



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **112563** (13) **U**  
(51) МПК (2016.01)  
**C04B 35/58** (2006.01)  
**C22C 32/00**

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

<b>(21)</b> Номер заявки: <b>u 2016 05619</b>	<b>(72)</b> Винахідник(и): <b>Пріхна Тетяна Олексіївна (UA),</b> <b>Сербенюк Тетяна Богданівна (UA),</b> <b>Свердун Володимир Богданович (UA)</b>
<b>(22)</b> Дата подання заявки: <b>25.05.2016</b>	
<b>(24)</b> Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>26.12.2016</b>	<b>(73)</b> Власник(и): <b>ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ. В.М. БАКУЛЯ НАН УКРАЇНИ,</b> вул. Автозаводська, 2, м. Київ, 04074 (UA), <b>Пріхна Тетяна Олексіївна,</b> вул. Вишгородська, 33, кв. 20, м. Київ, 04074 (UA), <b>Сербенюк Тетяна Богданівна,</b> пр. Г. Гонгадзе, 9-а, кв. 105, м. Київ, 04208 (UA), <b>Свердун Володимир Богданович,</b> пр. Г. Гонгадзе, 9-а, кв. 105, м. Київ, 04208 (UA)
<b>(46)</b> Публікація відомостей про видачу патенту: <b>26.12.2016, Бюл.№ 24</b>	

**(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ КЕРАМІЧНОГО МАТЕРІАЛУ****(57) Реферат:**

Спосіб виготовлення керамічного матеріалу включає процес виготовлення шихти шляхом змішування порошкоподібних нітриду алюмінію (непровідна тугоплавка складова), оксиду металу та електропровідної складової, наступного пресування шихти та спікання з витримкою при високій температурі. Як оксид металу використовують оксид ітрію. Як електропровідну складову - карбід кремнію. Шихту змішують протягом 6 хв., пресують і спікають в атмосфері азоту при температурах 1850-1900 °С з витримкою при максимальній температурі протягом 60 хв.

**UA 112563 U**



Корисна модель належить до способу виготовлення керамічного матеріалу, який може використовуватись для поглинання НВЧ-випромінювання, переважно в електронних приладах і спеціальних вимірювальних пристроях великої потужності.

Відома найбільш близька по технічній суті до пропонованої шихта для виготовлення керамічного матеріалу (див. авт. св. № 1159282, МПК 5 C04B 35/58, C22C 32/00, опубл. 15.06.94 Бюл. № 11), що містить такі компоненти, мас. %: як непровідну тугоплавку складову нітрид алюмінію 38...58,5, як електропровідну тугоплавку складову молібден або вольфрам 40...60, як оксид металу - оксид кальцію 1...2. Заготовки після пресування спікали в азотно-водневому середовищі при співвідношенні азот:водень 2-3:1 при температурі 1650-1750 °C з витримкою при максимальній температурі 30-60 хв.

Керамічний матеріал, виготовлений з цієї шихти містить електропровідний компонент (Мо або W), який здатний поглинати електромагнітне випромінювання. Та високі значення діелектричної проникності  $\epsilon$  (44-49) і тангенсу кута діелектричних втрат  $\tan \delta$  (0,5-0,9) обумовлюють високий рівень ослаблення лише мікрохвиль середньої інтенсивності. При випромінюванні мікрохвиль високої інтенсивності не забезпечується високий рівень поглинання через значне відбивання мікрохвиль від поверхні. Також, наявність великої кількості (до 60 мас. %) тугоплавкого металу (Мо або W) призводить до підвищення густини і, як наслідок, збільшення ваги, а також собівартості деталей з такого матеріалу.

В основу корисної моделі поставлено задачу такого удосконалення способу виготовлення керамічного матеріалу, при якому за рахунок зміни електропровідної добавки, оксиду металу і кількісного складу всіх компонентів шихти, забезпечується високий рівень поглинання мікрохвильового випромінювання високої інтенсивності, при мінімальному відбиванні, а також забезпечується відмова від використання важких металів (Мо або W), і як наслідок, зниження ваги та собівартості виробів з матеріалу-поглинача в цілому, що робить технологію виготовлення керамічного матеріалу екологічно прийнятною.

Для вирішення цієї задачі у способі виготовлення керамічного матеріалу, який включає процес виготовлення шихти шляхом змішування порошкоподібних нітриду алюмінію (непровідна тугоплавка складова), оксиду металу та електропровідної складової, наступного пресування шихти та спікання з витримкою при високій температурі, згідно з корисною моделлю, для виготовлення шихти використовують як оксид металу - оксид ітрію, а як електропровідну складову - карбід кремнію, у наступному співвідношенні, мас. %:

AlN	44...49;
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5...6;
SiC	46...50,

шихту змішують протягом 6 хв., пресують і спікають в атмосфері азоту при температурах 1850-1900 °C з витримкою при максимальній температурі протягом 60 хв.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляється, та технічними результатами, які досягаються при її реалізації, полягає в наступному: компонент, що вводимо (SiC), напівпровідний, це призводить до утворення композиту з керамічною непровідною фазою з включеннями напівпровідної фази. Введення SiC саме в межах від 46 до 50 % обумовлює високий рівень поглинання мікрохвильового випромінювання. Крім цього забезпечується значне зниження питомої ваги шихти для виготовлення керамічного матеріалу до  $3,12 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup>, на відміну від шихти, що містить Мо і W ( $4,95 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup> і  $5,73$  кг/м<sup>3</sup>), після спікання веде до зниження питомої ваги композиту. Важливим фактором є те, що запропонована складова (SiC) економічно доступна та екологічно не шкідлива. Введення оксиду ітрію, як оксидну добавку, забезпечує високий рівень теплопровідності матеріалів на основі нітриду алюмінію, за рахунок очищення нітриду алюмінію від кисню, через утворення алюмоітрієвого гранату Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>.

Для експериментальної перевірки електромагнітних характеристик керамічного матеріалу, що заявляється, були виготовлені зразки, які шліфували у розмір: зовнішній діаметр 15 мм, внутрішній діаметр 5 мм, висота 3 мм. Вибір певної форми або розмірів зразків на вихідний результат істотно не впливає.

Приклали конкретної реалізації корисної моделі.

Приклад 1.

Зразок керамічного матеріалу отримували з шихти, наступного складу, мас. %:

нітрид алюмінію	48
карбід кремнію	47
оксид ітрію	5.

Компоненти шихти змішували та розмелювали протягом 6 хв. в планетарному активаторі. Після цього суміш пресували і спікали в вакуумній печі в атмосфері азоту при температурі 1850 °C з витримкою при максимальній температурі протягом 60 хвилин. Приклади 2-4

отримували тим самим способом, але з іншим складом компонентів шихти. Так, у Прикладі 2 зразок виготовляли, використовуючи наступний склад шихти, мас. %:

нітрид алюмінію	49
карбід кремнію	46
оксид ітрію	5.

Зразки у Прикладі 3 та Прикладі 4 мали склад шихти, мас. %:

нітрид алюмінію	48
карбід кремнію	46
оксид ітрію	6

та

нітрид алюмінію	44
карбід кремнію	50
оксид ітрію	6,

5 відповідно.

Саме при такому способі виготовлення керамічного матеріалу і при даних складах шихти досягається структура, в якій зерна SiC розташовані рівномірно, а прошарки алюмоітрієвого гранату, що міститься на міжфазних границях, перешкоджають взаємодії AlN і SiC. Внаслідок цього матеріал здатен більше поглинати НВЧ-випромінювання, ніж відбивати. Висока щільність зразків досягається при температурі спікання 1850-1900 °С в атмосфері азоту з витримкою 60 хв. Зменшення температури спікання до 1800 °С або зменшення витримки не забезпечує достатньої усадки матеріалів в процесі спікання, що призводить до підвищення пористості зразків. При збільшенні температури спікання більше 1900 °С також підвищується пористість зразків ймовірно за рахунок виділення газоподібних продуктів (SiO, Al<sub>2</sub>O, YO, CO).

10 Якщо вміст карбіду кремнію у шихті перевищує 50 мас. %, у структурі матеріалу утворюється суцільний каркас із зерен SiC, внаслідок чого збільшується відбивання та падає здатність матеріалу поглинати НВЧ-випромінювання. При додаванні менше 46 мас. % SiC одержані зразки характеризуються низькою поглинаючою здатністю. Керамічні матеріали, до складу яких входило більше 6 мас. % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> мали низьку густину, а при додаванні менше 5 мас. % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> у структурі матеріалу відбувалось значне утворення твердих розчинів AlN-SiC, через малу кількість прошарків алюмоітрієвого гранату (внаслідок взаємодії Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> і Al), що утворюється на міжфазних границях і перешкоджає дифузії AlN і SiC.

15 Змішування і розмел шихти тривалістю 6 хв. забезпечує надійне перемішування компонентів та формування однорідної структури керамічного матеріалу в процесі спікання. При зменшенні часу розмелу не відбувається достатнього перемішування, а при збільшенні часу спостерігається значне подрібнення напівпровідної складової шихти (SiC). Через таке збільшення питомої поверхні зерен SiC у структурі відбувається формування суцільного каркасу із зерен SiC, внаслідок чого зменшується питомий опір зразка та збільшується інтенсивність відбивання НВЧ-випромінювання.

20 Порівняльні вимірювання властивостей отриманих керамічних матеріалів проводили на частоті (9,5-10,5) ГГц при температурі 20 °С.

Результати випробувань зразків керамічного матеріалу наведені в таблиці.

25 З таблиці видно, що розроблені матеріали мають високу поглинаючу здатність, а густина керамічних матеріалів зменшилась в 1,58 рази по відношенню до кераміки AlN-Mo-CaO і в 1,84 по відношенню до кераміки AlN-W-CaO.

30 Ефективність пропонованої корисної моделі підтверджено науково-експериментальними дослідженнями проведеними в НТАК "АЛКОН" НАН України.

## Результати випробувань зразків керамічного матеріалу

Об'єкт випробувань	№	Склад шихти, мас. %						Властивості керамічного матеріалу		Примітки
		Діелектрична складова	Електропровідна складова			Оксид металу		Густина, $10^3 \text{ кг/м}^3$	Ступінь поглинання, дБ/см	
			AlN	SiC	Mo	W	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Склад, який заявляється	1	48	47	-	-	5	-	3,12	33	-
	2	49	46	-	-	5	-	3,13	33	-
	3	48	46	-	-	6	-	3,13	35	-
	4	44	50	-	-	6	-	3,12	42	-
Склад за прототипом	6	49	-	50	-	-	1	4,95	25	-
	7	49	-	-	50	-	1	5,73	24	Висока густина Низьке поглинання

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб виготовлення керамічного матеріалу, який включає процес виготовлення шихти шляхом змішування порошкоподібних нітриду алюмінію (непровідна тугоплавка складова), оксиду металу та електропровідної складової, наступного пресування шихти та спікання з витримкою при високій температурі, який **відрізняється** тим, що для виготовлення шихти використовують як оксид металу - оксид ітрію, а як електропровідну складову - карбід кремнію, у наступному співвідношенні, мас. %:
- 10 AlN 44...49  
Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 5...6  
SiC 46...50,  
причому шихту змішують протягом 6 хв., пресують і спікають в атмосфері азоту при температурах 1850-1900 °С з витримкою при максимальній температурі протягом 60 хв.

Комп'ютерна верстка О. Рябо

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601