

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 12844

(13) С1

(46) 2010.02.28

(51) МПК (2009)

С 04В 35/565

С 04В 35/626

С 04В 35/65

С 23С 14/00

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА С КАРКАСНОЙ СТРУКТУРОЙ КАРБИДА КРЕМНИЯ

(21) Номер заявки: а 20071251

(22) 2007.10.16

(43) 2009.06.30

(71) Заявитель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Ковалевский Виктор Николаевич; Витязь Пётр Александрович; Григорьев Сергей Владимирович; Ковалевская Анна Викторовна; Фомихина Ирина Викторовна; Сачава Дмитрий Григорьевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(56) ВУ а 20050659, 2007.

RU 2173307 С2, 2001.

ВУ а 20051080, 2007.

ВУ а 20050551, 2007.

(57)

Способ получения композиционного материала с каркасной структурой карбида кремния, при котором поверхность частиц порошков железа с частицами разного размера активируют в плазме тлеющего разряда, путем магнетронного распыления наносят на них тонкопленочное покрытие из смеси кремния и углерода, на тонкопленочное покрытие наносят слой алюминия толщиной 8-10 нм, готовят шихту смешиванием полученных порошков, формуют и подвергают ее реакционному спеканию при температуре 650-800 °С в форме из кварцевого стекла или керамических материалов с низким коэффициентом термического линейного расширения.

Изобретение относится к получению композиционных материалов с каркасной структурной карбида кремния, которые можно использовать при создании изделий конструкционного назначения с повышенными прочностью и эрозионной стойкостью для работы в агрессивных средах, а так же при изготовлении заготовок, обеспечивающих введение в расплав стали или чугуна модификатора - наноструктурного карбида кремния, обеспечивающего измельчение зерна и повышения механических свойств материала.

Известен способ получения композиционного карбидосодержащего изделия [1], который заключается в том, что из порошка карбидообразующего металла формуют пористую заготовку, которую затем подвергают термообработке в среде газообразного углеводорода при температуре, превышающей температуру их термического разложения, пропитывают расплавом одного из металлов из группы: Ag, Cu, Au, Ga, Ti, Ni, Fe, Co. Формируется структура из двухфазной системы, образованной непрерывным каркасом из карбида тугоплавкого металла, в порах которого расположен один из металлов или сплавов: Ag, Cu,

ВУ 12844 С1 2010.02.28

Au, Ga, Ti, Ni, Fe, Co. КМ имеет применения за счет высоких физико-химических свойств, работоспособен при температуре выше температуры плавления металлической фазы.

К недостаткам способа относятся высокие температуры термообработки, невозможность получения прочного соединения каркаса из карбида металла в пористом изделии, при пропитке расплавом требуется хорошая смачиваемость карбида расплавом металла, присутствуют недостатки литого металла: усадка и низкие свойства полученной литьем фазы. Технология изготовления изделия из КМ сложная и существуют трудности получения карбидного каркаса из карбида кремния, который по механическим свойствам превосходит почти все известные.

Прототипом заявляемого способа, является способ получения изделия [2], при котором активируют поверхность порошковых частиц разного размера в плазме тлеющего разряда, наносят на них тонкопленочное покрытие из смеси кремния и углерода путем магнетронного распыления, приготавливают шихту смешиванием покрытых порошков, формуют заготовку из полученной шихты и термообрабатывают ее в вакууме путем реакционного спекания. Предлагаемый способ позволяет получить абразивное изделие со структурой из алмазных кристаллов и карбидокремниевой матрицы, которые нашли применение в качестве абразивного инструмента.

К недостаткам данного способа при использовании его в качестве материала конструкционного назначения является высокая температура образования карбидокремниевой матрицы, которая протекает при температуре пропитки пористой заготовки жидким кремнием 1550 °С, что неприемлемо для конструкционных материалов на основе железным и медных порошков.

Задачей настоящего изобретения является снижение температуры спекания композиционного материала, что позволит упростить технологию получения заготовок и изделий из композиционного материала, снизить энерго- и ресурсозатраты, обеспечить ресурс работы изделия.

Поставленная задача решается так, что в способе получения композиционного материала с каркасной структурой карбида кремния, при котором поверхность частиц порошков железа с частицами разного размера активируют в плазме тлеющего разряда, путем магнетронного распыления наносят на них тонкопленочное покрытие из смеси кремния и углерода, на тонкопленочное покрытие наносят слой алюминия толщиной 8-10 нм готовят шихту смешиванием полученных порошков, формуют и подвергают ее реакционному спеканию при температуре 650-800 °С в форме из кварцевого стекла или керамических материалов с низким коэффициентом термического линейного расширения.

Авторами экспериментально установлено, что нанесение вакуумным магнетронным распылением комбинированного катода из графита и кремния наноструктурных покрытий на частицы железного порошка и последующее твердофазное реакционное спекание (650...800 °С) приводит к образованию SiC. Нанесенный дополнительный нанослой из алюминия на воздухе, окисляясь, образует оксид алюминия, что предотвращает насыщение основного покрытия кислородом при хранении и транспортировке. Твердофазное реакционное спекание при низкой температуре упрощает технологию. Предварительная активация поверхности алмаза плазмой тлеющего разряда повышает адгезионную прочность покрытия. Способ обеспечивает получение КМ при низком давлении. Из частиц железного порошка различного фракционного состава, покрытого слоем (Si + C), приготавливают шихту тщательным перемешиванием компонентов, размещают шихту в форме из материала с низким КЛТР, например, из кварцевого стекла или керамики, с высоким коэффициентом упаковки за счет размещения мелких фракций в зазорах между крупными, уплотняют шихту при низком давлении и осуществляют нагрев до температуры до 650-800 °С. Полученные результаты позволяют заключить, что заявляемое решение обеспечивает создание КМ, в котором частицы железа окружены оболочкой покрытия из

ВУ 12844 С1 2010.02.28

карбида кремния, формирующего карбидокремниевый каркас с наполнителем из железного порошка.

Примеры реализации.

Пример 1.

На магнетронном распылительном устройстве осуществляли покрытие порошков марки ПЖРВ фракций 63-40 мкм, 14-10 мкм смесью атомов кремния и углерода. Предварительно поверхность частиц железного порошка активировали обработкой плазмой тлеющего разряда (плазмирующий газ - аргон) в режимах: $U = 1250$ В. $I = 0,15$ А, время 300 с, а затем распылением составного катода (кольцевой катод из кремния с наружным диаметром 116 мм, внутренним 80 мм, внутренний катод из графита диаметром 80 мм) наносили тонкопленочное (160 нм) покрытие, состоящее из атомов кремния и углерода в режимах: $U = 650$ В; $I = 2,5$ А, давление $P = 0,5$ Па и расстояние от катода до подложки $l = 150$ мм. Полученные покрытия порошки в пропорции АСМ фракций 63-40 и 14-10 = 50-50 мас. %. тщательно перемешивали и засыпали в кварцевую трубку диаметром 10 мм и запирали пуансонами под давлением 10 МПа и нагревали до температуры 780 °С, время выдержки 1 час. Обработку проводили в вакууме (давление $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.). Конечное изделие состояло из мелких и крупных частиц порошка ПЖРВ. по границам которых располагался карбид кремния в виде наноструктурного каркаса.

Пример 2.

Приготавливают шихту аналогично примеру 1. только в состав шихты вводили порошок ПЖРВ фракции 1-0 мкм 20 % от общей массы шихты, а на покрытие из смеси кремния и углерода наносили нанослой алюминия толщиной 10 нм.

Полученные образцы подвергали испытаниям на сжатие и оценивали стабильность структуры и свойств после высокотемпературного нагрева. Первый интервал температур соответствует температуре реакционного спекания карбида кремния. Результаты испытаний представлены в таблице.

Наименование образца	Температура нагрева, °С	Твердость по Кнуппу (10 г), кгс/мм ²	Прочность $\sigma_{сж}$.МПа	Пористость, %
Fe+(Si+C)	680-800	109,3	128,9	10
Fe+(Si+C)+Al	680-800	258,1	139,3	7
Fe+(Si+C)	1000	77,2	85,2	10
Fe+(Si+C)+Al	1000	122,4	86,8	7

Как видно из результатов экспериментальных исследований, полученные материалы обладают хорошей прочностью на сжатие. Исходные порошки ПЖРВ после прессования и спекания при 1100 °С имели прочность на сжатие 56 МПа. Наличие защитной оболочки делает материал стойким к окислению. Материал имеет стабильные свойства при повторном нагреве до 1000 °С. Непокрытые образцы не способны работать при такой температуре.

Заявляемый способ получения КМ может найти широкое применение при изготовлении конструкционных деталей из железных порошков.

Источники информации:

1. Патент РФ 2173307, МПК С 04В 35/56, 2001.
2. Заявка РБ а200769, МПК С 04В 35/56, 2007.