



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38016 (13) A

(51) 7 B28B3/20

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ЩІЛЬНИКОВОЇ СТРУКТУРИ

(21) 2000052796

(22) 16.05.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Наливка Григорій Данилович

(73) Закрите акціонерне товариство "Укрнадрасервіс"

(57) 1. Спосіб виготовлення щільникової структури, який передбачає виготовлення пластичної маси з матричного порошку і зв'язки, формовання з неї заготовки виробу шляхом екструзування, попереднє спікання для відгонки зв'язки і кінцеве спікання, який **відрізняється** тим, що як зв'язку використовують петролатум у кількості 18-30% від маси матричного порошку, а попереднє спікання здійснюють узасипці заготовки адсорбентом.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що у зв'язку додають одну з жирних кислот, у кількості 0,2-1,3% від маси матричного порошку.

3. Спосіб за пп. 1, 2, який **відрізняється** тим, що як жирну кислоту використовують олеїнову кислоту.

4. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що як адсорбенти використовують мертель і лігнін, при цьому центральну частину заготовки з каналами не більше 2 мм засипають лігніном, периферію - мертелем, а заготовку з каналами не більше 2 мм - мертелем, або сумішшю мертелю і лігніну у співвідношенні від 2:3 до 3:2.

5. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що у пластичну масу додатково вводять лігнін у кількості 18-22% від маси матричного порошку.

6. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що виготовлену пластичну масу перед формованням стабілізують шляхом нагрівання її при температурі 32-40°C.

7. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що як матричний порошок використовують суміш порошків кристалічного кремнію з розміром зерен не більш 40 мкм з оксидом алюмінію, при наступному співвідношенні компонентів, (мас.%):

кристалічний кремній 85-90

оксид алюмінію 10-15

а кінцеве спікання заготовки здійснюють шляхом азотування при температурі 1250-1380°C протягом 1,5-2 годин.

8. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що як матричний порошок використовують суміш порошків кристалічного кремнію і нітриду алюмінію, при наступному співвідношенні компонентів, (мас.%):

кремній 30-60

нітрид алюмінію 40-70

а кінцеве спікання заготовки здійснюють шляхом азотування при температурі 980-1400°C протягом 1,5-2,0 годин.

9. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що як матричний порошок використовують заевтектичний сплав кремнію і алюмінію у розмеленому до порошку зернистістю не більше 40 мкм вигляді, при наступному співвідношенні компонентів, (мас.%):

алюміній 40-70%

кремній залишок

а кінцеве спікання заготовок здійснюють шляхом азотування у потоці азоту з надмірним тиском 0,1-0,2 МПа за двоступінчатим режимом: 1 ступінь - нагрівання до 800-1100°C протягом 1,5-2,0 годин, 2 ступінь - нагрівання до 1200-1380°C протягом 0,8-1,2 годин.

10. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що як матричний порошок використовують нітрид алюмінію і нітрид титану, при цьому пластичну масу з них виробляють окремо, розміщують пошарово чи концентричне, а формують разом, кінцеве спікання здійснюють у газоподібному азоті з залишком 0,1-0,2 МПа при температурі 1700-1820°C протягом 1,5-2,0 годин.

11. Спосіб за будь-яким з пп. 7-9, який **відрізняється** тим, що виріб, отриманий після кінцевого спікання, обробляють розчином соляної кислоти з водою у співвідношенні від 0,8-1,2 до 1,8-2,4, при температурі кипіння протягом 1-3 годин, промивають проточною і дистильованою водою і висушують при температурі 100-120°C.

(19) UA (11) 38016 (13) A

Винахід стосується порошкової металургії, а саме, способів виготовлення виробів щільникової структури, наприклад, блочних носіїв каталізаторів, щільникових фільтрів для рафінування розплавлених металів і їх сплавів і може бути використаний в різних хіміко-технологічних процесах.

Відомий спосіб виготовлення щільникової структури, який передбачає виготовлення пластичної маси з матричного порошку і зв'язки - поліуретанової смоли, розчинної у розчиннику, яка не змішується з водою. Як розчинник використовують ніпоран, формування заготовок здійснюють у воді. Аби запобігти тріщин, у пластичну масу додають ацетон (див. патент Франції № 2236625, опубл. 14.07.73 М.кл. В28 В 3/20).

Основними недоліками цього способу слід вважати наявність тріщин протягом сушки виробів, а також використання токсичних речовин, внаслідок чого знижуються, відповідно, якість виробів і екологічна безпека процесу.

Відомий також найбільш близький до винаходу спосіб виготовлення щільникової структури, який передбачає виготовлення пластичної маси з матричного порошку і зв'язки. формування з неї заготовки виробу шляхом екструзування, попереднє спікання для відгонки зв'язки і кінцеве спікання, при цьому як зв'язку для виготовлення пластичної маси використовують органічні сполуки: альгинати, поліетиленоксиди, смоли, крохмалі і парафіни (див. патент ЄПВ № 0165651, опубл. 26.04.84 М. Кл. В 28 В 3 / 20).

Недоліками цього способу є:

- при спіканні з ростом температури спостерігається розм'якшення пластичної маси, внаслідок чого заготовки змінюють свою геометричну форму від заданої, можливе з'явлення тріщин,
- при використанні вищевказаних компонентів як зв'язки витрачається багато часу на проведення в'ялення та сушку заготовки, а також її спікання, що значно знижує продуктивність процесу;
- при розтині і вигоранні органічних сполук, як і в попередньому способі, виділяються токсичні речовини і отруйні гази, що, безумовно, призведе до помітного погіршення екологічної безпеки процесу;
- отримані щільникові структури неможливо використовувати при температурах вище 1100°C, тому що вони мають низьку температуру експлуатації у контакті з вихлопними газами ДВЗ тощо.

В основу винаходу поставлено задачу такого удосконалення способу виготовлення щільникової структури, при якому за рахунок вибору петролатуму як зв'язки і корективки, і у зв'язку з цим технологічного процесу в цілому, значно зменшується можливість з'явлення тріщин у заготовках, відхилення їх геометричної форми від заданої, підвищення температури експлуатації на 650-700°C, підвищується швидкість протікання процесу, виключається виділення токсичних речовин і, як наслідок, покращується якість виробів, підвищується продуктивність процесу і значно поліпшується його екологічність.

Для рішення цієї задачі у способі виготовлення щільникової структури, який передбачає виготовлення пластичної маси з матричного порошку і зв'язки, формування з неї заготовки виробу шляхом екструзування, попереднє спікання для відгонки зв'язки і кінцеве спікання, згідно з винаходом,

як зв'язку використовують петролатум у кількості 18-30% від маси матричного порошку, а попереднє спікання здійснюють у засипці заготовки адсорбентом, найкращі показники процесу спостерігаються коли, у зв'язку додають одну з жирних кислот у кількості 0,2-1,3% від маси матричного порошку, як жирну кислоту використовують олеїнову кислоту; як адсорбенти використовують мертель і лігнін, при цьому центральну частину заготовки з каналами не більше 2 мм засипають лігніном, периферію - мертелом, а з каналами більше 2 мм - мертелю або сумішшю мертелю і лігніну у співвідношенні від 2:3 до 3:2; у пластичну масу додатково вводять лігнін у кількості 18-22% від маси матричного порошку; виготовлену масу перед формованням термостабілізують шляхом нагрівання її при температурі 32-40°C; як матричний порошок використовують суміш порошків кристалічного кремнію з розміром зерен не більш 40 мкм з оксидом алюмінію, при наступному співвідношенні компонентів, (мас.):

кристалічний кремній	85-90
оксид алюмінію	10-15

а кінцеве спікання заготовки здійснюють шляхом азотування при температурі 1250-1380°C протягом 1,5-2 годин; або як матричний порошок використовують суміш порошків кристалічного кремнію і нітриду алюмінію, при наступному співвідношенні компонентів (мас. %):

кремній	30-60
нітрид алюмінію	40-70

а кінцеве спікання заготовки здійснюють шляхом азотування при температурі 980-1400°C протягом 1,5-2,0 годин, або як матричний порошок використовують заевтектичний сплав кремнію і алюмінію у розмеленому до порошку зернистістю не більше 40 мкм вигляді, при наступному співвідношенні компонентів, (мас. %):

алюміній	40-70%
кремній	залишок

а кінцеве спікання заготовки здійснюють шляхом азотування у потоці азоту з надмірним тиском 0,1-0,2 МПа за двоступінчастим режимом: 1 ступінь - нагрівання до 800-1100°C протягом 1,5-2 години, 2 ступінь - нагрівання до 1200-1300°C протягом 0,8-1,2 години; або як матричний порошок використовують нітрид алюмінію і нітрид титану, при цьому пластичну масу з них виробляють окремо, розміщують пошарово чи концентрично, а формують разом, кінцеве спікання здійснюють у газоподібному азоті з залишком 0,1-0,2 МПа при температурі 1700-1820°C протягом 1,5-2,0 годин; крім цього, виріб, отриманий після кінцевого спікання, обробляють розчином соляної кислоти з водою у співвідношенні від 0,8-1,2 до 1,8-2,4 при температурі кипіння протягом 1-3 годин, промивають проточною і дистильованою водою і висушують при температурі 100-120°C.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю запропонованих ознак і технічними результатами, які досягаються при їх реалізації, полягає у такому.

Завдяки використанню як зв'язки петролатума і засипкою заготовки при попередньому спіканні адсорбентом спостерігаються найоптимальніші показники пластичності заготовок, що обумовлює зберігання її геометричної форми при спіканні, виключення тріщин, одночасно відпадає необхід-

ність в проведенні таких довготривалих технологічних операцій як в'ялення і сушка заготовки, прискориться процес спікання, зовсім не будуть виділятися токсичні речовини і отруйні гази, як наслідок, значно покращиться якість виробів щільникової структури, підвищиться продуктивність і поліпшується екологічність процесу.

Найкращі показники запропонованого процесу, як показали численні експерименти, проведені нами, будуть спостерігатись при реалізації таких умов;

- при введенні у зв'язку однієї з жирних кислот, наприклад, олеїнової, забезпечується поверхнева активізація компонентів пластичної маси при їх змішуванні;

- при використанні таких адсорбентів як лігнін і мертель, які, по-перше, найкраще поглинають запропоновану нами зв'язку - петролатум, а по-друге, процес адсорбції протікає найбільш активно, якщо центральну частину заготовки з каналами не більше 2 мм засипати лігніном, а периферію - мертеллем, а заготовку з каналами більше 2 мм має сенс засипати сумішшю лігніну і мертелю у співвідношенні від 3:2 до 2:3;

- при введенні в пластичну масу лігніну у кількості 18-22% від маси матричного порошку можливе регулювання пор перегородок виробів щільникової структури, наприклад, сажових фільтрів;

- при додатковій термостабілізації готової пластичної маси підвищується її пластичність;

- нами також виявлено режими процесу при використанні нової запропонованої нами зв'язки і різних типів матричного порошку (пп. 6 - 9 формули винаходу), при цьому при сполученні нітриду алюмінію забезпечуються найбільші теплофізичні властивості, термостійкість щільникових структур; при використанні виготовлених окремо двох пластичних мас, але які потім будуть екструдуватись разом, можливо забезпечити різні властивості щільникових структур по поверхні, наприклад, одночасно діелектричні і провідникові, режими процесу і кількість використаних компонентів відповідають наявності у пластичному матеріалі петролатума; після обробки готових виробів соляною кис-

лотою додатково забезпечується отримання розвиненої питомої поверхні у межах від 10 до 40 м<sup>2</sup>/г (п. 10 винаходу), що також підтверджується нашими дослідженнями.

Приклад 1 конкретної реалізації способу виготовлення щільникової структури.

З матричного порошку складу (мас.%): кремній кристалічний - 60, нітрид алюмінію - 35, оксид алюмінію - 5 і зв'язки - петролатума у кількості 19% від маси матричного порошку виготовляли пластичну масу шляхом перемішування цих компонентів у вакуумному змішувачі з термообігрівом при температурі 85-90°C протягом 3,5-4 годин, після охолодження готової маси до кімнатної температури здійснювали її екструдування на гідравлічному пресі з питомим тиском 150 кг/см<sup>2</sup> і отримували заготовку щільникової структури, центральну частину якої засипали лігніном і яку потім розміщували у тиглі, засипали периферію заготовки мертеллем і розташовували тигель у печі для здійснення попереднього спікання спочатку при температурі 80-90°C (до розплавлення зв'язки), після повного поглинання цієї зв'язки адсорбентами, температура попереднього спікання підвищується, зв'язка і адсорбенти повністю вигорають. Після цього здійснюють кінцеве спікання при температурі 1580°C.

Спосіб було реалізовано також при граничних значеннях зв'язки (приклади 2-3), за границями (приклади -5), а також при використанні додаткових компонентів зв'язки пластичної маси і за наявності термостабілізації пластичної маси (приклади 6-8), а також при тих самих умовах - за прототипом (приклад 10). Дані зведені в таблицю.

Як видно з таблиці, використання способу виготовлення щільникової структури забезпечує підвищення продуктивності процесу у 10-15 разів за рахунок зменшення часу протікання процесу, температура експлуатації отриманих виробів підвищується на 700-750°C з одночасним виключенням з'явлення тріщин і відхилень геометричних виробів від заданих, а також повністю виключається виділення токсичних речовин і отруйних газів.

Таблиця

Об'єкт випробувань	№ п/п	Параметри і умови процесу					Показники ефективності			Примітки
		Кількість петролату, мас. %	Вид адсорбенту	Додаткові компоненти зв'язки	Додаткові комп. пласт. маси (мас.%)	Термостабілізація (С)	Час протікання процесу (год)	Температура експлуат. виробів, С	Наявність токсичних речовин	
Спосіб згідно з винаходом	1	19	Лігнін і мертель	-	-	-	6	1600	Відсутні	
	2	18		-	-	-	7	1600		
	3	30		-	-	-	8	1600		
	4	16		-	-	-	7	1600		Тріщини при екст...
	5	32		-	-	-	8	1600		Неспечена заготовка має схильність до саморозпаду
	6	18		Олеїнова кислота			7	1600		
	7	19		-	Лігнін 20	-	10	1600		
	8	19	Мертель	-	-	-	10	1600		
	9	19	Суміш лігніну мертелю	-	-	35	10	1600		
Спосіб за прототипом	10	Зв'язка: метилцелюлоза і кремнійорганічна смола, вода					90-100	850-900	Велика кількість отруйн. газів і токсич. речовин.	

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2001 р. Формат 60х84 1/8.  
Обсяг \_\_\_\_\_ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. \_\_\_\_\_

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22