



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **128196** (13) **C2**  
(51) МПК (2024.01)

**C04B 35/565** (2006.01)

**C04B 35/575** (2006.01)

**C04B 35/632** (2006.01)

**C04B 35/645** (2006.01)

**C04B 35/581** (2006.01)

B82Y 30/00

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ  
ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ  
"УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ  
ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

- (21) Номер заявки: **а 2021 07766**
- (22) Дата подання заявки: **29.12.2021**
- (24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: **02.05.2024**
- (41) Публікація відомостей про заявку: **22.06.2022, Бюл.№ 25**
- (46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: **01.05.2024, Бюл.№ 18**
- (72) Винахідник(и):  
**Геворкян Едвін Спартаківич (UA),  
Нерубацький Володимир Павлович (UA),  
Комарова Ганна Леонідівна (UA),  
Волошина Людмила Володимирівна (UA)**
- (73) Володілець (володільці):  
**УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО  
ТРАНСПОРТУ,  
майдан Фейербаха, 7, м. Харків-50,  
61050 (UA)**
- (74) Представник:  
**Панченко Сергій Володимирович**

- (56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:  
UA 117981 C2, 25.10.2018  
UA 118974 C2, 10.04.2019  
WO 2007003428 A1, 11.01.2007  
RU 2397196 C2, 20.08.2010  
JP 3963407 B2, 22.08.2007  
UA 99118 C2, 25.07.2012  
UA 89119 C2, 25.12.2009  
RU 2718682 C2, 13.04.2020  
SU 1571037 A1, 15.06.1990  
JP H01103957 A, 21.04.1989  
JP 2021172556 A, 01.11.2021  
WO 9009969 A1, 07.09.2009  
Влияние нанодобавок на структуру и свойства карбида кремния при электроконсолидации / Э. С. Геворкян и др. // Вісник НТУ «ХПІ». 2016. № 22. С. 39-43  
Особенности создания высокоплотных композиционных материалов на основе нанопорошков диоксида циркония горячим прессованием / Э. С. Геворкян и др. // Вестник НТУ "ХПИ": сб. науч. тр. Темат. вып.: Технологии в машиностроении. Харьков: НТУ "ХПИ". 2010. № 40. С. 43-47.  
Метод електроконсолідації (електроспікання) як високоефективний метод для компактування нанопорошків з метою отримання композитних матеріалів інструментального та конструкційного призначення / Е. С. Геворкян і др. // Збірник наукових праць УкрДУЗТ. 2016. Вип. 60. С. 75–79  
Effect of nano addition on the structure and properties of silicon carbide during electroconsolidation / R.V. Vovk et al. // Вісник ХНУ, серія «Фізика». 2017. Вип. 27. С. 49–52  
Механічні та теплофізичні характеристики розроблених керамічних матеріалів на основі AlN / І. П. Фесенко та ін. // Сверхтвердые материалы. 2010. № 1. С. 44-56

## (54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ КОМПОЗИЦІЙНОГО МАТЕРІАЛУ НА ОСНОВІ КАРБІДУ КРЕМНІЮ ДЛЯ ІНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ВИКОРИСТАННЯ

### (57) Реферат:

Винахід належить до хімічної галузі промисловості, а саме отримання композиційного інструментального матеріалу. Спосіб отримання композиційного матеріалу включає змішування в планетарному млині порошкових компонентів карбиду кремнію, частково стабілізований оксидом ітрію, оксид цирконію і нітрид алюмінію у кількості 20-50 мас. %, причому карбід

UA 128196 C2

кремнію і оксид цирконію дисперсністю 30-60 нм, наступне їх гранулювання з додаванням полівінілового спирту (ПВС), сушіння при температурі 200-250 °С гаряче пресування з прямим пропусканням струму  $I=5000-8000$  А (електроконсолідація) при температурі 1700-1900 °С і тиску 30 МПа в середовищі вакууму, витримування при кінцевій температурі протягом 2 хв. Застосування винаходу забезпечує отримання високоякісного композиційного керамічного матеріалу з підвищеною окисною і термічною стійкістю.

Винахід належить до хімічної галузі промисловості, а саме отримання композиційного 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-Universität Erlangen-Nürnberg", описаний в міжнародній заявці WO 2007/003428 A1 від 11.01.2007 р., що 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.

Які прототип використовується матеріал, 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)»). Цей композиційний керамічний матеріал застосовується як люмінесцентний матеріал і для високотемпературного застосування в умовах впливу високошвидкісних окислювальних потоків для виробів ракетно-космічної техніки не придатний.

Відома група винаходів на способи отримання композиційного керамічного матеріалу заснована на змішуванні порошкових компонентів, що містять оксид алюмінію, оксид магнію, карбід кремнію, їх гранулювання, подальшому пресуванні, сушці і спіканні (див., наприклад, патент RU №2397196 C2, кл. C04B 35/10, 20.08.2010 "Способ получения композиционного керамического материала (варианты)»). Недоліком є створення наноструктурного композиційного керамічного матеріалу, непридатного для застосування в агресивних середовищах з підвищеною окисною і термічною стійкістю.

Задача, на вирішення якої спрямовано винахід, є отримання високоякісного композиційного керамічного матеріалу з підвищеною окисною і термічною стійкістю, що може бути використано в якості інструментального. Це досягається тим, що високощільний композиційний керамічний матеріал для застосування в теплонавантажених вузлах виробів містить карбід кремнію, частково стабілізований оксидом ітрію оксид цирконію і нітрид алюмінію, причому карбід кремнію і оксид цирконію дисперсністью 30-60 нм, при вмісті нітриду алюмінію 20-50 мас. %. Спосіб його отримання заснований на змішуванні порошкових компонентів, що містять карбід кремнію, оксид цирконію, нітрид алюмінію, їх гранулювання, потім проводять гаряче пресування з прямим пропусканням струму  $I=5000...8000$  А (електроконсолідація) при температурі 1700-1900 °C і тиску 30 МПа. Перемішування вихідних порошків проводять в планетарному млині, гранулюють з додаванням полівінілового спирту (ПВС), сушать при температурі 200...250 °C і гаряче пресування проводять при 1700-1900 °C в середовищі вакууму та витримують при кінцевій температурі протягом 2 хв.

Підвищена стійкість до окислення пропонованого високоякісного композиційного матеріалу досягається за рахунок введення до складу оксидних компонентів – нанопорошку нітриду алюмінію і нанодисперсного оксиду цирконію частково стабілізованого оксидом ітрію.

Гаряче пресування матеріалу проводять при температурі 1700-1900 °C, коли дифузійні процеси при твердофазному спіканні найбільш активовані. Це й забезпечує отримання високоякісного міцного матеріалу з високою температурою і окислювальною стійкістю. Відомо, що  $ZrO_2$ -3 мас. %  $Y_2O_3$  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, включаючи позамежні:

- 15-30 мас. %  $ZrO_2$ -3 мас. %  $Y_2O_3$  розмір зерен 30-60 нм;
- 35-65 мас. % SiC розмір зерен 30-60 нм;
- 20-50 мас. % AlN розмір зерен 15-30 нм;

- межа міцності на вигин 600-900 МПа;
- тріщиностійкість 6-8 МПа·м<sup>1/2</sup>;
- твердість 91-94 HRA;
- коефіцієнт теплопровідності 35-45 Вт/м·К;
- гранична температура 1800 °С.

Приклад. Керамічні порошки у співвідношенні 15 мас. % нанодисперсного оксиду цирконію, 35 мас. % нанодисперсного карбїду кремнію, 50 мас. % нітриду алюмінію подрїбнюють в середовищі ацетону на планетарному млині.

5 Готують формувальну масу, яка містить 5 мас. % технологїчної зв'язки з полівїнілового спирту і 95 мас. % композиційного керамічного порошку.

Композиційну шихту ущільнюють гарячим пресуванням з прямим пропусканням електричного струму I=5000 А при тиску 40 МПа. Сушку сумїші проводять на повітрі при температурі 200-250 °С. Гаряче пресування проводять при температурі 1600-1900 °С у вакуумі з витримкою при кінцевій температурі протягом 2 хв.

10 Характеристики пропонованого композиційного керамічного матеріалу:

- межа міцності на вигин 600-900 МПа;
- тріщиностійкість 6-8 МПа·м<sup>1/2</sup>;
- твердість 91-93 HRA;
- коефіцієнт теплопровідності 35-45 Вт/м·К;
- гранична температура 1800 °С.

Технічний результат винаходу полягає в можливості використання нового композиційного керамічного матеріалу як інструментального.

#### ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

15

Спосіб отримання композиційного матеріалу, що включає змішування порошкових компонентів, таких як карбїд кремнію та сполука алюмінію, їх пресування та спікання в середовищі вакууму, який **відрізняється** тим, що змішування вихідних порошків проводять в планетарному млині, гранулюють з додаванням полівїнілового спирту, сушать при температурі 200-250 °С і гаряче

20

пресування проводять з прямим пропусканням струму 5000-8000 А при температурі 1700-1900 °С і тиску 30 МПа в середовищі вакууму та витримують при кінцевій температурі протягом 2 хв, причому при змішуванні додатково використовують як порошкові компоненти частково стабілізований оксидом ітрію 3 мас. % оксид цирконію, а як сполуку алюмінію використовують нітрид алюмінію у кількості 20-50 мас. %, причому карбїд кремнію і оксид цирконію, частково

25

стабілізований оксидом ітрію 3 мас. %, використовують дисперсністю 30-60 нм.