатов грансостава рассеянного порошка кремния показал, что фракции получились полидисперсные и средний размер частиц не совпадает с ожидаемым размером по ситу. Поэтому было решено вторую часть исходного порошка кремния разделить методом жидкостной седиментации, основанном

© Б. П. Середа, Ю. А. Белоконь, Ю. В. Бондаренко, А. А. Жеребцов, К. В. Белоконь, 2011

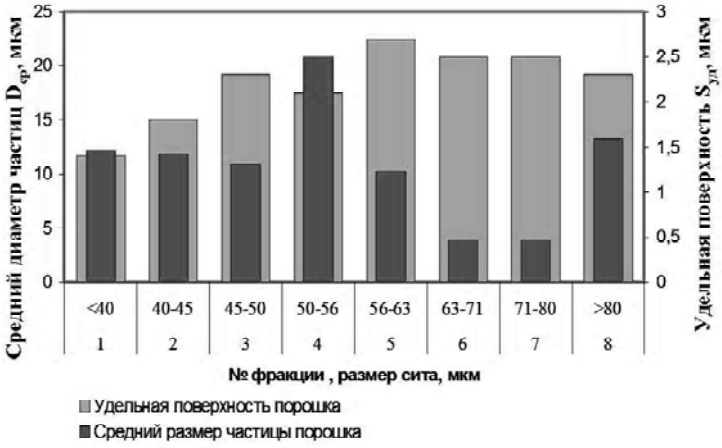


Рис. 1. Результаты анализа грансостава порошка кремния после рассева

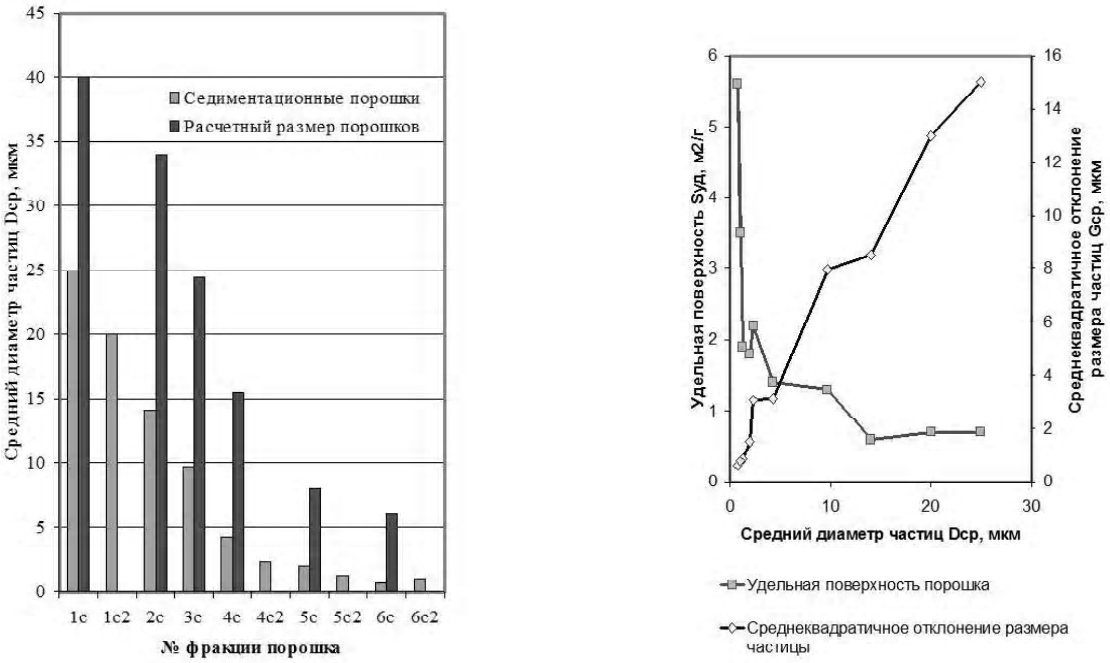


Рис. 2. Анализ грансостава фракций порошка кремния, полученного методом осаждения

на разделении частиц по размерам при их оседании в жидкости. От полученных фракций порошка были отобраны пробы на удельную поверхность и дисперсность. Дисперсность определяли с помощью прибора Анализетте 22. Распределение частиц по крупности в зависимости от массовой доли рассчитывался вычислительной машиной.

Характеристики порошка кремния, фракционированного методом седиментации, показаны на рисунке 2.

Результаты исследования и их осуждения. Экспериментальные исследования влияния среднего размера частиц порошка кремния на температуру горения показаны на рис. 3, *а*. Характерно, что в диапазоне среднего диаметра частиц от 0 до 20 мкм температура горения остаётся в пределах 2000–2100 °С. Большой разброс экспериментальных значений можно объяснить погрешностью измерения максимальной температуры, поскольку тепловой контакт термопары с шихтой достаточно чувствителен к различного рода подвижкам, возникающим в ходе прохождения волны горения. При увеличении диаметра частиц порошка до 25 мкм температура резко снижается до 1700 °С. Влияние среднеквадратичного отклонения размера частиц порошка повторяет зависимость, показанную на рисунке 3. С увеличением среднеквадратичного отклонения температура горения падает. Это объясняется тем, что больший разброс размеров частиц (по абсолютному значению) наблюдается у более крупных фракций порошка.

Скорость распространения фронта горения более достоверно характеризует процесс горения, чем максимальная температура, поскольку может быть измерена с большей точностью. Поэтому экспериментальные данные по скорости горения можно считать более однозначными.

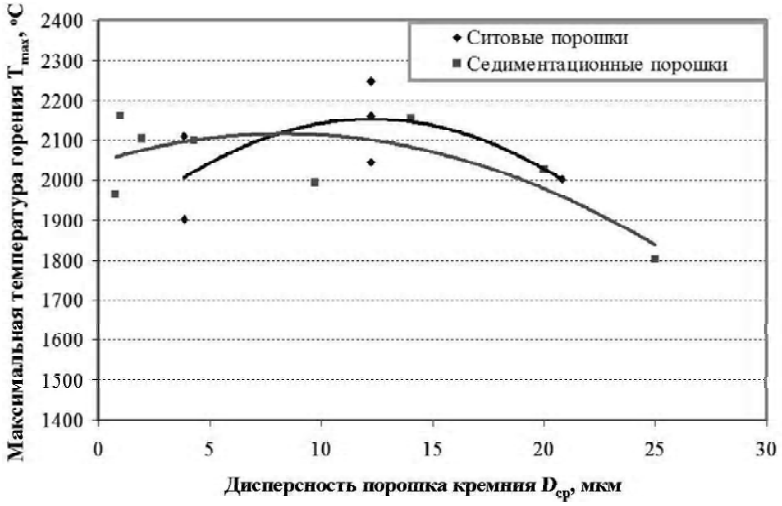


Рис. 3. Влияние среднего размера частиц порошка кремния на температуру горения

Результаты экспериментов в данной работе показали сильное влияние на скорость горения дисперсности исходного порошка кремния. На рисунке 4 показана зависимость скорости горения от среднего размера частиц порошка. Мелкодисперсные порошки горят со скоростью порядка 1,2–1,3 мм/с, а крупные фракции (25–30 мкм) со скоростью 0,3–0,4 мм/с. В ходе эксперимента было установлено, что скорость горения крупных порошков замедляется по длине образца, вплоть до затухания. Мелкие фракции, напротив имеют тенденцию к ускорению скорости горения.

Исследование зависимость степени химического превращения от дисперсности исходного порошка кремния показало, что с увеличением среднего размера частиц и, соответственно, среднеквадратичного отклонения глубина химической конверсии исходного вещества линейно падает. Это, возможно, можно объяснить тем, что крупные частицы кремния не успевают полностью прореагировать в проходящей волне горения и ведут себя как массивные тела в тепловом отношении.

Результаты исследования фазового состава и морфология конечного продукта представлена на рисунке 5.

Выводы

1. С увеличением дисперсности порошка кремния скорость горения существенно падает – с 1,4 мм/с ($D_{ср}$ = = 0,97 мкм) до 0,3 мм/с ($D_{ср}$ = 25мкм – предел горения).
2. Температура горения максимальна для дисперсности 10–15 мкм, несколько снижается при $D_{ср}$ = 1–5 мкм и существенно падает для $D_{ср}$ > 20 мкм.
3. Глубина химического превращения заметно уменьшается (на 30 %) при увеличении среднего размера частиц порошка кремния.
4. Содержание α-фазы увеличивается (в 2,5 раза) пропорционально увеличению среднего диаметра частиц кремния.

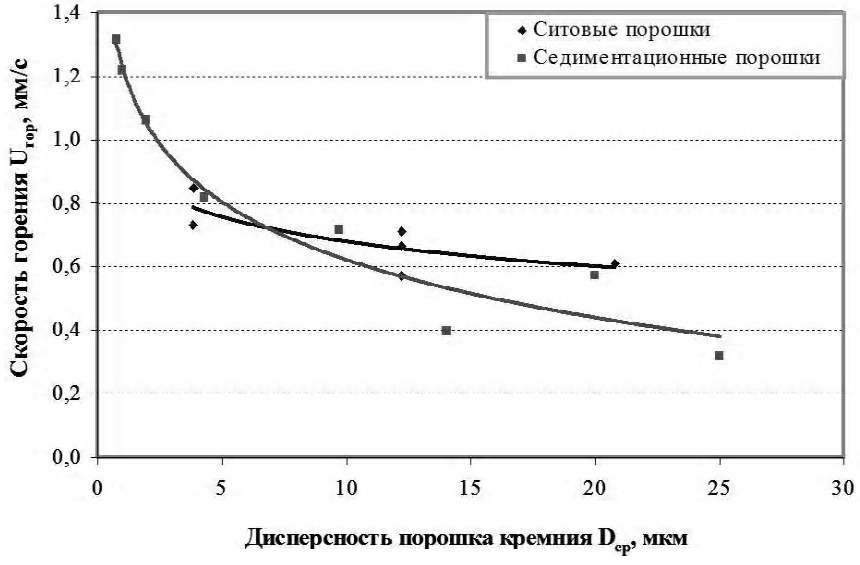


Рис. 4. Влияние среднего размера частиц порошка кремния на скорость горения

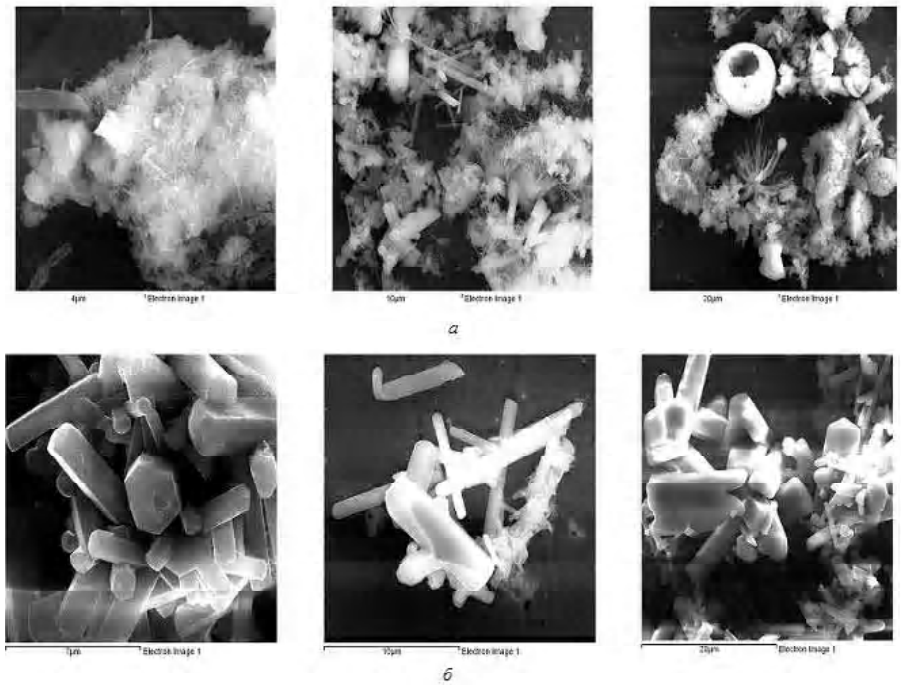


Рис. 5. Морфология конечного продукта:

а – средний размер частиц кремния 25 мкм, *б* – средний размер частиц кремния 1 мкм

Список литературы

1. Амосов А. П. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов : учебн. пособ. / А. П. Амосов, И. П. Боровинская, А. Г. Мержанов ; под научн. ред. В. Н. Анциферова. – М. : Машиностроение, 2007. – 567 с.
2. Мержанов А. Г. Процессы горения и синтеза материалов / А. Г. Мержанов. – Черноголовка : ИСМАН, 1998. – 512 с.
3. Физико-химические и технологические основы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза : учебн. пособ. / Е. А. Левашов, А. С. Рогачев, В. И. Юхвид, И. П. Боровинская. – М. : Изд-во БИНОМ, 1999. – 176 с.

Одержано 02.03.2010

Середа Б.П., Бєлоконь Ю.О., Бондаренко Ю.В., Жеребцов О.А., Бєлоконь К.В. Дослідження впливу дисперсності вихідного порошку кремнію на параметри процесу горіння в умовах високотемпературного синтезу, який саморозповсюджується

У роботі розглянутий вплив дисперсності вихідного порошку кремнію на параметри процесу горіння СВС-систем. Досліджено вплив дисперсності на швидкість і температуру горіння, а також на глибину хімічного перетворення і фазовий склад кінцевого продукту.

Ключові слова: *СВС, дисперсність, режим горіння, порошок кремнію.*

Sereda B., Belokon' Yu., Bondarenko Y., Zherebtsov A., Belokon'K. Investigation of initial powder dispersion influence on parameters of burning process in conditions of self-propagation high-temperature synthesis

The influence of silicon initial powder dispersion on SHS-SYSTEMS burning process parameters is considered were considered. Dispersion influence on speed and temperature of burning, and also on depth of chemical transformation and phase structure of an end- product is investigated.

Key words: *self-propagation high temperature syntesis, dispersion, burning mode, silicon powder.*