

Синтез объемных керамических изделий с использованием форвакуумного плазменного электронного источника

А.С. Климов

Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники

634050 Томск, Россия

e-mail: klimov@main.tusur.ru

DOI 10.31554/978-5-7925-0524-7-2018-139-142

Представлены результаты электронно-лучевого спекания слоя керамического порошка оксида алюминия толщиной 200 микрон на подложке из спеченной керамики того же состава. Продемонстрированы режимы электронно-лучевого спекания и определены средние размеры частиц порошкового материала при которых обеспечивается удовлетворительное соединение порошкового слоя с поверхностью. На примере спекания двух слоев показано, что образуемый при выращивании керамический материал обладает высокой пористостью, во многом определяемой размером спекаемых частиц.

Введение

В настоящее время стремительное развитие получают технологии создания трехмерных объектов основанные на послойном добавлении материала в необходимом месте и формировании, таким образом, всего объекта в целом [1]. Наибольшее распространение при промышленном послойном синтезе объемных изделий получили технология послойного лазерного спекания (Selective laser sintering - SLS), использующая в качестве спекаемых материалов различные пластики, полимеры, металлы и их сплавы [2], а также технология электронно-лучевой наплавки (Electron beam melting) [3] применяемая для металлов и их сплавов.

Примером послойного выращивания керамических изделий методом селективного лазерного спекания могут служить работы [4, 5]. Для создания трехмерного объекта из керамического материала с использованием лазерных технологий используется многоступенчатая технология. Керамический порошок смешивают с полимерным порошком и затем, изменяя мощность лазерного излучения, приходящуюся в конкретную точку формируемого слоя, добиваются расплавления и последующего локального затвердевания полимера. Таким образом, послойно формируется трехмерное изделие, представляющее собой частицы керамики, вплавленные в полимерную заливку. Окончательное формирование изделия происходит при про-

гревании его в печи, где происходит удаление полимера и спекание керамики [6]. Несмотря на успешность такого подхода, наличие связующего в виде полимера усложняет технологию, а многоступенчатость повышает время изготовления всего изделия в целом.

Использование электронного пучка генерируемого в традиционной области давлений (0,001 0,1 Па) для воздействия на непроводящий керамический порошок требует принятия специальных мер по нейтрализации заряда, приносимого электронами пучка на облучаемую поверхность. Источники способные работать при более высоких давлениях, где компенсация заряда происходит за счет образованной пучковой плазмы, так называемые, форвакуумные плазменные электронные источники способны осуществлять непосредственную обработку непроводящих, в частности керамических материалов. Успешность применения такого типа электронных источников продемонстрирована на примерах сварки, спекания керамики, модификации поверхности алюмооксидной и циркониевой керамики [7, 8].

В данной статье представлены результаты использования электронного пучка генерируемого форвакуумным плазменным электронным источником для технологии послойного синтеза изделий из керамики. Поскольку послойное изготовление изделия даже сложной формы начинается с формирования первого слоя, то основное внимание уделено именно этому. Цель настоящей работы

заключается в демонстрации возможности использования электронно-лучевого облучения для формирования нескольких первых слоев изделия, а также в определении наиболее оптимальных режимов электронно-лучевого воздействия для получения таких слоев.

Экспериментальная установка

Эксперименты проводились на электронно-лучевой установке ЭЛУ-1А, оснащенной двумя идентичными форвакуумными плазменными электронными источниками на основе разряда с полым катодом (Рис. 1). Источники представляли собой трехэлектродную систему, состоящую из цилиндрического полого катода, плоского анода и экстрактора. Конструкция и основные параметры источников более подробно описаны в [9]. Источники располагались на верхнем и боковом фланцах вакуумной камеры 1. Установленный сверху источник 2 формировал узкофокусированный электронный пучок 3, диаметром менее 1 мм, направленный на слой порошка на основе алюмооксидной керамики с размерами частиц от 10 до 100 мкм, и служил для его прогрева. Для обеспечения равномерности прогрева осуществлялась развёртка верхнего (сканирующего) электронного пучка по квадрату со сторонами 12 мм. Частота прорисовки кадра составляла 20 Гц. Порошок размещался на подложке 4 из спеченной керамики на основе оксида алюминия ВК-100П, в виде диска толщиной 3,5 мм и диаметром 14 мм. Подложка устанавливалась в выемку в графитовом держателе 5. Глубина выемки задавалась на 0,2 мм больше чем высота образца, что позволяло при разравнивании расположить на подложке слой порошка нужной толщины. С целью снижения температурных градиентов, возникающих за счет одностороннего облучения порошка и подложки для их прогрева, использовался дополнительный (прогревной) электронный пучок 6, формируемый боковым электронным источником 7. Держатель для снижения теплопотерь располагался на стержнях из вольфрамовой проволоки. Так же для снижения потерь тепла за счёт из-

лучения с поверхности держателя он помещался внутрь тонкостенного металлического цилиндра (на рисунке не показан). В цилиндре были вырезаны два отверстия для прохождения электронных пучков (верхнего и бокового). Контроль температуры держателя осуществлялся инфракрасным пирометром (RAYTEK) с диапазоном измерения 600-3000 °С. Рабочее давление в камере составляло 9 Па и поддерживалось за счет напуска газа непосредственно в камеру.

Температура прогрева графитового держателя изменялась от 600 до 1600 °С с шагом 100 °С.

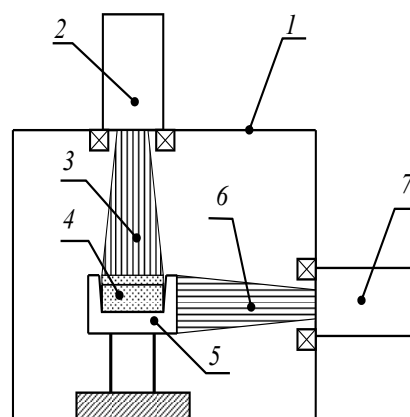


Рис. 1. Схема эксперимента: 1 – вакуумная камера, 2 – плазменный источник узкофокусированного электронного пучка; 3 – узкий электронный пучок; 4 – подложка из алюмооксидной керамики; 5 – графитовый держатель, 6 – электронный пучок; 7 – дополнительный (прогревной) плазменный электронный источник

Результаты эксперимента и их обсуждение

Как показали эксперименты использования только сканирования поверхности порошка электронным пучком оказывается недостаточно для формирования слоя порошка, закрепленного достаточно прочно с подложкой, чтоб не ссыпаться при ручных манипуляциях. В связи с этим, а также для выравнивания температурных градиентов по объему спекаемого порошка и подложки использовалось одновременное облучение двумя электронными пучками. Типичная временная зависимость мощности электронных пучков, а также соответствующая температура тигля представлены на рис. 2. Процесс спекания начинался с прогрева тигля в течение 40 минут расфокусированным прогревным элек-

тронным пучком и при минимальной мощности сканирующего пучка, далее мощность прогревного пучка поддерживалась постоянной, мощность же сканирующего пучка повышалась до достижения заданной температуры. Выдержка при постоянной температуре составляла порядка 30 минут. Затем осуществлялось контролируемое остывание облучаемого образца.

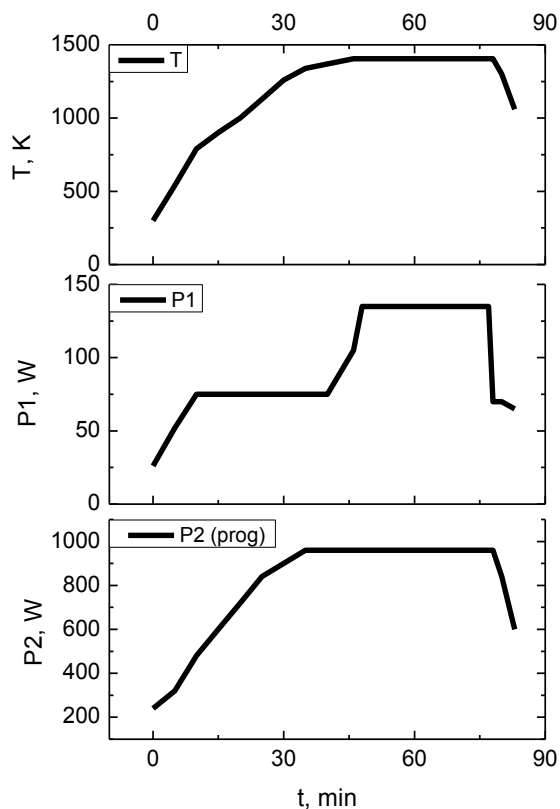


Рис. 2. Временная зависимость температуры тигля при спекании T и мощности узкофокусированного $P1$ и прогревного $P2$ электронных пучков

Последовательность изменения мощности пучков при остывании при этом была обратной последовательности при прогреве. По достижении 600°C оба электронных пучка выключались и образец остывал уже в вакууме в течение 30 минут. Как показали эксперименты, наиболее оптимальной температурой для спекания первого слоя порошка из окиси алюминия с размерами гранул $100\ \mu\text{m}$ является 1400°C . При меньшей температуре, а также при использовании более мелкого порошка происходило его отслаивание от подложки. Более высокая температура прогрева приводила к частичному, либо полному расплавлению

порошка с образованием отслаивающейся корочки (для мелкого $10\ \mu\text{m}$ порошка) рис. 3, либо со следами рекристаллизации порошка (для крупного $100\ \mu\text{m}$ порошка). Таким образом, дальнейшие эксперименты по послойному спеканию осуществлялись с порошком с размерами частиц $100\ \mu\text{m}$ и при температуре 1400°C .

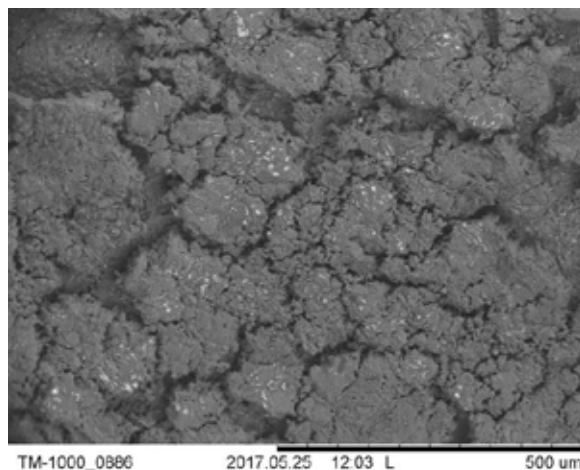


Рис. 3. Фотография поверхности первого слоя ($200\ \mu\text{m}$) мелкого порошка алюмооксидной керамики после электронно-лучевой обработки

После электронно-лучевого воздействия при таком режиме на поверхности подложки формируется слой, состоящий из отдельных гранул порошка (рис. 4). Причем между отдельными частицами присутствуют соединения характерные для процесса спекания. Резонно предположить, что поскольку частицы не сыпаются с подложки при ее переворачивании и ручных манипуляциях, с поверхностью подложки также имеется спекание.

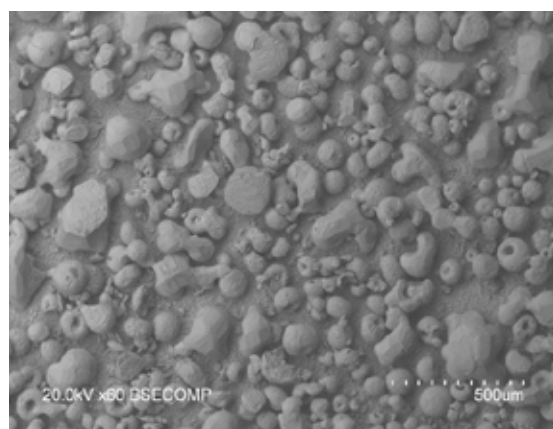


Рис.4. Первый слой крупного порошка алюмооксидной керамики после электронно-лучевой обработки

Формирование второго слоя осуществлялось в том же режиме, что и первого. Фотография поверхности подложки, содержащей два слоя спеченного керамического порошка представлена на рис. 5.

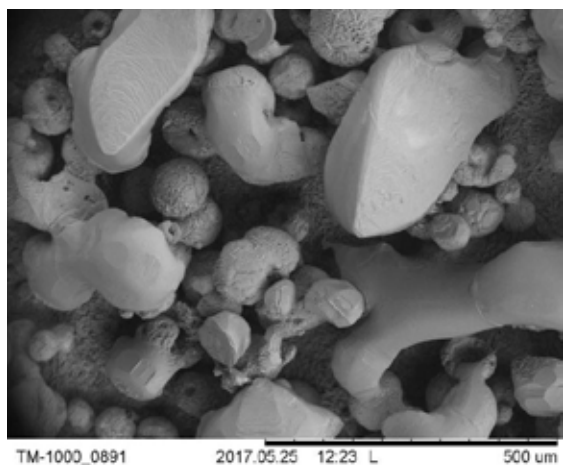


Рис. 5. 2-й слой крупного порошка алюмооксидной керамики после электронно-лучевого спекания

Как видно из рисунка полученные слои характеризуются довольно большим содержанием пор, не заполненных порошком. Что может быть связано с особенностями спекания крупного порошка. Вполне возможно, что в случае спекания более мелкого порошкового материала возможно получить более плотную структуру и это будет являться целью дальнейших исследований.

Заключение

Электронно-лучевое облучение порошкового материала в форвакуумной области давлений позволяет формировать тонкие слои, достаточно прочно сцепленные с материалом подложки. Успешность применения электронного пучка для формирования слоев заключается в прогреве подложки до температуры близкой к температуре спекания для данного материала, а также одновременное воздействие на спекаемый порошок узкосфокусированного электронного пучка. Данные результаты указывают на принципиальную возможность получения методом послойного спекания объемных изделий из порошка на основе оксида алюминия.

Работа поддержана Министерством образования и науки в рамках базовой части проекта №3.9605.2017/8.9

Литература

- [1]. Kruth J.P. Progress in Additive Manufacturing and Rapid Prototyping / J.P. Kruth, M.C. Leu, T. Nakagawa // Ann. CIRP. – 1998. – No. 47(2). – P. 525–540.
- [2]. Kruth J.P. Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting / J.P. Kruth, P. Mercelis, J.V. Vaerenbergh, L. Froyen, M. Rombouts // Rapid Prototyping J. –2005. – No. 11. – P. 26–36.
- [3]. Edwards P. Electron Beam Additive Manufacturing of Titanium Components: Properties and Performance / A. O'Conner, M. Ramulu // J. Manuf. Sci. –2013. –Vol. 135, Iss.6. – P. 061016(7).
- [4]. Liu F.H. Fabrication of inner complex ceramic parts by selective laser sintering / F.H. Liu, Y.S. Liao // Journal of the European Ceramic Society. – 2010. – Vol. 30. – P. 3283–3289
- [5]. Qian B. Laser sintering of ceramics / B. Qian, Z. Shen. // J. of Asian Ceramic Societies. – 2013. –No. 1. –P. 315–321.
- [6]. Deckers J. Direct Selective Laser Sintering / Melting of High Density Alumina Powder Layers at Elevated Temperatures / J. Deckers, S. Meyers, J.P. Kruth // Physics Procedia. –2014. – Vol. 56. – P. 117–124.
- [7]. Бурдовицин В.А. О возможности электронно-лучевой обработки диэлектриков плазменным источником электронов в форвакуумной области давлений / В.А. Бурдовицин, А.С. Климов, Е.М. Окс // Письма в ЖТФ. – 2009. – Т. 35, № 11. – С. 61–66.
- [8]. Электронно-лучевая сварка керамики с металлом с использованием форвакуумного плазменного источника электронов / А.К. Гореев, В.А. Бурдовицин, А.С. Климов, Е.М. Окс // Перспективные материалы. – 2012. – №3. – С. 77–80.
- [9]. Особенности фокусировки электронного пучка плазменного источника в форвакуумном диапазоне давлений / А.А. Зенин, И.Ю. Бакеев, Ю.А. Бурачевский, А.С. Климов, Е.М. Окс // Письма в журнал технической физики. – 2016. – № 13. – С. 104.