

Бакенов Ж.Б., Сатывалдиев А.С.

**О ФАЗОВОМ СОСТАВЕ ПРОДУКТОВ СОВМЕСТНОГО
ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ КАРБИДА КРЕМНИЯ
С АЛЮМИНИЕМ И НИКЕЛЕМ**

Zh.B. Bakenov, A.S. Satyvaldiev

**ON PHASE COMPOSITION OF PRODUCTS OF COMMON
ELECTROSPARKING DISPERSION OF SILICON CARBIDE WITH
ALUMINIUM AND NICKEL**

УДК: 541.16:546.281

Методом рентгенофазового анализа показано, что при электроискровом диспергировании систем SiC-Al и SiC-Ni не происходит образование твердого раствора между карбидом кремния и соответствующим металлом. Установлено, что на термические свойства высокодисперсных металлов определенное влияние оказывает кремний и карбид кремния.

By the method of X-ray phase analysis it was shown that at electrosparking dispersion of SiC-Al and SiC-Ni systems in hexane the formation of solid solution between silicon carbide and appropriate metal do not occur. It was found out that silicon and silicon carbide have certain impact on thermal properties of highly dispersed metals in products composition.

Применение твердых растворов на основе карбида кремния обусловлено его уникальными свойствами. На основе монокристаллических твердых растворов возможно изготовление высокотемпературных силовых полупроводниковых приборов, светодиодов, фотодиодов, инжекторов электронов и дырок, терморезисторов и других приборов [1]. Поэтому определенный интерес представляет модифицирование свойств карбидокремниевых материалов путем введения в них некоторых металлов в элементарном виде или в виде различных соединений [2]. Для получения карбидокремниевых материалов, содержащих различные металлы, перспективным является метод электроискрового диспергирования карбида кремния в паре с соответствующим металлом. Ранее [3] установлено возможности образования твердых растворов карбидов при совместном электроискровом диспергировании вольфрама и молибдена, вольфрама и титана в среде жидких углеводородов.

Для получения продуктов электроискрового диспергирования карбида кремния в паре с алюминием и никелем использована лаборатор-

ная установка с одиночными электродами, где искровой разряд создается с помощью РС – генератора. В качестве электродов использовались карбид кремния и металлической алюминий или никель в виде пластинки. В качестве диэлектрической среды использовался гексан. Искровой разряд создавался при следующих условиях: $U=220В$, $C = 2$ мкф, $E = 0,05дж$.

Продукты электроискрового диспергирования карбида кремния в паре с металлами находятся в составе твердой фазы, поэтому твердая фаза отделялась от жидкой фазы декантацией, промывалась гексаном и высушивалась.

Фазовый состав продуктов изучался методами рентгенофазового анализа. Дифрактограммы продуктов снимались на дифрактометре ДРОН-2 с отфильтрованным медным излучением. Расчет дифрактограмм проводился по методике приведенной в работе [4].

Для изучения термических свойств продуктов использовался дериватографический анализ.

Дериватографический анализ продуктов проводили на дериватографе системы Р. Паулик, М. Паулик и Л. Эрдеи, где одновременно регистрируются изменение температуры печи, изменение температуры образца относительно температуры печи (дифференциальная кривая), изменение веса образца и скорость изменения этого веса. Образцы нагревали в платиновых тиглях на воздухе до $-1000^{\circ}C$ скоростью 10 град/мин. Чувствительности ДТА и ДТГ устанавливали 1/10, а чувствительность ТГ – от 100 до 200 мг в зависимости от изменения массы образцов. Кривые записывались на бумаге. Погрешность измерения температур и изменения массы образцов в ходе нагрева составляли соответственно ± 5 и ± 1 мг. В качестве стандартного вещества использовалось свежее приготовленная окись алюминия.

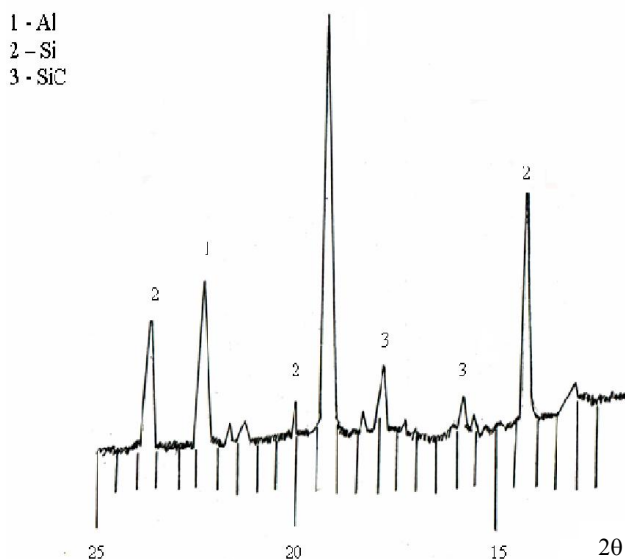


Рис.1. Дифрактограмма продуктов электроискрового диспергирования SiC-Al

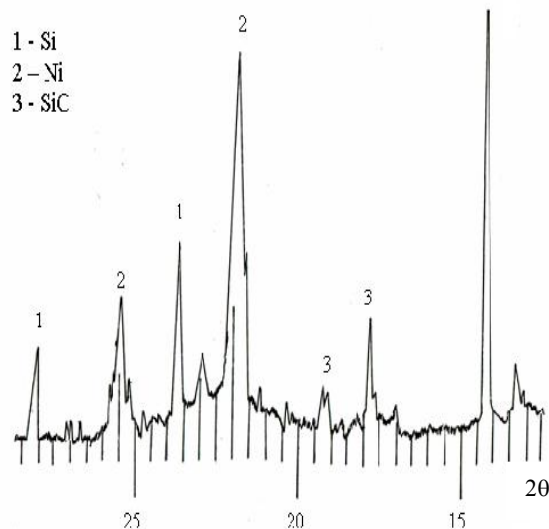


Рис.2. Дифрактограмма продуктов электроискрового диспергирования SiC-Ni.

На рисунках 1,2 представлены дифрактограммы продуктов систем SiC-Al и SiC-Ni. Результаты расчета дифрактограмм показывает, что продукты обеих систем представляют собой многофазную систему. Основными фазами продукта электроискрового диспергирования системы SiC-Al является металлический алюминий, кремний и карбид кремния. Такой же фазовой состав имеет продукт системы SiC-Ni, где металлической фазой является никель. Отсюда можно предположить о том, что в условиях искрового разряда не наблюдается взаимодействие между карбидом кремния и металлами т.к. каждый из них представляет собой отдельную фазу.

Из литературы [1] известно, что кристаллическая решетка карбида кремния характеризуется весьма малыми размерами вакансий и междоузлий. В сочетании с жесткой, преимущественно ковалентной связью это обстоятельство существенно ограничивает растворимость металлов в карбиде кремния. В работе [5] методом механического легирования получен композиционный материал системы Al-SiC. При этом отмечается, что при механическом легировании высокая энергия, подводимая в атриторе к частицам порошков, способствует установлению прочной связи между частицами алюминия и SiC. На дифрактограммах имеются пики небольшой интенсивности, которые не были идентифицированы. Мы предполагаем, что эти отражения возможно связаны с присутствием в составе продуктов силицидов соответствующего металла.

Для изучения термических свойств продуктов электроискрового диспергирования вышеуказанных систем были сняты дериватограммы этих продуктов (рис.3).

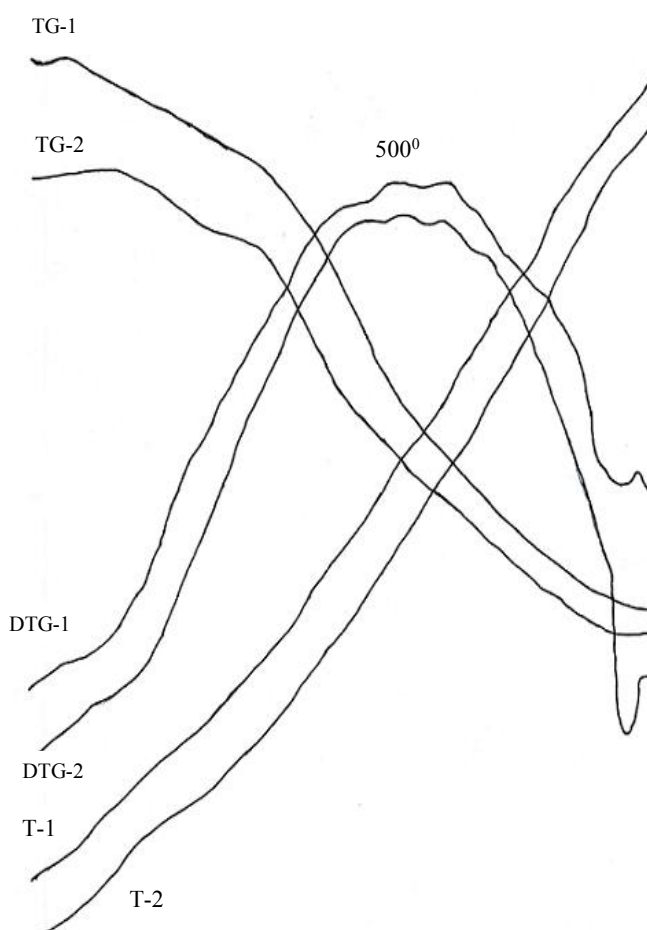


Рис.3. Дериватограммы продуктов электроискрового диспергирования систем SiC-Al (1) и SiC-Ni (2) в бензине

Ход кривой ДТА дериватограмм продуктов электроискрового диспергирования систем SiC-Al и SiC-Ni является практически идентичным. Кривые ДТА характеризуются интенсивным

широким экзотермическим эффектом с максимумом при 500-550⁰С, который сопровождается значительным уменьшением массы образца. На кривой ДТА дериватограмм обоих продуктов имеется второй экзотермический пик небольшой интенсивности при 900⁰С (SiC-Al) и при 980⁰С (SiC-Ni). При протекании этих экзотермических процессов изменение массы не наблюдается. Согласно рентгенофазового анализа в составе продуктов электроискрового диспергирования систем SiC-Al и SiC-Ni находятся высокодисперсные порошки соответствующих металлов. Поэтому на дериватограммах должна были наблюдаться экзотермические эффекты связанные с окислением металлов, и они должны были сопровождаться с увеличением массы.

Для выяснения причины процессов, протекающих при нагревании продуктов совместного электроискрового диспергирования систем SiC-Al и SiC-Ni, полученные продукты нагревались в муфельной печи при температурах 250⁰С и 350⁰С в течение 30 минут.

При нагревании продуктов системы SiC-Al при 250⁰С уменьшение массы образца составляет 44,6 %, а уменьшение массы образца продуктов системы SiC-Ni при этой температура составляет 31,8 %.

Из кривых TG рассчитанное уменьшение массы составляет соответственно 6 % и 4 %. При этой температуре возможно происходит испарение углеводородов, находящихся в составе продуктов в адсорбированном состоянии. При дальнейшем нагревании этих продуктов до 350⁰С наблюдается дальнейшее уменьшение массы образцов, причем это уменьшение составляет 6 % для продуктов системы SiC-Al и 3,6 % для продуктов системы SiC-Ni. Для этих температур из кривых TG нашем 3,5 % и 5 %. Это уменьшение возможно связано с окисление свободного углерода, находящего в составе продуктов. Свободный углерод образуется при термическом разложении молекул жидкого углеводорода, используемого в качестве жидкого диэлектрика. До и после нагревания при температуре 250⁰С

продукты имеют черный цвет, а после нагревания при 350⁰С продукты приобретают серый цвет, характерный для кремния, металлического алюминия, никеля и карбид кремния.

Согласно расчетам из кривых TG при нагревании продуктов до 1000⁰С уменьшение массы образцов составляет 38 % для системы SiC-Al и 30 % для системы SiC-Ni .

На основе анализа дериватограмм продуктов электроискрового диспергирования систем SiC-Al и SiC-Ni можно предположить о том, что на термические свойства высокодисперсных металлов, находящихся в составе продуктов, определенное влияние оказывает кремний и карбид кремния.

Таким образом, на основе рентгенофазового анализа установлен фазовый состав продуктов совместного электроискрового диспергирования систем SiC-Al и SiC-Ni. Показано, что в условиях искрового разряда не происходит образование твердых растворов металлов с карбидом кремния, но на термические свойства образовавшихся высокодисперсных металлов влияют кремний и карбид кремния. На это указывают дериватограммы соответствующих продуктов.

Литература:

1. Сафаралиев Г.К., Офинерова Н.В., Билалов Б.А., Мурмагомедов Ш.А., Сорокин Н.Д. Твердые растворы на основе карбида кремния // Неорганические материалы, 2002, №7. – С. 817 – 819.
2. Гнесин Г.Г. Карбидокремниевые материалы. – М.: Металлургия, 1977. – 216 с.
3. Сатывалдиев А.С., Асанов У.А. Электроэрозионный синтез соединений переходных металлов. – Бишкек: КГНУ, 1995. – 187 с.
4. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ. Справочное руководство. Получение и измерение рентгенограмм. – М.: Наука, 1976. – 326 с.
5. Л.Р. Вишняков, Н.П. Ониськова., А.Н. Гриков, И.М. Ромашко, И.М. Ромошко. Влияние механического легирования на свойства порошковых металлокомпозитов системы Al-SiC // Порошковая металлургия, 1997, №11/12.

Рецензент: к.хим.н. Бообекова С.Б.