

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ДИСПЕРГАЦИЕЙ ОТРАБОТАННЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МИШЕНЕЙ

Ильющенко А. Ф., Пилиневич Л. П., Шеко Г. А., Савич В. В.
Институт порошковой металлургии, Минск, Беларусь,
Alexil@srpmi.minsk.by

Рециклинг сырья и расходных материалов в современном производстве занимает важное место. В технологии нанесения тонкопленочных покрытий вакуумными методами, при которых покрытие формируется из потока частиц, находящихся в атомарном, молекулярном или ионизированном состоянии, наиболее дорогим и расходуемым элементом является мишень. К ней предъявляются высокие требования: она должна строго соответствовать по химическому составу напыляемому покрытию; содержать минимально возможное количество примесей и загрязнений, в том числе и адсорбированных газов, а, самое главное, иметь, по возможности однородный размер кристаллов наименьшего размера. В этой связи получение мишеней с нанокристаллической структурой позволит обеспечить наиболее высокое качество покрытий. На размер кристаллов, при прочих равных условиях, наибольшее влияние оказывает размер частиц исходных порошков. Как правило, порошки в наноразмерном диапазоне получают синтезом, например, «золь-гель»-технологией. Однако процессы синтеза длительны, дорогостоящи, а коэффициент использования мишеней в процессах напыления не превышает 30...40%. Поэтому весьма перспективной является разработка технологии получения из отработанных мишеней нанодисперсных порошков, из которых, при добавлении определенного количества синтетического порошка, станет возможным производство мишеней, пригодных для нанесения качественных покрытий.

Исследования проводили на отработанных мишенях на основе In_2O_3 добавкой 10% Sn_2O_3 , предоставленных фирмой Samsung Electronics, Корея.

Предварительный анализ показал, что поверхности мишенной имеют загрязнения - следы металлического припоя. Основной состав загрязнений, помимо металлических In и Sn — Ni и Si. Для очистки поверхностей разработан процесс, включающий механическое удаление и отмывку в 20 %-ном растворе соляной кислоты при температуре 35...40°C в течение 30 минут. Затем куски мишеней трижды промывались дистиллированной водой и сушились в вакуумном сушильном шкафу.

Дезинтеграция очищенных мишеней проводилась в 3 этапа. Предварительное измельчение в специальном приспособлении на гидравлическом прессе Д2238 при усилии 100...120т. На этом этапе размер кусков составлял 1...5мм. Грубое измельчение проводили на инерционно-конусной дробилке МКИ-100. Размер частиц на этой операции достигался 60...1000 мкм. Окончательное измельчение проводили на двух типах струйно-вихревых мельниц - SM-3 и SM-4, отличающихся количеством сопел и углами воздействия газовых потоков на частицы в процессе размола. На мельнице SM-4 до 78 % частиц после помола находилось в диапазоне размеров 300...1500 нм. Причем в этом диапазоне распределение частиц по размерам было практически одинаковым в более узких диапазонах. На мельнице SM-3 удалось получить более мелкие частицы в более узком диапазоне размеров: до 42...46% — размером 200...300 нм, до 29...33 % — размером 100-200 нм, а лишь остальные 21...29% частиц в диапазоне размеров 300...1500 нм. Форма частиц, полученная в обоих типах мельниц - преимущественно округлая (не менее 85...90%). Удельная поверхность измельченного порошка, определенная методом низкотемпературной адсорбции азота, составляет 1,567...1,600 м²/г. Разность в количестве загрязнений в исходном и конечном продуктах не

превышает 1,5 % и связана, главным образом, с абсорбцией газов и паров.

Нерешенной проблемой остается сепарация частиц размерами менее 300 нм от остальной массы продукта размола. Для ее решения необходимо проведение дополнительных исследований, разработка способов, реализующих физические методы разделения. Тем не менее, результаты исследований могут быть использованы при получении нанодисперсных порошков из компактных материалов любого состава и достаточно высокой степени чистоты при использовании для размола осушенных и очищенных инертных газов - аргона, азота и т. п.