

УДК 621.763.546.26

**РЕАКТОР ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОЦЕССОВ СВ-СИНТЕЗА
КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВ****А.В. БЕЛЯЕВ, Т.В. ГАСАК***(Институт порошковой металлургии НАН Беларуси, Минск)*

Представлен универсальный экспериментальный комплекс синтеза материалов методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Комплекс предназначен для проведения экспериментальных работ по самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу и исследований кинетики синтеза тугоплавких соединений (карбидов, боридов, силицидов, интерметаллидов и т.д.) в режиме твердофазного и фильтрационного горения в среде различных газов.

Введение. В настоящее время с развитием техники и высоких технологий стремительно возрастает потребность в материалах, способных демонстрировать высокие эксплуатационные характеристики в экстремальных условиях. В зависимости от предъявляемых требований такие материалы должны быть износостойкими, жаропрочными, химически инертными при контакте с агрессивными жидкостями и газами при высоких температурах и т.п. В наибольшей мере таким требованиям отвечают тугоплавкие соединения: карбиды, нитриды, бориды, силициды, оксиды, интерметаллиды и др., а также композиционные материалы на их основе [1].

Получение тугоплавких соединений и изделий из них сопряжено со значительными материальными затратами. В основе традиционных технологий (порошковая металлургия, химический и печной синтез) лежат процессы медленного протекания химических процессов при высоких температурах. Недостатками существующих методов являются высокая энергоемкость производства, большая длительность, многооперационность и трудоемкость получения продукции [2].

Во многом устранить указанные недостатки позволяет оригинальный процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) неорганических веществ и материалов технологического назначения. Сущность процессов СВС заключается в самоподдерживающемся распространении зоны химической реакции в средах, способных к выделению химической энергии с образованием ценных конденсированных продуктов. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез сопровождается сильным саморазогревом продуктов (обычно до 1500...3500 °С и более) и ярким свечением. Процесс возникает при локальном воздействии на систему коротким тепловым импульсом и в дальнейшем протекает в виде волны горения без подвода энергии извне за счет собственного тепловыделения. Скорости распространения волны обычно составляют (0,5... 15)·10⁻² м/с. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез реализуется в порошковых смесях разнообразной химической природы [3].

Для эффективной разработки технологии синтеза порошков, полученных методом СВС, и прогнозирования их эксплуатационных параметров необходимо иметь возможность проведения экспериментальных работ по СВС и кинетических исследований синтеза. В Республике Беларусь ряд университетов и институтов (БГУ, БГТУ, ИФТТ и ПП, ИОНХ, ИФОХ, Институт порошковой металлургии) имеют лаборатории, в которых занимаются разработкой СВС-технологий. Однако в Беларуси нет оборудования для исследований химико-технологических процессов, проводимых в режиме СВС, и производителей СВС-реакторов.

Важнейшим фактором при исследовании и разработке новых материалов и процессов их получения является новое современное исследовательское оборудование. Анализ научно-технической и патентной литературы показал, что наиболее распространенная установка для приведенных исследований СВС, представляет бомбу постоянного давления. Внутри бомбы вакуум, инертный газ или реагирующий газ. Иницирование осуществляется электрической спиралью. После прохождения фронта горения и остывания образца его извлекают и анализируют продукты СВС. В зависимости от давления существуют два вида бомб: «баллонные» (0,1... 15)·10⁶ Па и высокого давления (50...500)·10⁶ Па.

Описание реактора и принцип его работы. В лаборатории «Новые материалы и технологии» отделения «Защитные покрытия» Института порошковой металлургии был создан и введен в эксплуатацию, не имеющий аналогов в странах СНГ, универсальный экспериментальный комплекс синтеза материалов методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, без которого до настоящего времени невозможно было осуществить эффективную разработку новых материалов. Комплекс предназначен для проведения экспериментальных работ по СВС и исследований кинетических параметров синтеза тугоплавких соединений (карбидов, боридов, силицидов) интерметаллидов и т.д. в режиме твердофазного и фильтрационного горения. Разработанная конструкция реактора позволяет регистрировать температуру и скорость волны горения, производить кино- и фотосъемку.

Технические характеристики реактора СВС: объем реактора - $(4,5 \pm 0,1)10^{-3}$ м³; диапазон измерения температур - до 2500 °С; максимальное рабочее давление $-(0,1..2,5) \cdot 10^6$ Па; температура предварительно нагрева образца - до 800 ± 10 °С; масса одновременно загружаемого материала для синтеза - до 3 кг; максимальная потребляемая мощность - 3000 Вт.

Общий вид реактора СВС представлен на рисунке.

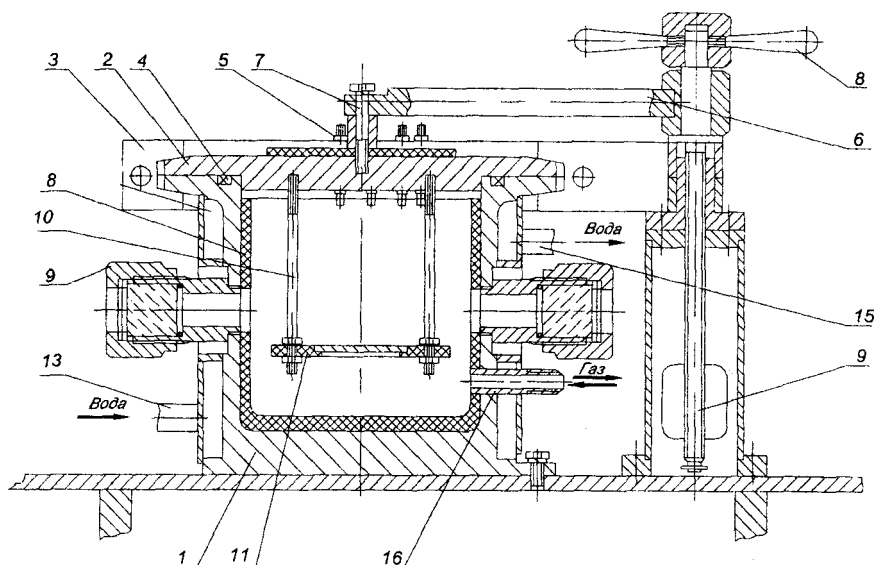


Схема реактора самораспространяющегося высокотемпературного синтеза

Реактор включает в себя цилиндрический корпус с крышкой запираемой бугельным затвором, патрубки для подключения систем вакуумирования и подачи аргона, в крышке установлены электровводы, корпус установки снабжен окнами для визуального наблюдения за процессом синтеза. Затвор представляет собой два бугеля, которые крепятся на стойке. Конструкция затвора позволяет повысить ресурс работы соединения, создать эффективное уплотнение при работе камеры установки, ускорить процессы загрузки и выгрузки материалов - снизить трудоемкость процесса синтеза.

Конструкция включает в себя корпус 1, соединенный с крышкой 2 с помощью бугелей 3. Между корпусом и крышкой находится уплотнительное кольцо 4. В крышке установлены электровводы 5, которые служат для подключения средств иницирования реакции синтеза и термоэлектрических датчиков. Крышка крепится к коромыслу 6 болтом 7, поднятие крышки осуществляется рукояткой 8 с помощью ходового винта 9. К крышке с помощью штанг 10 и резьбового соединения крепится предметный столик 11. Камера установки футерована. Охлаждающая вода подается через штуцер 13 в камеру охлаждения и выходит через штуцер 15. Вакуумирование, продув и сброс газов производится через штуцер 16. Для контроля за процессами, происходящими в установке во время ее работы, предусмотрено смотровое окно.

Материал для изготовления основных конструктивных элементов - коррозионно-стойкая сталь Х18Н10Т по ГОСТ 5632-72. Использование коррозионно-стойкой стали в качестве основного конструкционного материала позволит увеличить ресурс работы реактора, исключить выход его из строя в результате разрушения и коррозии конструктивных элементов в процессе работы.

Реактор работает следующим образом. Для открытия крышки 2 отсоединяют болт, скрепляющий бугели 3, и разводят их в разные стороны вручную. Крышку установки 2 поднимают, образец помещают в графитовый стакан и устанавливают на предметный столик 11. Через электровводы 5 к поверхности шихты присоединяют иницирующее устройство (вольфрамовая спираль) и термоэлектрические датчики, затем крышку запирают бугельным затвором. Камеру установки продувают аргоном через штуцер 16 и заполняют ее до необходимого давления (не более $2,5 \cdot 10^6$ Па). Включают иницирующее устройство и проводят синтез. Во время синтеза через смотровое окно возможно визуальное наблюдение за протеканием реакции, а также кино- и фотосъемка. После окончания процесса синтеза (время реакции зависит от химического состава синтезируемых материалов) установку охлаждают до комнатной температуры, затем извлекают стакан со спеком синтезированного материала.

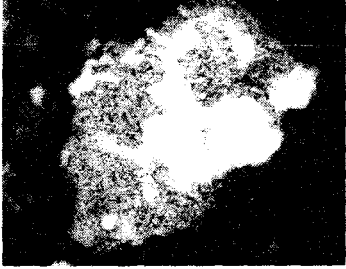
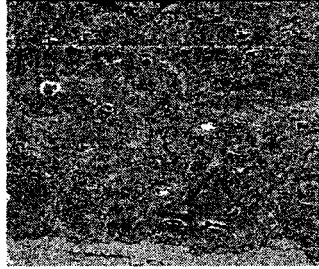
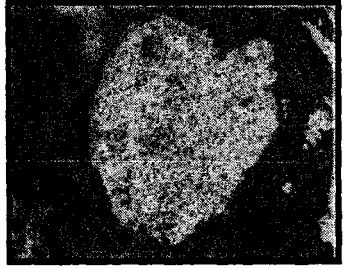
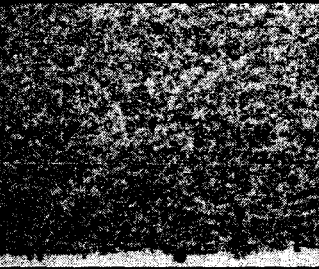
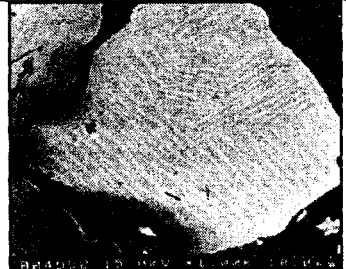
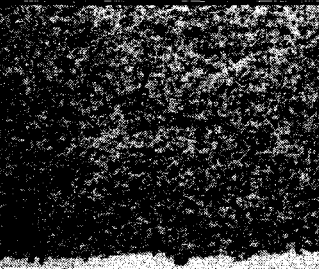
Изготовленный реактор СВС вместе с пультом управления, системой контроля и диагностики собран в универсальный экспериментальный комплекс синтеза материалов методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.

Система контроля и диагностики позволяет снимать показания процесса распространения волны горения при СВС, преобразовывать аналоговые сигналы выходных данных (давление, температура) в цифровые с их последующей регистрацией и обработкой с помощью специально разработанной программы под оболочкой Windows с выводом результатов измерения на монитор.

Конструкция реактора защищена патентом Республики Беларусь [4].

Композиционные материалы, полученные с использованием реактора СВС. Использование результатов технологических параметров процесса синтеза композиционных материалов, полученных с помощью универсального экспериментального комплекса, позволило оптимизировать технологические параметры процессов синтеза и создать новые композиционные материалы. Перечень материалов представлен в таблице.

Композиционные материалы, полученные с использованием реактора СВС

Порошки на основе карбидов хрома и титана		Основные свойства
		- коэффициент использования материала – 0,7...0,8; - микротвердость HV₃₀₀ – 10...1100; - прочность сцепления со сталью – 29...32 МПа
Порошок		Покрытие
<i>Рекомендации по применению:</i> - нанесение защитных покрытий, работающих в условиях абразивного и эрозионного износа, а также к коррозии при температурах до 700 °С; - рекомендуются для защиты деталей энергетического оборудования (котлов, газовых турбин, двигателей внутреннего сгорания), ковочной оснастки, дробящих роликов, матриц для горячего прессования, вкладышей подшипников и др.		
Порошки на основе алюминиды никеля		Основные свойства
		- коэффициент использования материала – 0,4...0,45; - микротвердость HV₃₀₀ – 350...575; - прочность сцепления со сталью – 22...25 МПа
Порошок		Покрытие
<i>Рекомендации по применению:</i> - нанесение защитных покрытий, стойких к эрозионному износу при повышенных температурах, в условиях низко- и высокотемпературной коррозии в присутствии хлоридов; - рекомендуются для защиты энергетического оборудования, деталей производства и переработки химических волокон, для восстановления и защиты от коррозии и износа соледобывающего оборудования		
Порошки на основе алюминиды железа		Основные свойства
		- коэффициент использования материала – 0,35...0,4; - микротвердость HV₃₀₀ – 390...730; - прочность сцепления со сталью – 20...24 МПа
Порошок		Покрытие
<i>Рекомендации по применению:</i> - Материал предназначен для нанесения защитных покрытий, стойких к эрозионному износу при повышенных температурах, в условиях низко- и высокотемпературной коррозии в серосодержащей атмосфере; - рекомендуются для защиты от коррозии и износа деталей оборудования для газификации угля, а также механизмов, работающих с расплавленными солями.		

Закключение. Созданный впервые в Республике Беларусь экспериментальный исследовательский комплекс СВС имеет статус комплекса коллективного пользования и используется для совместных исследований при разработке новых технологий.

Полученные экспериментальные результаты позволили оптимизировать технологические режимы синтеза композиционных порошков, подтвердили правильность теоретических положений разработанной термодинамической модели СВ-синтеза многокомпонентной системы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Композиционные материалы: Справочник / Под ред. М. Карпиноса. - Киев: Наукова думка, 1985.- 592 с.
2. Браун А., Вестбрук Дж. Методы получения интерметаллидов // Интерметаллидные соединения. - М.: Металлургия, 1970. - С. 197 - 232.
3. Мержанов А.Г., Боровинская И.П. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез тугоплавких неорганических соединений // Докл. Акад. наук СССР. Сер. Химия. - 1972. - Т. 204, № 2.
4. Пат. РБ№ 1861 от 01.12.2004 г. Установка самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.