



УКРАЇНА

(19) UA (11) 59251 (13) U
(51) МПК
C04B 35/563 (2006.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ЗНОСОСТІЙКОЇ КЕРАМІКИ В УМОВАХ ВИСОКИХ ТИСКІВ

1

2

(21) u201012125

(22) 13.10.2010

(24) 10.05.2011

(46) 10.05.2011, Бюл.№ 9, 2011 р.

(72) ТОНКОШКУРА МИХАЙЛО ОЛЕКСАНДРОВИЧ,
СТРАТИЙЧУК ДЕНИС АНАТОЛІЙОВИЧ, СМІРНО-
ВА ТАМАРА ІВАНІВНА, ТУРКЕВИЧ ВОЛОДИМИР
ЗИНОВІЙОВИЧ(73) ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ.
В.М.БАКУЛЯ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК
УКРАЇНИ(57) 1. Спосіб отримання зносостійкої кераміки в
умовах високих тисків, який передбачає

формування карбідної маси, що складається з карбіду бору та алюмінію, нагрівання цієї маси до температури, достатньої для плавлення алюмінію, і витримці при цій температурі, який **відрізняється** тим, що одержання композиційного матеріалу проводять при тиску не менше 2,0 ГПа, а як захисне середовище використовують hBN.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що процес отримання матеріалу на основі карбіду бору проводять із використанням апарату високого тиску типу "тороїд".

Корисна модель відноситься до області порошкової металургії та стосується отримання керамічного матеріалу на основі карбіду бору, який може використовуватись, наприклад, як зносостійка керамічна вставка в форсунках для спалювання твердого палива.

Найбільш близьким за технічною суттю до винаходу є спосіб отримання композиційної кераміки на базі карбіду бору з добавками (С.Н. Liu; Structure and properties of boron carbide with aluminum incorporation; Materials Science and Engineering B72 (2000) pp. 23-26), який передбачає змішування порошку карбіду бору та алюмінію із вмістом алюмінію: 5, 10, 15, 20% мас, нагрівання отриманої суміші при тиску 45 МПа та температурі 1820 К протягом 1 год в атмосфері аргону.

Основними недоліками способу отримання композиційної кераміки на базі карбіду бору з добавками є довготривалість процесу та використання високовартісного газу-аргону, який потрібно постійно подавати в великих кількостях, слідуючи при цьому за вмістом в ньому кисню. Проведення процесу в умовах способу за прототипом також призводить до надлишкових витрат електроенергії, яка потрібна для підтримання високої температури (1547°C) протягом досить тривалого часу - 1 год, а використання доволі низьких тисків (45 МПа) сприяє утворенню керамічного матеріалу із надлишковою пористістю і, як наслідок, незначною міцністю.

В основу винаходу поставлено завдання такого удосконалення способу одержання кераміки на основі карбіду бору, при якому, завдяки використанню тиску не менше 2,0 ГПа та проведенню процесу спікання в середовищі hBN, значно знижено час спікання, зменшено кінцеву пористість матеріалу та підвищено його міцність.

Поставлене завдання вирішується тим, що у способі отримання композиційного матеріалу на основі карбіду бору в умовах високих тисків, який передбачає формування карбідної маси, що складається з карбіду бору та алюмінію, нагрівання цієї маси до температури, достатньої для плавлення алюмінію і витримці при цій температурі, згідно винаходу, одержання композиційного матеріалу проводять при тиску не менше 2,0 ГПа, в якості захисного середовища використовують hBN, а процес проводять із використанням апарату високого тиску типу "тороїд".

У запропонованому способі, завдяки використанню високого тиску для отримання кераміки на базі карбіду бору та використання захисного шару із гексагонального нітриду бору, з'являється можливість отримувати кераміку на базі карбіду бору із низькою пористістю, при одночасному зменшенні часу отримання приблизно у 80 разів, виключення необхідності використання газового обладнання та високовартісних колонок очищення аргону від кисню. Використання апарату високого тиску типу "тороїд" дозволяє отримувати безпосередньо піс-

(13) U
(11) 59251
(19) UA

ля спікання керамічні зразки невеликих розмірів, що виключає в подальшому операцію механічної дефрагментації високотвердого B_4C . Слід зазначити, що використання тиску менше 2,0 ГПа призводить до збільшення температури та часу спікання, а також до збільшення пористості та зменшення густини матеріалу.

Як відомо, для алюмінію характерна лінійна залежність об'єму від температури, а застосування високого тиску призводить до незначного збільшення температури його плавлення. Із літературних джерел відомо, що в умовах високих тисків активні процеси твердофазного спікання B_4C починаються при температурах 1200-1600°C, що відповідає температурі плавлення алюмінію при 8 ГПа. Таким чином застосування високих тисків дає можливість одночасно сформувати висококомпактну вихідну суміш та розпочати спікання при температурах, за яких процеси консолідації стають доволі активними. Використання оболонки із hBN при спіканні керамічного матеріалу не дозволяє частинкам B_4C взаємодіяти із графітовим нагрівником і, як наслідок, впливати на його електрофізичні характеристики. При цьому процес спікання проходить в стабільних баротермічних умовах, а керамічний продукт має правильну геометричну форму.

На рисунку представлено схему комірки високого тиску, в якій було проведено експерименти з отримання кераміки на базі карбіду бору в умовах високих тисків.

Суміш вихідних компонентів було розташовано в центральній частині (1), як тепло- та електроізолюючі торцеві диски використано кераміку із ZrO_2 (3); нагрівання здійснено шляхом пропускання електричного струму через графітовий нагрівник (4). Для усунення контакту суміші з графітовим нагрівником використано екрани із втулки та дисків hBN (7, 2). Таким чином, вихідну реакційну суміш було ізолювано від матеріалу контейнера та в подальшому піддано дії високого тиску та температури.

Приклади конкретної реалізації пропонованого способу

Приклад 1

Для приготування кераміки використано мікропорошок карбіду бору (99,9%) Донецького заводу хімреактивів (отриманого карботермічним методом) та порошок алюмінію (99,9%) із дисперсністю 1-2 мм виробництва фірми Merck. Шляхом ретельного перемішування (без використання рідких середовищ) та попереднього компактування виготовлено брикети, які містили 5% мас Al та 95% мас B_4C . Після цього циліндричні брикети розміщували

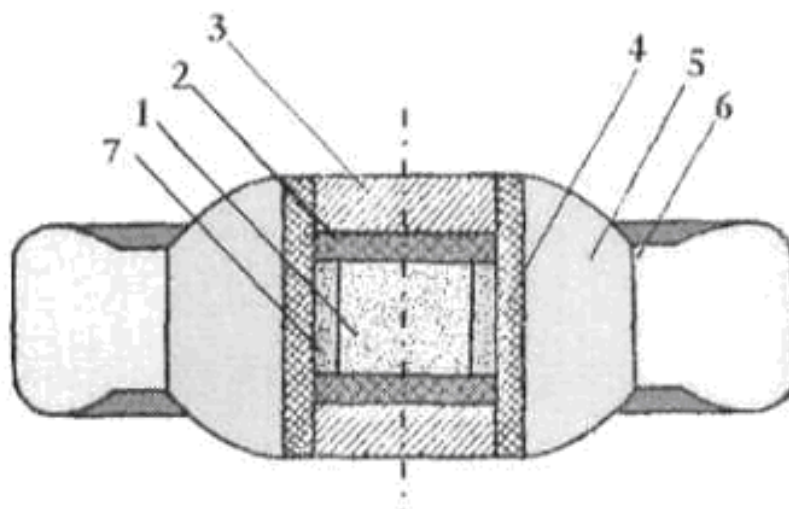
в центральній частині апарата високого тиску типу "тороїд" (див. Фіг.) та спікали протягом 45 с при тиску 8 ГПа і температурі 2100°C. Загартування зразків від високої до кімнатної температури здійснено шляхом різкого відключення нагріву при тиску 8 ГПа. Зразки отриманого керамічного матеріалу на основі карбіду бору мали такі розміри: діаметр 5,0 мм, висота 3,0 мм.

Приклад 2

Для приготування кераміки використано мікропорошок карбіду бору (99,9%) Донецького заводу хімреактивів (отриманого карботермічним методом) та порошок алюмінію (99,9%) із дисперсністю 1-2 мм виробництва фірми Merck. Шляхом ретельного перемішування (без використання рідких середовищ) та попереднього компактування виготовлено брикети які містили 15% мас Al та 85% мас B_4C . Після цього циліндричні брикети розміщували в центральній частині апарата високого тиску типу "тороїд" (див. Фіг.) та спікали протягом 45 с при тиску 2 ГПа і температурі 1400°C. Загартування зразків від високої до кімнатної температури здійснено шляхом різкого відключення нагріву при тиску 2 ГПа. Зразки отриманого композиційного матеріалу на основі карбіду бору мали такі розміри: діаметр 6,0 мм, висота 4,0 мм. Після спікання було проведено хімічну обробку спечених зразків для очищення від залишків матеріалу контейнера.

Оптимальна для отримання даного матеріалу в зазначених умовах кількість алюмінію підібрана експериментальним шляхом. Відхилення від наведених інтервалів не призводить до суттєвих змін фізико-механічних характеристик матеріалу та не впливає на умови його отримання, а лише може дещо ускладнити виготовлення комірки високого тиску. Так використання значно менших кількостей алюмінію призводить до ускладнень виготовлення однорідних сумішей та пресування дисків заданих розмірів, а також необхідністю використовувати ваги із більш високим класом точності. Завелика його кількість може призводити до просочування його через захисний шар нітриду бору та попадання в контактну зону графітового нагрівника. Значення високого тиску не менше 2 ГПа, лімітовано конструкцією комірки високого тиску, яка не дозволяє проводити спікання при більш низьких тисках.

Запропонована технологія дозволяє, із високою ефективністю отримувати циліндричні зразки необхідного розміру за невеликі проміжки часу виключаючи при цьому використання високовартісних інертних газів, технологій їх очищення, а також проведення процесів спікання протягом тривалого часу.



- 1 - вихідний порошок $B_4C + Al$;
- 2 - диски із hBN;
- 3 - торцеві диски із ZrO_2 ;
- 4 - графітовий нагрівник;
- 5 - втулка із блочного $CaCO_3$;
- 6 - кільце із пресованого $CaCO_3$;
- 7 - захисна втулка із hBN.

Схема комірки високого тиску (КВТ)

Фіг.