



УКРАЇНА

(19) UA (11) 25282 (13) C2

(51) 6 C04B35/5831, C22C29/16

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ШИХТА ДЛЯ КЕРАМІЧНОГО МАТЕРІАЛУ

1

2

(21) 97073871

(22) 21 07 1997

(24) 15 05 2002

(46) 15 05 2002, Бюл. № 5, 2002 р

(72) Новіков Микола Васильович, Шульженко
Олександр Олександрович, Беженар Микола Пав-
лович, Божко Світлана Андрівна(73) Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М.Бакуля
НАН України

(56) SU 1743229, A2, 15 07 1994

FR 2144426, A, 09 02 1973

US 4343651, A, 10 08 1982

EP 0228693, A2, 15 07 1987

(57) Шихта для керамічного матеріалу, що містить кубічний нітрид бору і алюміній, яка відрізняється тим, що додатково містить магnezіально-глиноземисту шпінель, при цьому розмір зерен кубічного нітриду бору у шихті не менше 3 мкм, а розмір зерен магnezіально-глиноземистої шпінелі не перевищує 1 мкм при такому співвідношенні компонентів шихти, мас. %

кубічний нітрид бору	90-98
алюміній	1,5-9,9
магnezіально-глиноземиста шпінель	0,1-0,5

Винахід стосується області одержання керамічних матеріалів, а саме шихти для спікання таких матеріалів і може бути використаний при спіканні матеріалів на основі кубічного нітриду бору в умовах високих тиску і температури.

Найбільш близькою за технічною суттю до запропонованої є шихта для керамічного матеріалу (див. Патент Франції № 2144426, МПК В24D11/00, опубл. 9 02 73), що містить кубічний нітрид бору з розміром зерен від 1 до 100 мкм і металеву фазу, яка складається з алюмінію і у всякому разі одного елемента, вибраного з групи, що містить нікель, кобальт, марганець, залізо, ванадій, хром, а загальна кількість металевої фази складає по масі більш за 1% відносно маси кубічного нітриду бору.

При відтворенні складу шихти і способу спікання згідно патенту Франції № 2144426 недоліками отриманого керамічного матеріалу були його недостатня міцність, що викликано формуванням такої структури, коли зерна кубічного нітриду бору при спіканні не утворюють неперервний каркас, а розташовані у матриці з металево-керамічної фази.

В основу винаходу поставлено задачу такого вдосконалення шихти для керамічного матеріалу, при якому завдяки вибору компонентів, їх співвідношення у шихті, а також розміру зерен деяких компонентів, забезпечується технічний результат - зниження температури просочення шихти і отримання структури з неперервним каркасом кубічного нітриду бору і рівномірно розташованою зв'язкою, і як наслідок такої структури - підвищення

міцності матеріалу.

Задача вирішується тим, що шихта для керамічного матеріалу, що містить кубічний нітрид бору і алюміній, згідно винаходу додатково містить магnezіальне - глиноземисту шпінель, при цьому розмір зерен кубічного нітриду бору у шихті не менше 3 мкм, а розмір зерен магnezіально-глиноземистої шпінелі не перевищує 1 мкм, при співвідношенні компонентів шихти (мас. %)

кубічний нітрид бору	90 - 98,
алюміній	1,5 - 9,9,
магnezіально-глиноземиста шпінель	0,1 - 0,5

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляється, і технічним наслідком, що досягається, полягає у наступному.

Експериментальне доведено, що при високому тиску температура змочування алюмінієм магnezіально-глиноземистої шпінелі ($MgAl_2O_4$) нижча за таку для кубічного нітриду бору (КНБ). Якщо розмір зерен $MgAl_2O_4$ менше розміру зерен КНБ, то при приготуванні шихти відбувається обволікання зерен КНБ більш дисперсною фазою - порошком $MgAl_2O_4$. Експериментальне визначено, що це досягається, якщо у шихті розмір зерен КНБ становить не менше як 3 мкм, а максимальний розмір зерен $MgAl_2O_4$ - 1 мкм. У такому разі може бути досягнуто рівномірне просочування алюмінієм шихти на ранніх етапах спікання при температурі і тиску, що відповідають змочуванню алюмінієм магnezіально-глиноземистої шпінелі і незмочуванню кубічного нітриду бору.

(13) C2

(11) 25282

(19) UA

Це сприяє тому, що після спікання отримують структуру з неперервним каркасом кубічного нїтриду бору і рівномірно розташованою зв'язкою, що утворюється внаслідок хімічних реакцій між кубічним нїтридом бору і алюмінієм. Така структура сприяє підвищенню міцності матеріалу.

Магнезійно-глиноземиста шпінель не вступає в хімічну взаємодію з іншими компонентами шихти, але її присутність сприяє тому, що нїтрид алюмінію і бориди алюмінію, які викристалізуються з розплаву, створюють зв'язку з більш дисперсною гомогенною структурою, що також сприяє підвищенню міцності матеріалу.

Межі вмісту кубічного нїтриду бору і алюмінію у шихті визначено експериментально, виходячи з поставленої мети - підвищення міцності матеріалу.

Нижній вміст КЕБ (і відповідно верхній вміст алюмінію) обмежено умовою створення неперервного каркасу КНБ, що забезпечує міцність матеріалу.

Верхній вміст КНБ (і відповідно нижній вміст алюмінію) обмежено, щоб не допустити зниження міцності внаслідок створення високих термічних напруг і недостатньої їх релаксації.

Верхню межу вмісту магнезійно-глиноземистої шпінелі вибрано так, щоб присутність у структурі після спікання фази $MgAl_2O_4$, що має меншу в порівнянні з іншими фазами міцність, не впливала практично на міцність кераміки. Нижня межа вмісту така, що забезпечує досягнення технічного ефекту.

Обмеження максимального розміру зерен магнезійно-глиноземистої шпінелі пов'язано із зменшенням міцності керамічного матеріалу при

наявності у структурі локальних зон розміром $> 1\text{мкм}$ такої фази, що має низьку міцність.

Обмеження мінімального розміру зерен КНБ пов'язане із схильністю до грудкування порошоків з розміром зерен $< 3\text{мкм}$, що ускладнює процес обволікання таких зерен. Експериментально доведено, що у таких випадках технічний ефект не було досягнуто.

Приклади конкретного застосування винаходу наведено у таблиці.

Приклади

Було взято порошок кубічного нїтриду бору з розміром зерен 3 - 40 мкм (92 мас. %), порошок алюмінію (7,7 мас. %), порошок магнезійно-глиноземистої шпінелі з розміром зерен $< 1\text{мкм}$ (0,3 мас. %). Змішування шихти було виконано звичайними методами порошкової металургії у кульових млинах. Спікання виконували у апараті високого тиску типу тороїд при тиску 8 ГПа, температурі 1800°C протягом 90с. Отримано зразки керамічного матеріалу у вигляді пластин діаметром 7мм, висотою 3,5мм. Міцність визначали при випробуванні на згин зразків (пластин діаметром 6мм, висотою 1мм), вільно опертих по контуру. Вона становила 700 ГПа.

Приклади 1 - 4 наведено для тих випадків, що стосуються заявлених ознак. Приклади 5 - 10 - за межами заявлених ознак. Приклад 11 - відтворення шихти по прототипу. Умови реалізації заявленого винаходу у всіх прикладах були ідентичними.

Як видно з таблиці, використання винаходу, що заявлений, - шихти для керамічного матеріалу, дає можливість підвищити міцність керамічного матеріалу на 12 - 22% у порівнянні з прототипом.

Таблиця

Приклади	№	Склад шихти					Міцність, ГПа
		Кубічний нітрид бору		Алюміній	Магнезійно-глиноземиста шпінель		
		мас. %	мкм	мас. %	Мас. %	мкм	
Винахід, що заявлено	1	92	3 - 40	7,7	0,3	≤ 1	700
	2	98	3 - 5	1,9	0,1	≤ 1	600
	3	90	3 - 5	9,9	0,1	≤ 1	650
	4	98	3 - 40	1,5	0,5	≤ 1	640
	5	89	3 - 40	10,7	0,3	≤ 1	570
	6	99	3 - 40	0,9	0,1	≤ 1	480
	7	90	3 - 5	9,0	1,0	≤ 1	500
	8	99	3 - 40	0,95	0,05	≤ 1	570
	9	98	2 - 3	1,9	0,1	≤ 1	500
	10	92	3 - 40	7,5	0,5	1 - 2	510
	Патент Франції № 2144426	11	90	3 - 5	5*	-	

*) Шихта по прототипу додатково містила 5 мас. % заліза.

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)

вул. Сім'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна

(044) 456 - 20 - 90

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»

вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна

(044) 216 - 32 - 71