

Методы получения порошков карбидов.

Выполнил: Иванов Е.Э.

Группа: МТ8-81

В зависимости от требований, предъявляемых к карбидам в отношении состава, содержания примесей, стоимости, применяют тот или иной метод их получения.

- К основным методам получения карбидов относятся (рис. 1):
- 1) *прямой синтез из элементов;*
- 2) *восстановление оксидов металлов углеродом с одновременной карбидизацией;*
- 3) *плазмохимический метод;*
- 4) *осаждение из газовой фазы.*



Рис. 1. Технологическая схема производства карбидов синтезом из элементов или восстановлением-карбидизацией

Прямой синтез из элементов.



Рис. 2. Технологическая схема производства карбидов синтезом из элементов или восстановлением-карбидизацией

- В качестве исходных материалов для получения карбидов этим методом используют порошки соответствующих металлов и сажи, взятые в соотношениях, необходимых для получения карбида нужного состава. На полноту протекания процесса и его скорость, гомогенность получаемого продукта при прочих равных условиях оказывает влияние размер частиц исходных порошков металла и сажи. С уменьшением размера частиц скорость процесса повышается. Взятые в необходимых соотношениях исходные *компоненты подвергают смешиванию* в смесителях в пределах 2–6 ч в зависимости от типа применяемого смесителя и принудительно перемешивают.
- *Сбрикетированную шихту подвергают нагреву в печах* сопротивления в среде защитного газа или в вакууме с целью предотвращения окисления и азотирования при взаимодействии с кислородом и азотом воздуха. Синтез карбидов осуществляется при температурах 1200–1600 °С. В этих процессах прямого синтеза существенную роль играет реакционная диффузия углерода: сначала он диффундирует в чистый металл, затем в свой твердый раствор в этом металле, и, наконец, диффузия идет через слой образовавшегося карбида.
- Процесс диффузии начинает протекать уже при температуре порядка 1000 °С. Превышение температуры синтеза обуславливает спекание образующихся частиц карбида, что затрудняет их дальнейшее измельчение. При производстве карбидов технической чистоты процесс осуществляют в защитной среде, в качестве которой можно использовать водород, конвертированный газ, реже – диссоциированный аммиак или аргон. Процесс проводят в муфельных печах или в печах Таммана (трубчатая печь с трубой из графита). Возможен также синтез карбидов в дуговых печах с применением расходующихся электродов или косвенного нагрева шихты в электрической дуге. Однако в этом случае продукт содержит большое количество свободного углерода и неоднороден по составу.
- После карбидизации продукт представляет собой спекшуюся губку. Для получения из нее порошка последнюю *подвергают дроблению* на щековых, валковых или другого типа дробилках до кусков размером 5–20 мкм и *дальнейшему измельчению* в шаровых мельницах. После размола полученный материал классифицируют на вибрационных ситах с целью выделения фракции с размером частиц менее 50 мкм.

Восстановление оксидов металлов углеродом с одновременной карбидизацией.

- Этот метод более экономичней по сравнению с прямым синтезом, используется для получения карбидов тугоплавких металлов IVa и Va подгрупп, а также карбидов хрома и бора.
- Для промышленного производства карбидов в качестве исходного сырья используют оксиды металлов и сажу или чистый графит, предварительно их подвергают сушке или прокаливанию с целью удаления влаги и легколетучих примесей, чтобы влага не привела к обезуглероживанию получаемого продукта.
- Исходные материалы подвергаются тщательному смешиванию в шаровой и подвергают брикетированию или плотной набивке в графитовые патроны.
- Для получения карбидов используют вакуумные печи с графитовым нагревателем или печи Таммана. В последних процесс ведут в среде водорода, осушенного и очищенного от примесей азота.
- При получении карбидов в вакууме процесс идет быстрее, и продукт получается более чистым по примесям. Более высокая скорость процесса в этом случае обусловлена удалением из реакционного пространства оксида углерода. Наличие вакуума также способствует рафинированию за счет более высокой скорости испарения примесей.
- При получении карбидов в среде водорода определенное влияние на скорость процесса оказывает регенерация оксида углерода. Наличие углерода в газовой фазе в виде CO или C_2H_2 значительно увеличивает реакционную поверхность и тем самым ускоряет процессы восстановления и карбидизации.
- Поскольку процесс получения карбидов лимитируется процессом диффузии компонентов в твердой фазе, скорость процесса повышается с температурой. Однако повышение температуры и длительности изотермической выдержки может привести к обезуглероживанию продукта и получению карбида, отличающегося по составу от стехиометрического. Кроме того, высокие температуры процесса приводят к спеканию получаемого продукта, что значительно затрудняет его дальнейшую переработку.
- Уменьшение размера частиц восстановителя приводит к значительному ускорению процесса восстановления. На практике чаще всего применяют комплексный восстановитель, в состав которого вводят ламповую сажу, имеющую частицы с наименьшим размером. Однако при выборе режимов получения карбидов следует учитывать, что при высоких температурах частицы сажи способны увеличиваться в объеме, что снижает их реакционную способность. Поэтому процесс необходимо проводить с максимально возможной скоростью нагрева шихты до температуры изотермической выдержки. Полученные по оптимальным режимам карбиды в дальнейшем подвергают дроблению, размолу и просеву.

Плазмохимический метод.

- Данный метод является перспективным для получения порошков тугоплавких соединений с размером частиц менее одного микрометра. Осуществляется этот метод в условиях низкотемпературной плазмы, характеризующейся температурами порядка 5000–10000 К.
- В качестве исходных веществ используют металлы, их оксиды, галогениды, а также углеродсодержащее сырье в виде различных углеводородов, других органических соединений и в некоторых случаях углерод в виде графита. Все компоненты низкотемпературной плазмы переходят в активное состояние, в результате чего взаимодействие между ними происходит с повышенной активностью и высокими скоростями образования целевых продуктов. Наиболее удобно в настоящее время получать карбиды в дуговом плазмотроне с использованием расходных электродов, изготовленных из смеси металла и углерода.

Осаждение из газовой фазы.

- Этот метод получения карбидов используется при производстве порошков высокой степени чистоты в виде мелких частиц, готовых изделий особенно сложной конфигурации, монокристаллов или плотных покрытий практически на любой подложке.
- Метод осаждения карбидов из газовой фазы основан на химических и физических взаимодействиях, возникающих при высоких температурах и протекающих преимущественно на границах раздела фаз и вблизи поверхности твердого тела. Восстановителем является водород, а углерод, образующийся в результате разложения углеводорода, связывает металл, выделяющийся вследствие восстановления паров хлорида металла водородом, в карбид.

Спасибо за внимание.