



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **150266** (13) **U**  
(51) МПК

**C04B 35/119** (2006.01)

**C04B 35/565** (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО  
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ"

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

<p>(21) Номер заявки: <b>u 2021 05342</b></p> <p>(22) Дата подання заявки: <b>21.09.2021</b></p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: <b>20.01.2022</b></p> <p>(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: <b>19.01.2022, Бюл.№ 3</b></p>	<p>(72) Винахідник(и): <b>Геворкян Едвін Спартакович (UA), Чишкала Володимир Олексійович (UA), Литовченко Сергій Володимирович (UA), Нерубацький Володимир Павлович (UA), Морозова Оксана Миколаївна (UA)</b></p> <p>(73) Володілець (володільці): <b>УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО ТРАНСПОРТУ, майдан Фейєрбаха, 7, м. Харків-50, 61050 (UA)</b></p> <p>(74) Представник: <b>Панченко Сергій Володимирович</b></p>
--	--

**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ КОМПОЗИЦІЙНОГО КЕРАМІЧНОГО МАТЕРІАЛУ НА ОСНОВІ ДІОКСИДУ ЦИРКОНІЮ, ЧАСТКОВО СТАБІЛІЗОВАНОГО ДО 5 МАС. %  $\text{CeO}_2$ , І КАРБІДУ КРЕМНІЮ З ВИСОКИМИ ТЕРМОМЕХАНІЧНИМИ ВЛАСТИВОСТЯМИ**

**(57) Реферат:**

Спосіб отримання композиційного керамічного матеріалу на основі діоксиду цирконію, частково стабілізованого до 5 мас. %  $\text{CeO}_2$  і карбїду кремнію з високими термомеханічними властивостями включає змішування порошкових компонентів, що містять карбїд кремнію (SiC), субмікронний дисилїцид молїбдену (субмікронний дисилїцид молїбдену), після чого їх гранулюють, потім проводять гаряче пресування. Перемішування вихідних порошоків проводять в планетарному млині та гранулюють з додаванням полівінілового спирту (ПВС), сушать при температурі 200-250 °C і проводять гаряче пресування з прямим пропусканням струму  $I=5000-10000$  А при температурі 1700-1900 °C і тиску 40 МПа в середовищі вакууму і витримують при кінцевій температурі протягом 3 хв. Композиційний матеріал додатково містить діоксид цирконію дисперсністю 30-60 нм, частково стабілізований оксидом церїю (5 мас. %) при вмісті дисилїциду молїбдену 20-50 (мас.%), а також нітрид алюмінію AlN, плазмохімічного синтезу з розміром зерен 40-80нм.

UA 150266 U



Корисна модель належить до керамічного матеріалознавства, зокрема до способів отримання композиційного керамічного матеріалу для високотемпературного застосування на основі тугоплавких безкисневих і оксидних з'єднань, що характеризується високою міцністю, термічною і окислювальною стійкістю, стійкістю до термоудару при градієнті температури до 2000 K в умовах впливу високошвидкісного окиснювального потоку.

Відомий композиційний керамічний матеріал, розроблений спільно "Helsa-Automotive GmbH & Co" і "Friedrich-Alexander-Universitet Erlangen-Nurnberg", описаний в міжнародній заявці WO 2007/003428 A1 від 11.01.2007 р., яка включає процес отримання пористого керамічного матеріалу, в якому  $Al_2O_3$  захищає SiC від окислення. Композиційний керамічний матеріал володіє окислювальною стійкістю при температурах до 1650 °C. Однак відомо, що пористі керамічні матеріали не використовують в умовах впливу високошвидкісних окислювальних потоків в зв'язку з недостатньою міцністю і низькою ерозійною стійкістю.

Відомий композиційний керамічний матеріал для високотемпературного застосування, описаний в патенті Японії JP 3963407 (B2) клас C04B 35/66 від 22.08.2007 р. авторів Soeda Tomomi, Hibino Mitsunobu, Chihara Kenji ("Tokyo Yogyo Co Ltd"), що включає 5-90 мас. % SiC, 5-90 мас. %  $Al_2O_3$ , 0-20 мас. % вуглецю. В даному випадку  $Al_2O_3$  також використовується для підвищення окислювальної стійкості SiC. Однак введення вільного вуглецю знижує окислювальну стійкість системи SiC- $Al_2O_3$ , оскільки вуглець характеризується низькотемпературною окиснюваністю при нагріванні в окислювальних середовищах.

Як аналог вибрано спосіб отримання композиційного керамічного матеріалу, що містить SiC,  $Al_2O_3$  і MgO, при співвідношенні компонентів, в мас. %:  $Al_2O_3$  - 50-98,9; SiC - 1-40; MgO - 0,1-10 (патент RU №2397196 C2, кл. C04B 35/10, 20.08.2010 "Способ получения композиционного керамического материала (варианты)"). Даний композиційний керамічний матеріал застосовується як люмінесцентний матеріал. Спосіб отримання композиційного керамічного матеріалу оснований на змішуванні порошкових компонентів, що містять оксид алюмінію, оксид магнію, карбід кремнію, їх гранулюванні, подальшому пресуванні, сушінні і спіканні. Недоліком цього наноструктурного композиційного керамічного матеріалу є непридатність для високотемпературного застосування в умовах впливу високошвидкісних окислювальних потоків.

В основу корисної моделі поставлена задача удосконалення відомого способу отримання високоміцного композиційного керамічного матеріалу з підвищеною окисною і термічною стійкістю.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб отримання композиційного керамічного матеріалу на основі діоксиду цирконію, частково стабілізованого до 5 мас. %  $CeO_2$  і карбиду кремнію з високими термомеханічними властивостями включає змішування порошкових компонентів, що містять карбід кремнію (SiC), субмікронний дисиліцид молібдену (субмікронний дисиліцид молібдену), після чого їх гранулюють, потім проводять гаряче пресування. Перемішування вихідних порошків проводять в планетарному млині та гранулюють з додаванням полівінілового спирту (ПВС), сушать при температурі 200-250 °C і проводять гаряче пресування з прямим пропусканням струму  $I=5000-10000$  А при температурі 1700-1900 °C і тиску 40 МПа в середовищі вакууму і витримують при кінцевій температурі протягом 3 хв. Композиційний матеріал додатково містить діоксид цирконію дисперсністю 30-60 нм, частково стабілізований оксидом церію (5 мас. %), при вмісті дисиліциду молібдену 20-50 (мас. %), а також нітрид алюмінію AlN, плазмохімічного синтезу з розміром зерен 40-80нм.

Підвищена стійкість до окислення пропонованого високоякісного композиційного матеріалу досягається за рахунок введення до складу оксидних компонентів - дисиліциду молібдену (субмікронний дисиліцид молібдену), нітриду алюмінію і нанодисперсного діоксиду цирконію, частково стабілізованого оксидом церію (5 мас. %  $CeO_2$ ).

Гаряче пресування матеріалу проводять при температурі 1700-1900 °C, коли дифузійні процеси при твердофазному спіканні найбільш активовані. Це і забезпечує отримання високоякісного міцного композиційного матеріалу з високою температурною і окислювальною стійкістю. Відомо, що  $ZrO_2$ -5 мас. %  $CeO_2$  за рахунок трансформаційного зміцнення збільшує міцність і тріщиностійкість композиційного матеріалу, а також стимулює реакцію дефектоутворення всередині наноструктурного карбиду кремнію.

Дослідження фізико-механічних характеристик проводили на зразках розміром 6×6×50 (мм) і пластинах розміром 63×60×8 (мм). Склад компонентів і властивості пропонованого композиційного керамічного матеріалу, який виготовлено за запропонованим способом, включаючи позамежні, представлені далі:

- 30-50 мас. %  $ZrO_2$ -5 мас. %  $CeO_2$ , розмір зерен 30-60 нм,  
 20-30 мас. % SiC розмір зерен 30-60 нм,  
 5-10 мас. %  $MoSi_2$  розмір зерен 0,1-0,3 мкм,  
 45-10 мас. % AlN розмір зерен 40-80 нм  
 межа міцності на вигин - 800-1000 МПа;  
 тріщиностійкість - 6-9 МПа  $m^{1/2}$ ;  
 1700-1900 °C твердість - 91-94 HRA;  
 5 I=5000-10000 А коефіцієнт теплопровідності - 35-50 Вт/м·К;  
 гранична температура - 2000 °C.

Приклад

- Керамічні порошки в співвідношенні 30 % нанодисперсного діоксиду цирконію, частково стабілізованого 5 мас. %  $CeO_2$ , 20 % нанодисперсного карбїду кремнію, 5 % (мас.) субмікронного дисилїциду молїбдену (субмікронний дисилїцид молїбдену) та 45 мас. % AlN подрїбнюють в середовищі ацетону на планетарному млинї. Готують формувальну масу, яка містить 5 % (мас.) технологїчної зв'язки з полївінілового спирту і 95 % (мас.) композиційного керамічного порошку.

- Композиційну шихту ущільнюють гарячим пресуванням з прямим пропусканням електричного струму при тиску 40 МПа. Сушіння сумїші проводять на повітрі при температурї 200-250 °C. Гаряче пресування проводять при температурї 1700-1900 °C у вакуумї, з витримкою при кінцевї температурї протягом 3 хв.

- Проведенї випробування композиційного керамічного матеріалу, виготовленого наведеним способом, мають наступні характеристики:  
 20 межа міцності на вигин - 800-1000 МПа;  
 тріщиностійкість - 6-9 МПа  $m^{1/2}$ ;  
 твердість - 91-94 HRA;  
 коефіцієнт теплопровідності - 35-50 Вт/м·К;  
 гранична температура - 2000 °C.

- 25 Технічний результат корисної моделї полягає в можливостї використання нового композиційного керамічного матеріалу в окислювальному середовищі при температурї 2000 °C при швидкостї окисного потоку 350 м/с, що є підвищенням окислювальної і термічної стійкостї.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 30 Спосїб отримання композиційного керамічного матеріалу на основї діоксиду цирконїю, частково стабілізованого до 5 мас. %  $CeO_2$  і карбїду кремнію з високими термомеханїчними властивостями, який включає змішування порошкових компонентів, що містять карбїд кремнію (SiC), субмікронний дисилїцид молїбдену (субмікронний дисилїцид молїбдену), після чого їх гранулюють, потїм проводять гаряче пресування, який **відрїзняється** тим, що перемїшування вихідних порошків проводять в планетарному млинї та гранулюють з додаванням полївінілового спирту (ПВС), сушать при температурї 200-250 °C і проводять гаряче пресування з прямим пропусканням струму I=5000-10000 А при температурї 1700-1900 °C і тиску 40 МПа в середовищі вакууму і витримують при кінцевї температурї протягом 3 хв., причому композиційний матеріал додатково містить діоксид цирконїю дисперснїстю 30-60 нм, частково стабілізований оксидом церїю (5 мас. %), при вмістї дисилїциду молїбдену 20-50 (мас. %), а також нїтрид алюмінію AlN, плазмохімічного синтезу з розміром зерен 40-80 нм.