

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(21) **201900012** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки  
**2020.05.29**

(51) Int. Cl. *C23C 16/42* (2006.01)  
*H01J 1/30* (2006.01)

(22) Дата подачи заявки  
**2018.11.19**

---

(54) **СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ КАТОДОВ НА ОСНОВЕ  
СИЛИЦИДОВ ТИТАНА ДЛЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО СИНТЕЗА  
МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ**

---

(96) **2018/EA/0090 (BY) 2018.11.19**

(72) Изобретатель:

(71) Заявитель:  
**БЕЛОРУССКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
(BY)**

**Иванов Игорь Аркадьевич, Слуцкий  
Анатолий Григорьевич, Шейнерт  
Виктор Александрович, Хлебцевич  
Всеволод Алексеевич, Ковалевич  
Эмма Владимировна (BY)**

---

(57) Изобретение относится к способам получения композиционных катодов для ионно-плазменного синтеза многокомпонентных наноструктурных покрытий, получаемых вакуумно-дуговым и магнетронным методами. Технический результат изобретения позволяет производить электрическое соединение изоморфно сросшего катода с его электродержателем-катодной ножкой. Согласно изобретению синтез силицидов титана осуществляют постадийно в составном графитсодержащем тигле: на первой стадии в нижнем графитсодержащем тигле размещают компактированную шихту медь-кремний, а в верхнем тигле размещают шихту фракционной смеси медь-титан; на второй стадии в верхнем тигле осуществляют электропереплав до получения расплава компонентов медь-титан с последующим растворением при 1100-1400°C запорной диафрагменной пробки из компактного металлического титана в расплаве компонентов медь-титан до получения легкоплавкого заэвтектического сплава, одновременно в нижнем тигле осуществляют электропереплав шихты медь-кремний с получением заэвтектического сплава; на третьей стадии осуществляют синтез силицидов титана с иницированием экзотермической реакции в компоненте титана до достижения 1600-2150°C образования силицидов: до 50% силицидов титана с образованием фаз силицидов титана и кремнистой бронзы; на четвертой стадии при выключенном индукторе производят получение полупродукта для вакуумной мишени путем кантования составного тигля на 180°.

---

**A1**

**201900012**

**201900012**

**A1**

## СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ КАТОДОВ НА ОСНОВЕ СИЛИЦИДОВ ТИТАНА ДЛЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО СИНТЕЗА МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к способам получения композиционных катодов для ионно-плазменного синтеза многокомпонентных наноструктурных покрытий, получаемых вакуумно-дуговым и магнетронным методами

Изобретение может быть использовано в химической, станко-инструментальной промышленности, машиностроении, металлургии, авиапроме и судостроении.

Силициды титана для композиционных мишеней-катодов, выполнены в виде матрицы на основе силицида титана и основания-токоподводящего электрода на основе медного сплава, установленного в пазах мишени, характеризующихся высокой жаропрочностью и, в отличие от других силицидов, высокой пластичностью при нормальных температурах. Известны пять силицидов:  $Ti_3Si$ ,  $Ti_5Si_3$ ,  $Ti_5Si_4$ ,  $TiSi$ ,  $TiSi_2$ . Из них наибольший практический интерес представляет  $Ti_5Si_3$ , который характеризуется конгруэнтным плавлением  $T_{пл}=2130^{\circ}C$ , в то время как у других силицидов титана точка плавления заметно ниже, а состав твердой и жидкой фазы различается, и  $TiSi_2$ , который отличается лучшей стойкостью к окислению при высоких температурах в кислородной среде.

Многокомпонентные композиционные покрытия осаждают из плазмы, которую получают вакуумно-дуговым испарением или ионным распылением многокомпонентных катодов (мишеней). Особый интерес представляют покрытия, содержащие кремний, которые имеют

нанокристаллическую структуру, сверхвысокую твердость, стойкость к окислению при нагреве на воздухе и низкий коэффициент сухого трения по сталям и сплавам.

Известна конструкция многокомпонентного катода со взрывной эмиссией. Введение в катод углеродной матрицы приводит к механической прочности (связке) инициаторов катодной плазмы, что позволяет торцевать и обрабатывать эмитирующую электроны и плазму поверхность катода с требуемой степенью чистоты обработки [1].

Катод со взрывной эмиссией содержит инициатор катодной плазмы и переходник, позволяющий производить электрическое соединение катода с катодной ножкой при помощи резьбового соединения. Выполнение инициатора катодной плазмы и переходника единой деталью позволяет упрощение конструкции катода. Для практических целей в цилиндрическом катоде электронной пушки планарного типа внутри катода нарезается глухая внутренняя резьба или резьба на внешней поверхности катода. В случае изготовления катода для электронной пушки коаксиального типа производится обработка внешней поверхности, а резьба нарезается внутри катода.

Известен способ получения сложной композиционной системы, содержащей силициды титана, где получаемый композит на титановой связке содержит титанокерамическое армирование и состоит из: от 9% до 20% по массе кремния, от 2% до 13% по массе алюминия, от 0,01% до 15% по крайней мере, одного элемента из группы, состоящей из циркония, хрома, молибдена, углерода, бора, и остальное - титан. При этом композит на титановой связке, в котором армирование состоит из силицида титана, изготовлен путем быстрого затвердевания с последующим компактированием или последующей горячей формовкой. Данный композит, в котором армирование выбирается из группы, состоящей из

$Ti_5Si_3$ ,  $(Ti, Zr)_5(Si, Al)_3$ ,  $Ti_3Si$  и  $Ti_3Al$ , может быть изготовлен методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза -СВС [2].

При этом выполняется постадийная многоступенчатая термическая обработка для достижения оптимизации свойств композита на титановой связке, содержащего эвтектически сформированное титанокерамическое армирование, содержащего титан, кремний, алюминий и др., которая состоит из следующих этапов: а) помещение композита в первую печь, предварительно нагретую до температуры в пределах от 750 до 850°C на заданное время, б) извлечение композита после истечения заданного времени из первой печи, в) помещение композита немедленно после этого во вторую печь, предварительно нагретую до температуры в пределах от 980 до 1070°C на заданное время, г) извлечение композита по истечении заданного времени из второй печи, и д) повторение указанного термического цикла такое число раз, которое достаточно для того, чтобы все метастабильные фазы композита распались. Способ предусматривает не менее 30 повторений термического цикла.

Известный способ является весьма затратным и трудоемким. Кроме того, получаемый материал не может быть использован в качестве катодов для ионно-плазменного нанесения покрытий.

Известен способ получения композиционного катода, который включает приготовление порошковой смеси, прессование заготовок, последующее их спекание в вакууме, при этом порошковую смесь готовят из порошков титана и легирующего компонента, выбранного из группы: медь, кремний, при следующем соотношении компонентов: легирующий компонент, выбранный из группы медь, кремний, где содержание кремния ограничено 15 мас.%, титан остальное. Прессование заготовок осуществляют до пористости от 15 до 20%. Нагрев заготовок в вакуумной печи до температуры спекания осуществляют со скоростью 2-3 град/мин. Вакуумное спекание заготовок путем синтеза силицида титана

осуществляют в диапазоне температур 1000-1250°C. При температуре спекания заготовок осуществляют изотермическую выдержку 1-3 часа, при этом готовят шихту из порошков титана, силицида титана  $Ti_5Si_3$  при их дисперсности 50-160 мкм и соотношении, мас. %: силицида титана  $Ti_5Si_3$  [3].

Недостатком известного изобретения является то, что данный способ не позволяет получить катоды с допустимой пористостью (5-10%) при более высоком содержании кремния (10-30 мас. %).

В качестве прототипа принят способ получения силицидов титана восстановлением диоксида титана расплавленным кремнием. По данному способу порошки диоксида титана, диоксида кремния и оксида кальция смешиваются в соотношении 10:7:8 по массе и сплавляются с образованием шлака при 1500°C в графитовом тигле в индукционной печи. Затем в атмосфере аргона в расплав вносят требуемое количество чистого кремния. Восстановление силицида титана проводят в течение 5-17 ч. По данному способу порошки металлического титана и кремния чистоты 99,95%, крупностью от -0,072 мм до -0,019 мм помещают в цилиндрический сосуд синтез силицидов титана производят восстановлением смеси галогенидов титана и кремния в атмосфере инертного газа при нормальном давлении расплавленным цинком при температуре от 450 до 900°C [4].

Недостатком способа-прототипа является необходимость использования дорогостоящих мелкодисперсных порошков титана и кремния высокой чистоты и тщательной гомогенизации смеси порошков. Недостатками способа являются загрязнение полученных порошков силицидов титана непрореагировавшими частицами титана и кремния, большая продолжительность процесса.

Известное изобретение, как и известный уровень технологий не обеспечивает возможность получения литых беспористых катодов на основе

силицида титана в единой безвакуумной безшлаковой технологии совместно с токоподводящим электродом на основе медного сплава.

Кроме того, в процессе внесения в расплав требуемое количество чистого кремния после завершения реакции синтеза материал мишени отличается высоким уровнем внутренних напряжений, под действием которых часто происходит самопроизвольное разрушение мишеней.

Технический результат заявленного изобретения характеризует новый способ изготовления композиционного литого катода единой безвакуумной технологией из шихты заданного элементного состава и с последующим его использованием для получения кремнийсодержащих наноструктурных покрытий посредством вакуумно-дугового испарения или магнетронного распыления. Предлагаемая шихта для композиционного катода и способ его изготовления позволяет минимизировать конечную пористость и получить достаточно плотный катод при более высоком содержании кремния.

Указанный технический результат достигается также тем, что в способе получения композиционных катодов на основе силицидов титана для ионно-плазменного синтеза многокомпонентных наноструктурных покрытий, включающем шихтование фракционированных компонентов титана и кремния, электропереплавление шихтованных компонентов в графитсодержащем тигле в реакторе цилиндрического индуктора индукционной печи и синтез силицидов титана в инертной атмосфере, согласно изобретению, синтез силицидов титана осуществляют постадийно по технологии электропереплавления в составном графитсодержащем тигле, образованном двумя вертикально опертыми соосно друг на друга графитсодержащими тиглями, верхний из которых имеет самотечный сквозной донный канал с диафрагменной пробкой из компактного металлического титана:

- на первой стадии предварительно шихту обогащают фракционированной медью, при этом в нижнем графитсодержащем тигле

размещают компактированную шихту фракционной смеси (0,05-0,5) мм медь-кремний, а в верхнем графитсодержащем тигле со сквозным донным каналом с размещенным в нем запорной диафрагменной пробкой из компактного металлического титана размещают шихту фракционной смеси (0,05-0,5) мм медь-титан;

- на второй стадии – в верхнем графитсодержащем тигле осуществляют электропеплав до получения расплава компонентов титан – медь и при 1100-1400°C с последующим растворением запорной диафрагменной пробки из компактного металлического титана в расплаве компонентов медь - титан с одновременным электромагнитным перемешиванием до получения легкоплавкого заэвтектического сплава, при этом одновременно в нижнем графитсодержащем тигле осуществляют индукционный нагрев и электропеплав шихты медь – кремний с получением заэвтектического сплава;

- на третьей стадии - после получения легкоплавких заэвтектических сплавов, соответственно (медь - титан) и (медь – кремний) осуществляют непосредственно синтез силицидов титана путем самотека легкоплавкого сплава (медь - титан) через сквозной донный канал верхнего графитсодержащего тигля и смешения упомянутых жидких сплавов в нижнем графитсодержащем тигле с иницированием быстропротекающей экзотермической реакции в компоненте титана до достижения температуры 1600-2150°C образования силицидов со скоростью и временем образования до 50% силицидов титана в расплаве путем введения через сквозной донный канал верхнего графитсодержащего тигля легкоплавкого заэвтектического сплава медь - титан в расплавленную заэвтектическую смесь медь - кремний с образованием фаз силицидов титана и кремнистой бронзы.

- на четвертой стадии – при выключенном индукторе производят получение полупродукта для вакуумной мишени путем разделения по удельному весу сформированных продуктов реакции и последовательной

кристаллизации, соответственно, композита титан-кремний на основе силицида титана и полученного расплава компонентов медь – кремний на основе кремнистой бронзы во времени, за счет кантования составного графитсодержащего тигля на  $180^\circ$ .

Технический результат изобретения позволяет производить электрическое соединение изоморфно сращенного катода с его электродержателем-катодной ножкой путем электропереплава шихты с получением композиционного катода.

Сущность технологии изобретения заключается в следующем.

Получение композиционных катодов на основе силицидов титана для ионно-плазменного синтеза многокомпонентных наноструктурных покрытий, включает смешение и компактирование фракционированных компонентов титана, кремния и меди, поэтапный синтез силицидов титана, содержащего заэвтектически сформированное титанокерамическое армирование в составном графитсодержащем тигле, помещенным в индуктор реактора индукционной печи, в атмосфере инертного газа.

Способ получения композиционных катодов на основе силицидов титана для ионно-плазменного синтеза многокомпонентных наноструктурных силицидных покрытий, включает шихтование фракционированных компонентов титана и кремния, электропереплав шихтованных компонентов в графитсодержащем тигле в реакторе цилиндрического индуктора индукционной печи и синтез силицидов титана в инертной атмосфере, преимущественно аргона.

Согласно изобретению, синтез силицидов титана осуществляют постадийно по технологии электропереплава в составном графитсодержащем тигле, образованном двумя вертикально опертыми соосно друг на друга графитсодержащими тиглями, верхний из которых имеет самотечный сквозной донный канал с диафрагменной пробкой из компактного металлического титана:



- на первой стадии предварительно шихту обогащают фракционированной медью, при этом в нижнем графитсодержащем тигле размещают компактированную шихту фракционной смеси (0,05-0,5) мм медь-кремний, а в верхнем графитсодержащем тигле со сквозным донным каналом с размещенным в нем запорной диафрагменной пробкой из компактного металлического титана размещают шихту фракционной смеси (0,05-0,5) мм медь-титан;

- на второй стадии – в верхнем графитсодержащем тигле осуществляют электропеплав до получения расплава компонентов медь - титан и при 1100-1400°C с последующим растворением запорной диафрагменной пробки из компактного металлического титана в расплаве компонентов медь - титан с одновременным электромагнитным перемешиванием до получения легкоплавкого заэвтектического сплава, при этом одновременно в нижнем графитсодержащем тигле осуществляют индукционный нагрев и электропеплав шихты медь – кремний с получением заэвтектического сплава;

- на третьей стадии - после получения легкоплавких заэвтектических сплавов, соответственно, (медь - титан) и (медь – кремний) осуществляют непосредственно синтез силицидов титана путем самотека легкоплавкого сплава (медь - титан) через сквозной донный канал верхнего графитсодержащего тигля и смешения упомянутых жидких сплавов в нижнем графитсодержащем тигле с иницированием быстропротекающей экзотермической реакции в компоненте титана до достижения температуры 1600-2150°C образования силицидов со скоростью и временем образования до 50% силицидов титана в расплаве путем введения через сквозной донный канал верхнего графитсодержащего тигля легкоплавкого заэвтектического сплава медь - титан в расплавленную заэвтектическую смесь медь - кремний с образованием фаз силицидов титана и кремнистой бронзы.

- на четвертой стадии – при выключенном индукторе производят получение полупродукта для вакуумной мишени путем разделения по удельному весу сформированных продуктов реакции и последовательной кристаллизации, соответственно, композита титан-кремний на основе силицида титана и полученного расплава компонентов медь – кремний на основе кремнистой бронзы во времени, за счет кантования составного графитсодержащего тигля на  $180^\circ$ .

По изобретению предложены шихта для композиционного катода и способ изготовления композиционного катода системы титан-кремний, включающий получение инициатора катодной плазмы - катода на основе силицида титана  $Ti_5Si_3$  путем переходного сплавообразования, соединенного с катодной ножкой на основе кремнистой бронзы единой технологией в единую деталь.

Изобретение позволяет производить электрическое соединение изоморфно сращенного катода с его электродержателем-катодной ножкой путем электропереплава шихты с получением композиционного катода.

По сравнению с известным уровнем техники, изобретение решает задачу получения упомянутого электрического соединения, не механическим путем, например, при помощи резьбового, прессового, фасонного и т.п. соединений.

В новой конструкции композиционного катода кремний находится в связанном состоянии, соответственно, в виде силицида титана  $Ti_5Si_3$ , и в связанном состоянии в виде соединения кремний-медь или кремнистой бронзы-БрКд, величина электропроводности которой имеет существенное значение для композиционного катода, используемого для мишеней вакуумных установок напыления. Кремнистая бронза соответствует общеизвестному условию применения бронзовых сплавов в качестве электродных и проводящих, т.е. для электродов и проводников тока.

Кремнистая бронза характеризуется повышенной электро- и теплопроводностью и хорошей свариваемостью-БрКд. Среди многочисленных марок бронз, кремнистая бронза относится к группе сплавов с малым (0,3 – 1%) содержанием легирующих элементов. Они отличаются тем, что обладают практически такой же электро- и теплопроводностью, как и чистая медь, но при этом они имеют большую твердость, предел текучести, износостойкость, предел усталости, и сохраняют работоспособность до более высоких температур за счет повышенной (по сравнению с чистой медью) температуры начала рекристаллизации.

Пример конкретного применения изобретения. Новый способ включает следующую постадийную технологию:

а) приготовление дисперсной шихты из указанных фракционированных компонентов, соответственно (медь-титан), где титан (Ti) представлен в виде порошка титанового дисперсности 0,05-0,5 мм при содержании железа (Fe) не более 0,3%;

медь (Cu) в виде порошка медного ПМС по ГОСТ 4960-75, дисперсностью частиц менее 0,1мм с содержанием 72% частиц дисперсностью менее 0,045мм;

связующее - смола КФЖ или КФМТ-15, при шихтовке вводят, для технологичности компактирования, связующее до 1,0%;

кремний КР 0 молотый, дисперсности не более 0,2мм с содержанием железа не более 0,6%.

Приготовление дисперсной шихты из указанных выше компонентов, соответственно, (медь-титан), и (медь - кремний) осуществляют путем сухого перемешивания в течение 10 минут, с последующим добавлением связующего и перемешиванием со связующим в течение 5 минут.

Из полученной сыпучей массы компактированием прессуют таблетки диаметром 40мм, высотой 5-10 мм с усилием 5,0 тонн и удельным давлением  $400\text{кг/см}^2$ , до пористости порядка 15-20%

Таблетки (медь - кремний) для нижнего стакана составного графитосдержающего тигля имели состав, вес. %: кремний молотый- 28%, порошок меди-72%.

Таблетки (медь-титан) для верхнего стакана составного графитосдежащего тигля имели состав вес. %: порошок титана - 67%, включая расчетный вес запорной диафрагменной пробки из компактного металлического титана, размещаемой в донном сквозном канале верхнего стакана грфитосодержащего тигля, и порошок меди-33%,

б) компактирование полученных таблеток, из указанных выше компонентов шихты, осуществляют в реакторе индукционной печи, содержащем составной графитосдержащий тигель, образованный двумя графитосдержащими тиглями по сборочной вертикальной схеме: верхний графитосдержащий тигель расположен на нижнем графитосдержащий тигле, по следующей технологии: в графитосдержащий тигель загружают по  $25\text{см}^3$  таблеток в весовом отношении-в нижний графитосдержащий тигель загружают таблетки состава (медь- кремний) весом-142г, в верхний графитосдержащий тигель загружают таблетки состава (медь -титан) весом-120г.,

На второй стадии – после загрузки таблеток, из указанных выше компонентов шихты, в составной графитосдержащий тигель осуществляют нахолодно его продувку аргоном (Ar) в реакторе коаксиального индуктора индукционной печи в течение 10 мин с расходом до 5л/мин. После этого в верхнем графитосодержащем тигле осуществляют получение расплава компонентов медь - титан при  $1200.^{\circ}\text{C}$  с продувкой аргоном в течение 15 мини с расходом до 2л/мин, выдерживают при  $1200.^{\circ}\text{C}$  и производят растворение запорной диафрагменной пробки из компактного

металлического титана в расплаве компонентов медь - титан с одновременным электромагнитным перемешиванием до получения заэвтектического сплава и последующего его перетекания после растворения диафрагменной пробки из верхнего графитосодержащего тигля через его донный канал в нижний графитосодержащий тигель, где одновременно в нижнем графитосодержащем тигле путем индукционного нагрева и расплавления таблетированной шихты медь - кремний был получен заэвтектический сплав медь-кремний при 1200.°С.

На третьей стадии - после получения легкоплавких расплавов заэвтектических сплавов, соответственно, (медь - титан) и (медь - кремний) и перетекания эвтектики из верхнего графитосодержащего тигля в нижний графитосодержащий тигель в нем осуществляют непосредственно синтез силицидов титана путем смешения упомянутых заэвтектических сплавов с иницированием быстропотекающей (высокоскоростной) экзотермической реакции в компоненте титана до достижения 1600-2150°С - температуры образования силицидов титана со скоростью и временем растворения до 50% титана в расплаве путем введения заэвтектического сплава, соответственно, (медь - титан) в расплавленный заэвтектический сплав медь - кремний с образованием силицидов титана.

На четвертой стадии - при выключенном индукторе производят получение полупродукта для вакуумной мишени путем последовательной кристаллизации и разделения по удельному весу, соответственно, композита титан-кремний на основе полученного расплава компонентов медь - кремний, за счет кантования тигля на 180° через 5 минут после выключения индуктора, с одновременным охлаждением реактора до комнатной температуры при расходе аргона до 1л/мин.

После охлаждения реактора составной графитосодержащий тигель извлекают из реактора и из нижнего графитосодержащего тигля извлекают

композиционный катод мишени на основе силицида титана  $Ti_5Si_3$ , сращенного с катодной ножкой на основе кремнистой бронзы- БрКд.

Получаемый композиционный катод мишени на медной связке содержит титанокерамическое армирование собственно катода на основе силицида титана и содержит: от 30% до 37% по массе кремния, от 3% до 5% по массе меди и, по крайней мере, до 60% титана.

Изоморфно сращенный электродержатель для композиционного катода или ножка на основе кремнистой бронзы БрКд содержит от 0,8% до 1,2% по массе кремния, по крайней мере, до 98,8% меди.

Известно, что содержание кремния в осаждаемых покрытиях значительно меньше, чем в распыляемых катодах. Этот эффект обеднения покрытий кремнием возникает как результат селективного распыления кремния с поверхности растущего покрытия в условиях ионной бомбардировки, а степень его проявления зависит от энергии ионов, то есть от величины отрицательного смещения на подложке. При отрицательном смещении 230 вольт содержание кремния в покрытии уменьшается на порядок по сравнению с его содержанием в катоде. Поэтому для получения покрытий с оптимальным содержанием кремния 5-10 ат. % требуются катоды с содержанием кремния значительно большим, чем 10 ат. %. Катоды по известному уровню техники с таким содержанием кремния невозможно получить спеканием порошковых смесей титана и кремния из-за сильного объемного роста и большой остаточной пористости [5].

Использование процесса электропереплава таблетированных порошковых смесей титана-кремния-меди для получения композиционных катодов системы титан – кремний-изоморфно сращенная кремнистая бронза ранее не применялось. Об этом свидетельствует анализ технических решений в этой области техники.

Полученные катоды имеют однородную структуру, позволяет получать достаточно плотный катодный материал полученного композита с

содержанием кремния от 35 до 37% с изоморфно срощенной кремнистой бронзой, сохраняют свою исходную форму, не требуют дальнейшей термической обработки и пригодны для использования в оборудовании для нанесения ионно-плазменных покрытий на территории Беларуси и СНГ.

#### Источники информации

1 SU 1552910, H01J 1/30, опубл. 1995.07.25.

2. Заявка RU 95117989 A C22C 14/00, C22C 1/10, публ.20.11.1997.

3.RU 2421844 C1, H01J 1/46, C23C 14/00, публ. 20.06.2011.

4. Z.Chen, Y. Li, Y. Tan and K. Morita. Reduction of Titanium Oxide by Molten Silicon to Synthesize Titanium Silicide. Materials Transactions, Vol. 56, No. 11 (2015) pp. 1919-1922.

5.Кирюханцев-Корнеев Ф.В., и др. Структура и свойства Ti-Si-N покрытий, полученных магнетронным распылением СВС-мишеней // Физика металлов и металловедение, т. 97, №3, с. 96-103.

Проректор по научной  
работе



А.М. Маляревич

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ изготовления композиционных катодов на основе силицидов титана для ионно-плазменного синтеза многокомпонентных наноструктурных покрытий, включающий шихтование фракционированных компонентов титана и кремния, электропеплав шихтованных компонентов в графитсодержащем тигле в реакторе цилиндрического индуктора индукционной печи и синтез силицидов титана в инертной атмосфере, *отличающийся тем, что* синтез силицидов титана осуществляют постадийно по технологии электропеплава в составном графитсодержащем тигле, образованном двумя вертикально опертыми соосно друг на друга графитсодержащими тиглями, верхний из которых имеет самотечный сквозной донный канал с диафрагменной пробкой из компактного металлического титана:

- на первой стадии предварительно шихту обогащают фракционированной медью, при этом в нижнем графитсодержащем тигле размещают компактированную шихту фракционной смеси (0,05-0,5) мм медь-кремний, а в верхнем графитсодержащем тигле со сквозным донным каналом с размещенным в нем запорной диафрагменной пробкой из компактного металлического титана размещают шихту фракционной смеси (0,05-0,5) мм медь-титан;

- на второй стадии – в верхнем графитсодержащем тигле осуществляют электропеплав до получения расплава компонентов титан – медь и при 1100-1400°C с последующим растворением запорной диафрагменной пробки из компактного металлического титана в расплаве компонентов медь - титан с одновременным электромагнитным перемешиванием до получения легкоплавкого заэвтектического сплава, при этом одновременно в нижнем графитсодержащем тигле осуществляют индукционный нагрев и электропеплав шихты медь – кремний с получением заэвтектического сплава;



- на третьей стадии - после получения легкоплавких заэвтектических сплавов, соответственно (медь - титан) и (медь - кремний) осуществляют непосредственно синтез силицидов титана путем самотека легкоплавкого сплава (медь - титан) через сквозной донный канал верхнего графитсодержащего тигля и смешения упомянутых жидких сплавов в нижнем графитсодержащем тигле с инициированием быстропротекающей экзотермической реакции в компоненте титана до достижения температуры 1600-2150°C образования силицидов со скоростью и временем образования до 50% силицидов титана в расплаве путем введения через сквозной донный канал верхнего графитсодержащего тигля легкоплавкого заэвтектического сплава медь - титан в расплавленную заэвтектическую смесь медь - кремний с образованием фаз силицидов титана и кремнистой бронзы.

- на четвертой стадии - при выключенном индукторе производят получение полупродукта для вакуумной мишени путем разделения по удельному весу сформированных продуктов реакции и последовательной кристаллизации, соответственно, композита титан-кремний на основе силицида титана и полученного расплава компонентов медь - кремний на основе кремнистой бронзы во времени, за счет кантования составного графитсодержащего тигля на 180°.

Проректор по научной  
работе




*[Handwritten signature]*  
А.М. Маляевич

## ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ  
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42  
Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

201900012

Дата подачи: 19 ноября 2018 (19.11.2018)		Дата испрашиваемого приоритета:
Название изобретения: Способ изготовления композиционных катодов на основе силицидов титана для ионно-плазменного синтеза многокомпонентных наноструктурных покрытий		
Заявитель: БЕЛУРУССКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ		
<input type="checkbox"/> Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа) <input type="checkbox"/> Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)		
А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:		
МПК:	B22F 3/23 (2006.01) C22C 1/10 (2006.01) C22C 29/18 (2006.01) C01B 33/06 (2006.01)	СПК: B22F 3/23 (2013-01) C22C 1/10 (2013-01) C22C 29/18 (2013-01) C01B 33/06 (2013-01)
Согласно Международной патентной классификации (МПК) или национальной классификации и МПК		
Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:		
Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК) B22F 3/00, 3/24, C22C 1/00, 1/08, 1/10, 29/18, C01B 33/06, B22F 3/23		
Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:		
В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ		
Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	RU 2421844 C1 (УЧРЕЖДЕНИЕ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ПРОЧНОСТИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РАН) 20.06.2011, формула	1
A	RU 2569446 C1 (ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ПРОЧНОСТИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК) 27.11.2015, формула	1
A	WO 1999/019102 A1 (TOSOH SMD, INC. et al.) 22.04.1999	1
<input type="checkbox"/> последующие документы указаны в продолжении графы В		
<input type="checkbox"/> данные о патентах-аналогах указаны в приложении		
* Особые категории ссылочных документов:		
"А"	документ, определяющий общий уровень техники	"Т"
"Е"	более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее	"Х"
"О"	документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.	"У"
"Р"	документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета	"&"
"D"	документ, приведенный в евразийской заявке	"L"
"Т" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения "Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности "У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории "&" документ, являющийся патентом-аналогом "L" документ, приведенный в других целях		
Дата действительного завершения патентного поиска:		07 мая 2019 (07.05.2019)
Наименование и адрес Международного поискового органа:		Уполномоченное лицо :
Федеральный институт промышленной собственности РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб., д. 30-1. Факс: (499) 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА		 А.А. Никитин
		Телефон № (499) 240-25-91