

9-30-2020

## ABOUT THE POSSIBILITY OF RESTORING AND EXTENDING THE RESOURCE OF THE WORK UNUSABLE SILITE HEATERS BY APPLICING SANDWICH LAYER OF SILICON CARBIDE AND MOLYBDENE DISLICIDE

Aleksandr Kutlimratov

*Physicotechnical Institute NPO "Physics-Sun", kutlimratov5401@mail.ru*

Shavki Kulaganovich Niyozov

*Gulistan State University*

Utkurjon Xikmatalievich Raxmonov

*Physicotechnical Institute NPO "Physics-Sun"*

Utkir Tagaevich Davlatov

*Gulistan State University*

Follow this and additional works at: <https://uzjournals.edu.uz/gulduvestnik>

 Part of the [Higher Education Administration Commons](#)

---

### Recommended Citation

Kutlimratov, Aleksandr; Niyozov, Shavki Kulaganovich; Raxmonov, Utkurjon Xikmatalievich; and Davlatov, Utkir Tagaevich (2020) "ABOUT THE POSSIBILITY OF RESTORING AND EXTENDING THE RESOURCE OF THE WORK UNUSABLE SILITE HEATERS BY APPLICING SANDWICH LAYER OF SILICON CARBIDE AND MOLYBDENE DISLICIDE," *Bulletin of Gulistan State University*. Vol. 2020 : Iss. 3 , Article 1.

Available at: <https://uzjournals.edu.uz/gulduvestnik/vol2020/iss3/1>

This Article is brought to you for free and open access by 2030 Uzbekistan Research Online. It has been accepted for inclusion in Bulletin of Gulistan State University by an authorized editor of 2030 Uzbekistan Research Online. For more information, please contact [sh.erkinov@edu.uz](mailto:sh.erkinov@edu.uz).

*Fizika*

УДК. 621.745

**ABOUT THE POSSIBILITY OF RESTORING AND EXTENDING THE RESOURCE OF THE WORK UNUSABLE SILITE HEATERS BY APPLICING SANDWICH LAYER OF SILICON CARBIDE AND MOLYBDENE DISLICIDE**

**КРЕМНИЙ КАРБИДИ ВА МОЛИБДЕН ДИСИЛИЦИДИ СЭНДВИЧ ҚАТЛАМЛАРИНИ ЎТҚАЗИБ, ИШЛАТИШГА ЯРОҚСИЗ БЎЛГАН СИЛИТЛИ ҚИЗДИРГИЧЛАРНИ ҚАЙТА ТИКЛАШ ВА ИШЛАШ РЕСУРСИНИ ОШИРИШ МУМКИНЛИГИ ҲАҚИДА**

**О ВОЗМОЖНОСТИ ВОССТАНОВЛЕНИЯ И ПРОДЛЕНИЯ РЕСУРСА РАБОТЫ, НЕПРИГОДНЫХ К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ СИЛИТОВЫХ НАГРЕВАТЕЛЕЙ НАНЕСЕНИЕМ СЭНДВИЧ СЛОЕВ КАРБИДА КРЕМНИЯ И ДИСИЛИЦИДА МОЛИБДЕНА**

<sup>1</sup>Кутлимратов Александр, <sup>2</sup>Ниёзов Шавки Кулаганович,

<sup>1</sup>Рахмонов Уткуржон Хикматалиевич, <sup>2</sup>Давлатов Уткир Тагаевич.

<sup>1</sup>Физико-технический институт НПО «Физика-Солнце» АН РУз., 100084, г.Ташкент ул. Ч.Айтматова, <sup>2</sup>Б.

<sup>2</sup>Гулистанский государственный университет, 120100, г. Гулистан, 4-й микрорайон.

**E-mail:** [kutlimratov5401@mail.ru](mailto:kutlimratov5401@mail.ru)

**Abstract.** The properties of silicon carbide layers deposited to restore spent resources and unusable silicon heaters are investigated. The reasons for the low working life of heaters restored by applying only layers of silicon carbide are clarified. The possibility of restoring and increasing the working life of unusable silicon heaters by applying sandwich layers of silicon carbide and molybdenum disilicide is shown. An advantage of the proposed method is that the silicon carbide and molybdenum disilicide powders used to prepare the suspension can be obtained by grinding pieces (waste) of broken silicon carbide and disilicide molybdenum heaters. At the same time, the problem of disposing of broken waste of unusable silicon carbide and molybdenum disilicide is also being solved.

**Keywords:** silite heater, working resource, unusable heater, restoration, silicon carbide, molybdenum disilicide, sandwich layer, suspension, working temperature.

**Аннотация.** Ресурсини ўтаган ва ишлатишга яроқсиз бўлган силитли қиздиргичларни қайта тиклаш учун ўтқазилган кремний карбиди қатламларининг хусусиятлари тадқиқ қилинган. Фақат кремний карбиди қатламларини ўтқазиб қайта тикланган қиздиргичлар ишлаш ресурсининг пастлик сабаблари аниқланган. Кремний карбиди ва молибден дисилициди сэндвич қатламларини ўтқазиб йўли билан ишлатишга яроқсиз бўлган силитли қиздиргичларни қайта тиклаш ва ишлаш ресурсини ошириш мумкинлиги кўрсатилган. Таклиф қилинган усулнинг афзаллиги шундаки, суспензия тайёрлаш учун зарур бўлган кремний карбиди ва молибден дисилициди кукунларини синган (чиқинди) кремний карбиди ва молибден дисилициди бўлақларини майдалаб олиш мумкин. Бунда бир вақтнинг ўзига кремний карбиди ва молибден дисилициди қиздиргичларининг синган чиқиндиларини фойдаланиш муаммоси ҳам ўз ечимини топади.

**Калит сўзлар:** силитли қиздиргич, ишлаш ресурси, ишлатишга яроқсиз қиздиргич, қайта тиклаш, кремний карбиди, молибден дисилициди, сэндвич қатламлар, суспензия, ишчи харорат.

### **Введение**

В последнее время становятся актуальными научные разработки, направленные на создание энерго- и ресурсосберегающих технологий. В этом аспекте нахождение способов восстановления, отработавших свой ресурс и непригодных к дальнейшему использованию силитовых (карбидокремниевых) нагревателей, используемых в высокотемпературных (до 1400 – 1450°C) печах является одним из таких разработок. Ранее нами в [1], [4] была показана возможность восстановления работоспособности отработавших свой ресурс работы силитовых нагревателей нанесением слоев карбида кремния (SiC) и с последующим обжигом. Натурные исследования свойств нагревателей, восстановленных этим способом, показали, что их ресурс работы был недостаточно высоким (600 – 800 часов, тогда как, новые нагреватели такого же типоразмера имеют ресурс 1000 – 1200 часов) [5], [6], что требовало изучения свойств слоев карбида кремния, полученных вышеописанным способом на отработавших ресурс работы силитовых нагревателях и нахождения путей увеличения ресурса работы восстановленных силитовых нагревателей.

Целью настоящей работы является выяснение причин, приводящих к снижению ресурса работы силитовых нагревателей, восстановленных путем нанесения слоев карбида кремния на отработавшие ресурс работы силитовых нагревателей и показание путей их устранения.

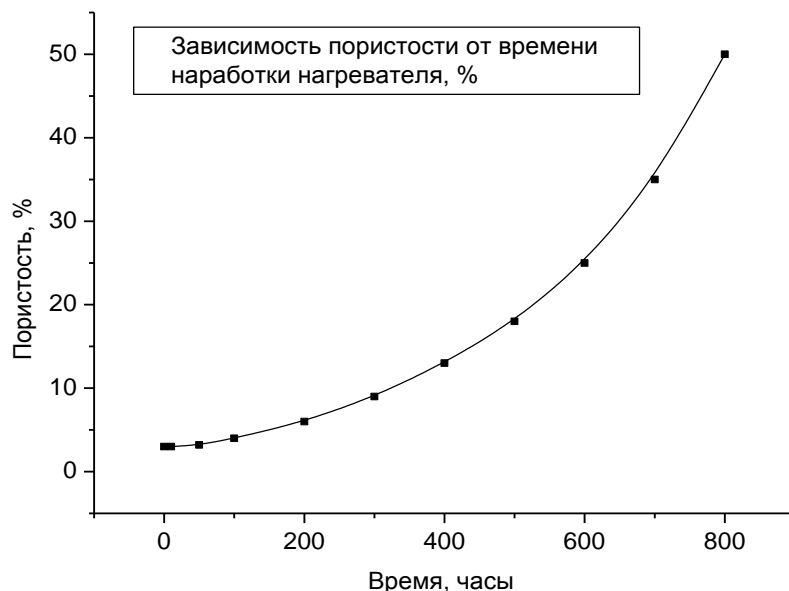
Работа посвящена выяснению причины низкого ресурса работы силитовых нагревателей, восстановленных нанесением слоев карбида кремния. Показана возможность восстановления работоспособности, увеличения рабочей температуры и ресурса работы, отработавших свой ресурс и непригодных к дальнейшему использованию силитовых нагревателей путем нанесения сэндвич слоев карбида кремния и дисилицида молибдена.

Причины низкого ресурса работы силитовых нагревателей, восстановленных нанесением слоев карбида кремния.

Исследования свойств силитовых нагревателей, восстановленных путем нанесения слоя карбида кремния, показали, что причиной низкого ресурса их работы после восстановления являются: высокая пористость слоев карбида кремния (увеличивающаяся со временем работы нагревателей), а также окисление кремния (образование SiO<sub>2</sub>) и сублимация SiO<sub>2</sub> и SiC. При этом слои карбида кремния были получены нанесением суспензии, состоящей из карбида кремния (основная часть), графита и связующего вещества (патока крахмальная). Исследования пористости слоев карбида кремния в зависимости от времени (часы) работы показали, что пористость слоев растет со временем нелинейно (рис.1). Исследования тенденции увеличения пористости в зависимости от состава слоев и от времени работы показали, что пористость со временем растет за счет окисления углерода (образуются CO и CO<sub>2</sub>), имеющегося в слоях карбида кремния и образованного в результате обугления связующего вещества (крахмальной патоки или декстрина) в процессе спекания и обжига слоев суспензии. В результате это приводит к увеличению удельного электрического сопротивления слоя, приводя в свою очередь к увеличению общего сопротивления нагревателя.

Как известно [7], в производстве силитовых (карбидокремниевых) нагревателей в целях увеличения ресурса работы вновь изготовленных нагревателей, применяются способы [7-9] покрытия их слоем тугоплавких (чем карбид кремния) материалов [10], снижающих, а в некоторых случаях – даже предотвращающих непосредственное взаимодействие поверхности нагревателя с кислородом и другими газами, до некоторого критического времени  $t_{кр}$ , определяющего срок службы нагревателей. Следовательно, в целях увеличения ресурса работы восстановленных силитовых нагревателей мы решили применить относительно высокотемпературный, чем карбид кремния, материал – дисилицид молибдена (MoSi<sub>2</sub>) для увеличения рабочей температуры и способ получения его слоев, приведенный в работе [7], с внесением изменений в технологический процесс. В способе, описанном в работе [7], суспензия, наносимая на нагреватель с целью защиты его поверхности, состоит в основном, из

дисицида молибдена ( $\text{MoSi}_2$ ). Диоксид циркония ( $\text{ZrO}_2$ ), стабилизированный оксидом иттрия ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) в соотношении  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{ZrO}_2 = 9:1$ , составляет всего лишь незначительную часть суспензии. Толщина слоев, полученных этим способом, составляет не более 200-250 мкм и обработанные этим способом карбидокремниевые нагреватели имеют ресурс работы максимум до 1400 – 1700 ч. при удельной нагрузке 3,5 – 4,7 Вт/см<sup>2</sup>, что нас вполне удовлетворяет.



**Рис.1. Зависимость пористости слоев карбида кремния, полученных на поверхности отработавших ресурс работы силитовых нагревателей от времени наработки восстановленного нагревателя.**

### **Материалы и методы**

Как видно, способом, приведенным в [7], можно получить слои толщиной, доходящих лишь до 200-250 мкм, потому что при увеличении толщины слоя, наносимого этим способом, более чем 250 мкм приводит к отслоению покрытия от основы из-за большой разности коэффициентов термического расширения (КТР) карбида кремния ( $5-7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ), из которого изготовлен нагреватель, и дисицида молибдена (КТР которого в зависимости от состава имеет значения в интервале от  $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  до  $15 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ), составляющего основную часть суспензии в смеси с оксидом циркония. По этим причинам этот способ не пригоден для восстановления отработавших ресурс работы и непригодных к дальнейшему использованию силитовых нагревателей. Поэтому мы решили применить этот способ [7] в сочетании с нашим способом, приведенным в [1, 3], путем нанесения сэндвич слоев – сначала слоя карбида кремния, а затем на него слоя дисицида молибдена. При этом, с целью согласования КТР и предотвращения появления трещин и отслоений, слои наносятся в несколько этапов, со ступенчатым и равномерным изменением количества карбида кремния и дисицида молибдена в составе суспензии в каждом этапе в пределах, мас. %: карбид кремния от 80 до 11, дисицид молибдена от 11 до 80, а остальную часть составляют связующее (декстрин или крахмал) и легирующие вещества (закись железа и бура или карбид бора) [10].

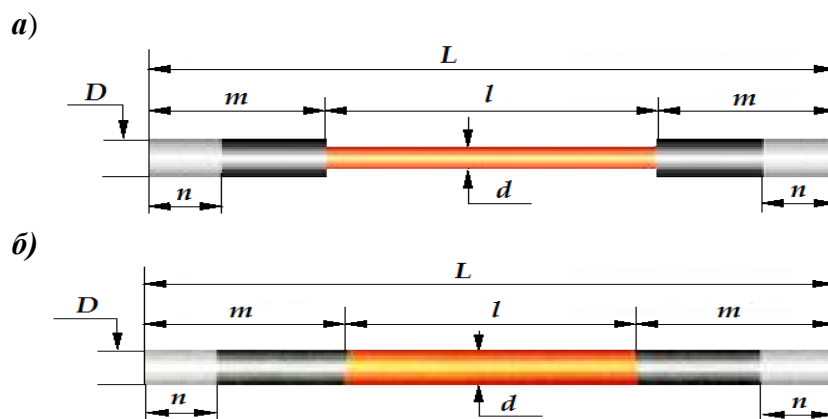
Следовательно, в составе суспензии, рассчитанной для первого (нижнего) слоя, будет преобладать карбид кремния. Благодаря чему происходит сглаживание разности КТР карбида кремния (из которого изготовлен нагреватель, КТР которого в зависимости от состава имеет значения от  $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  до  $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) и дисицида молибдена (включенного в состав суспензии

для повышения рабочей температуры и увеличения ресурса работы). КТР дисилицида молибдена в зависимости от состава имеет значения от  $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  до  $15 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [5, 6].

#### Полученные результаты и их анализ

Количества карбида кремния и дисилицида молибдена в составе суспензии для каждого слоя зависит от количества наносимых слоев. Для чего следует сначала находить разницу между диаметрами ( $d$ ) рабочих частей (рис.2, зона  $l$ ) отработанного ( $d_0$ ) (после очистки) и нового ( $d_H$ ), идентичного к нему нагревателя такого же типоразмера. Затем эту разницу надо делить на удвоенную толщину ( $h$ ) наносимого одного слоя, следующим образом:  $n = (d_H - d_0)/2h$ , где  $h$  – толщина наносимого одного слоя (в наших опытах  $h = 280 - 300$  мкм), которая находится опытным путем – нанесением готовой суспензии на поверхность кусочков сломанных нагревателей. Суспензия приготавливается из смеси порошков карбида кремния (основная часть), дисилицида молибдена, связующего вещества (декстрин или крахмал), и легирующих веществ – закиси железа и буры (или карбид бора), путем разбавления их водой в смеси с техническим этиловым спиртом. Еще одним преимуществом предложенного нами способа является то, что порошки карбида кремния и дисилицида молибдена получают измельчением в мельнице кусочков (отходов) сломанных силитовых (карбид кремниевых) и дисилицид молибденовых нагревателей. Одним словом, заодно решается проблема утилизации отходов непригодных к использованию силитовых (карбид кремниевых) и дисилицид молибденовых нагревателей.

Для нанесения слоя суспензии на поверхность отработавших свой ресурс силитовых нагревателей, сначала следует очистить их от загрязнений и остатков различных веществ, попавших на их поверхность в процессе эксплуатации (рис.3). Очистка производится путем стачивания верхнего разрушенного слоя на алмазном круге. Суспензия в каждом этапе наносится на поверхность рабочей части (рис.2, зона  $l$ ) нагревателя тонкими слоями. После нанесения суспензии производится сушка в каждом этапе при температуре  $70 - 80^\circ\text{C}$  в течение 1 часа и спекание при  $300^\circ\text{C}$  в течение 1 часа.



**Рис.2. Конструкции гантелевидного (а) и цельного (б), стержневых нагревателей:**

$L$  – полная длина нагревателя;  $l$  – длина активной зоны (греющая часть);  $d$  – диаметр активной зоны;  $D$  – диаметр холодной зоны.  $m$  – длина мертвой зоны (холодная часть);  $n$  – зона покрытая порошковым алюминием (токоподводящая контактная часть).

Таким образом, поэтапно один за другим наносятся суспензии второго, третьего и остальных слоев. По завершении сушки и спекания последнего слоя, температура доводится до  $1600 - 1650^\circ\text{C}$  и при этой температуре обжигаются все слои вместе в течение 3 часов. По истечении времени обжига снижается температура в печи до  $1050^\circ\text{C}$  и измеряются значения напряжения и тока, протекающего через нагреватель, для определения рабочего сопротивления

( $R$ ) нагревателя и выключается печь. При этом нагреватели остаются в печи до полного остывания (до комнатной температуры) при закрытых дверцах.



**Рис.3. Карбидокремниевые нагревательные элементы, пришедшие в непригодное состояние.**

Сопротивление восстановленного нагревателя ( $R_B$ ) находится по формуле:  $R_B = U/I$ , где  $R_B$  – сопротивление восстановленного нагревателя,  $U$  – значение напряжения, а  $I$  – значение тока, протекающего через нагреватель. Значение сопротивления  $R_B$ , полученное от вычислений, сравнивается со значением сопротивления идентичного нового нагревателя ( $R_H$ ) и в случае условий  $R_B > 1,1R_H$ , повторяется процесс нанесения суспензии, рассчитанной для верхнего слоя и так далее, до тех пор, пока разность между сопротивлениями ( $\Delta R = R_B - R_H$ ) не станет равным или близким к  $\pm 5\%R_H$ . Это потому, что диаметры ( $d$ ) рабочих частей нагревателей после удаления загрязненного верхнего слоя могут иметь различные значения (в зависимости от толщины удалившегося слоя). Однако, таких случаев на практике бывают очень мало, потому что всегда перед нанесением суспензии находится количество наносимых слоев расчетным путем, что позволяет достичь близких значений  $R_B$  к  $R_H$ , достаточных значений  $\pm 5\%R_H$ . При этом, следует напомнить, что заводом-изготовителем дается допуск  $\pm 10\%$  к сопротивлению нового карбидокремниевого нагревателя от среднего значения.

#### **Выводы**

Таким образом, сэндвич-слои карбида кремния и дисилицида молибдена, нанесенные приведенным выше способом, позволяют одновременно с восстановлением работоспособности отработавших свой ресурс и непригодных к дальнейшему использованию силитовых нагревателей, повысить их рабочую температуру и ресурса работы, так как дисилицид молибдена устойчив до  $1800^\circ\text{C}$  (тогда как, карбидокремниевые нагреватели обычно работают при температурах рабочей зоны, не более  $1450-1500^\circ\text{C}$ ). Кроме того, применение в предлагаемом способе простых операций нанесения суспензии обмазкой или пульверизацией, позволяет быстро освоить их и легко применить предложенный способ прямо там, где используются высокотемпературные силитовые нагреватели и, где накоплено большое количество отработавших свой ресурс и непригодных к дальнейшему использованию (но не сломанных) силитовых нагревателей. Основываясь на этом, можем утверждать, что предлагаемый способ может найти быстрое применение и способствует сбережению как материальных ресурсов, так и часть валюты, затрачиваемой на приобретение новых карбидокремниевых нагревателей из-за границы.

Работа выполнена в рамках проекта ГНТП ФА-Атех 2018-235.

#### **Список литературы**

1. Салиев Т.М., Кутлимратов А., Рахмонов У.Х., Ниязов Ш., Давлатов У.Т. Критерии, определяющие выход из строя силитовых нагревательных элементов и возможность их восстановления // Вестник ГулГУ, 2018. № 3. –С. 15-19.
2. Кутлимратов А., Рахмонов У.Х., Амонов К.А., Салиев Т.М. Возможность применения кремниевых солнечных элементов для экспрессного определения теплоотдачи в процессе реставрации карбидокремниевых нагревателей // Гелиотехника, 2018. № 4. –С. 26-31.

**\* GULISTON DAVLAT UNIVERSITETI AXBOROTNOMASI,**  
**Tabiiy va qishloq xo'jaligi fanlari seriyasi. 2020. № 3**

3. Кутлимратов А., Салиев Т.М., Саидов А.С., Рахмонов У.Х. Причины выхода из строя карбидокремниевых нагревателей и возможность их восстановления // Сборник трудов V Международной конференции «Современные проблемы физики конденсированного состояния, нанотехнологий и наноматериалов». – Алматы, 2018. –С. 94-95.
4. Кутлимратов А., Давлатов У.Т., Рисбоев Т., Рахмонов У.Х. О сопротивлении и удельной поверхностной нагрузке реставрируемых силитовых нагревателей // Сборник статей Межд. научно-технич. семинара RENES: «Разработка программы по возобновляемым источникам энергии и охраны окружающей среды». – Гулистон, 2019. –С. 83-87.
5. <http://www.si-c.ru>.
6. <http://podolskogneupor.ru>
7. Дзядыкевич Ю.В., Кислый П.С., Бочар И.И. и др. Способ обработки карбидокремниевых нагревателей // Патент SU 1694552 А1 С 04 В 35/56, опубл. 30.11.91 г. Бюлл. № 44.
8. Киселев И.В., Старков В.А., Емельянов А.И. Способ получения покрытий из электронно-проводящей керамики // Патент SU 1812173 С 04 В 35/00, 41/87, опубл. 30.04.93 г.
9. Салиев Т.М. Способ получения эпитаксиальных слоев карбида кремния. // Патент UZ IAP 02653, опубл. 15.03.2005 г.
10. Лихоманова Н. А., Кутуков В. Ф. Огнеупорная масса для защиты карбидокремниевых нагревателей // Патент SU 769961 С 04 В 35/58, 41/45, опубл. 07.03.91 г. в Бюлл. № 9.

**References:**

1. Saliev T.M., Kutlimratov A., Raxmonov U.X. Niyazov Sh., Davlatov U.T. Kriterii, opredelyayushie vixod iz stroya silitovix nagrevatelnix elementov i vozmojnost ix vosstanovleniya // Vestnik GulGU, 2018. № 3. –S.15-19.
2. Kutlimratov A., Raxmonov U.X., Amonov K.A., Saliev T.M. Vozmojnost primeneniya kremnievix solnechnix elementov dlya ekspressnogo opredeleniya teplootdachi v protsesse restavratsii karbidokremnievix nagrevateley // Geliotexnika, 2018. № 4. –S. 26-31.
3. Kutlimratov A., Saliev T.M., Saidov A.S., Raxmonov U.X. Prichini vixoda iz stroya karbidokremnievix nagrevateley i vozmojnost ix vosstanovleniya // Sbornik trudov V Mejdunarodnoy konferentsii «Sovremennie problemi fiziki kondensirovannogo sostoyaniya, nanotexnologiy i nanomaterialov». – Almati, 2018. –S. 94-95.
4. Kutlimratov A., Davlatov U.T., Risboev T., Raxmonov U.X. O soprotivlenii i udelnoy poverxnostnoy nagruzke restavriruemix silitovix nagrevateley // Sbornik statey Mejd. nauchno-texnich. seminaru RENES: «Razrabotka programmi po vozobnovlyaemim istochnikam energii i ohrani okrujayuhey sredi». – Guliston. 2019. –S. 83-87.
5. <http://www.si-c.ru>.
6. <http://podolskogneupor.ru>
7. Dzyadikevich Yu.V., Kisliy P.S., Bochar I.I. i dr. Sposob obrabotki karbidokremnievix nagrevateley // Patent SU 1694552 А1 С 04 В 35/56, opubl. 30.11.91 g. Byull. № 44.
8. Kiselev I.V., Starkov V.A., Emelyanov A.I. Sposob polucheniya pokritiy iz elektronno- provodyahey keramiki // Patent SU 1812173 С 04 В 35/00, 41/87, opubl. 30.04.93 g.
9. Saliev T.M. Sposob polucheniya epitaksialnix sloev karbida kremniya. // Patent UZ IAP 02653, opubl. 15.03.2005 g.
10. Lixomanova N. A., Kutukov V. F. Ogneupornaya massa dlya zahiti karbidokremnievix nagrevateley // Patent SU 769961 S 04 V 35/58, 41/45, opubl. 07.03.91 g. v Byull. № 9.

**Авторы:**

**Кутлимратов Александр** - старший научный сотрудник лаборатории «Рост полупроводниковых кристаллов» ФТИ НПО «Физика – Солнце» АН РУз, доктор физико-математических наук.

**Ниёзов Шавки Кулаганович** - доцент Гулистанского государственного университета, кандидат физико-математических наук.

**Рахмонов Уткуржон Хикматалиевич** - младший научный сотрудник лаборатории «Рост полупроводниковых кристаллов» Физико-технического института НПО «Физика-Солнце» АН РУз.

**Давлатов Уткир Тагаевич** – и.о. доцента Гулистанского государственного университета, кандидат физико-математических наук.