



РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) RU⁽¹¹⁾ 2 069 650⁽¹³⁾ C1
(51) МПК⁶ C 04 B 35/594, 35/65

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 4928956/33, 12.02.1991

(46) Опубликовано: 27.11.1996

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **Высокоскоростные способы прессования деталей из порошковых материалов.** - Л: Машиностроение, 1984, с. 25 - 28.

(71) Заявитель(и):

Белорусский политехнический институт (BY)

(72) Автор(ы):

Ковалевский Виктор Николаевич[BY],
Амосов Александр Петрович[RU],
Керженцева Людмила Федоровна[RU],
Бичуров Георгий Владимирович[RU],
Ковалевская Анна Викторовна[BY],
Жук Андрей Евгеньевич[BY]

(73) Патентообладатель(ли):

Белорусская государственная политехническая академия (BY)

(54) СПОСОБ ВЗРЫВНОГО КОМПАКТИРОВАНИЯ КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА

(57) Реферат:

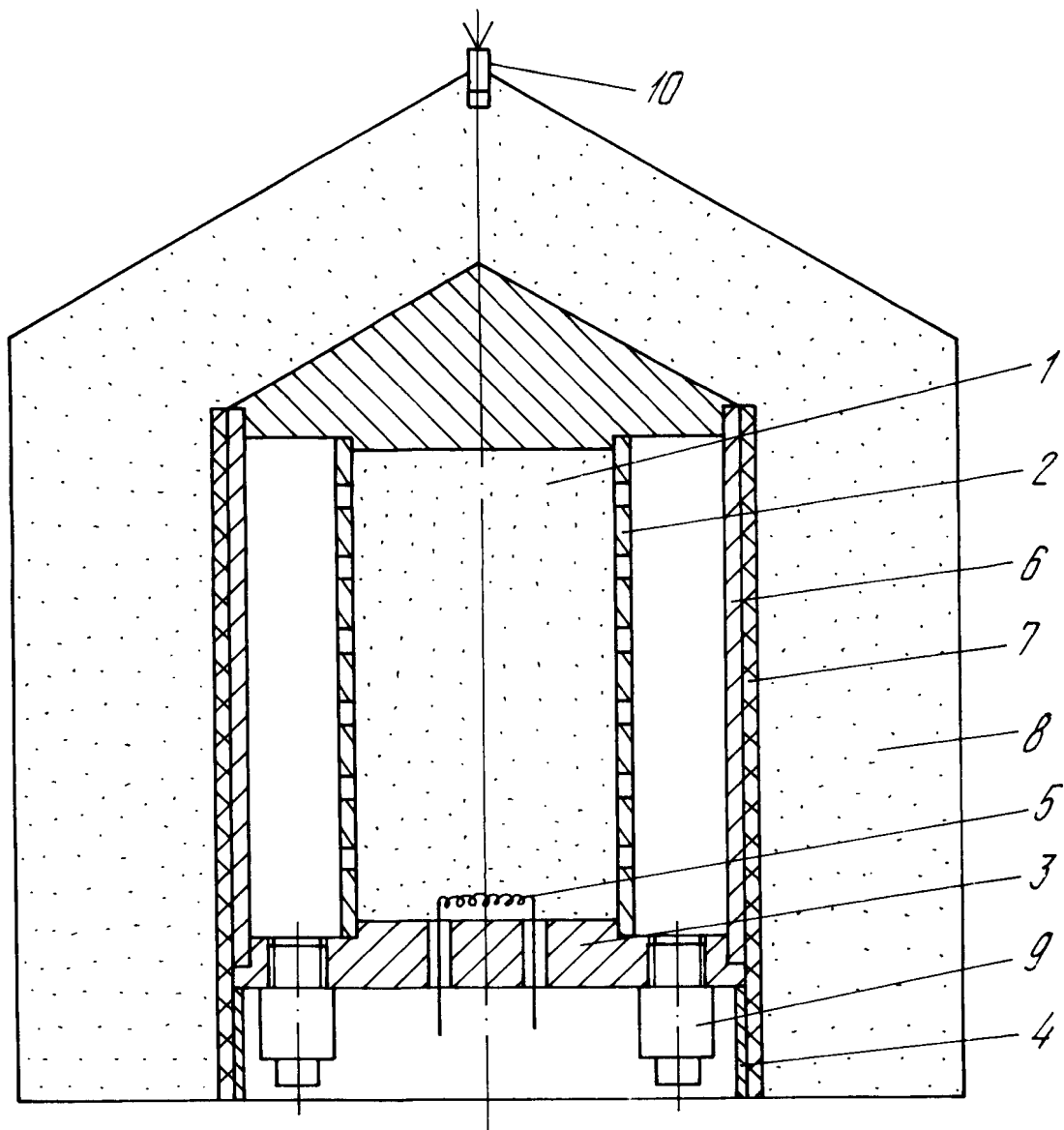
Изобретение относится к технологии формования труднопрессуемых керамических порошков, используемых для изготовления керамических материалов конструкционного назначения. Сущность изобретения: способ включает приготовление СВС-шихты следующего стехиометрического соотношения компонентов, мас. %: порошок кремния 40,8; азид натрия 40,6; гексафторсиликат аммония 18,6; размещение СВС-шихты в реакторе с зазором к контейнеру и заполнение зазоров азотом под давлением 2 - 10 МПа, воспламенение шихты от накала вольфрамовой нити электрическим током,

иницирование заряда ВВ, расположенного на наружной поверхности контейнера. В качестве исходного порошка используют не целевой продукт, например, нитрид кремния, а СВС-шихту для его получения. Процесс горения СВС-шихты проводят непосредственно в контейнере. После прохождения процесса СВС нагретые до приблизительно 2300 К продукты синтеза обжимаются энергией взрыва заряда ВВ. При высокоскоростной деформации активированного порошка происходит взаимное перемещение частиц, насыщение дефектами кристаллического строения, динамическое спекание материала. 1 ил.

RU 2 069 650 C1

RU 2 069 650 C1

RU 2069650 C1



RU 2069650 C1



RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 069 650** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl. ⁶ **C 04 B 35/594, 35/65**

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 4928956/33, 12.02.1991

(46) Date of publication: 27.11.1996

(71) Applicant(s):
Belorusskij politekhnicheskij institut (BY)

(72) Inventor(s):
Kovalevskij Viktor Nikolaevich[BY],
Amosov Aleksandr Petrovich[RU],
Kerzhentseva Ljudmila Fedorovna[RU],
Bichurov Georgij Vladimirovich[RU],
Kovalevskaja Anna Viktorovna[BY],
Zhuk Andrej Evgen'evich[BY]

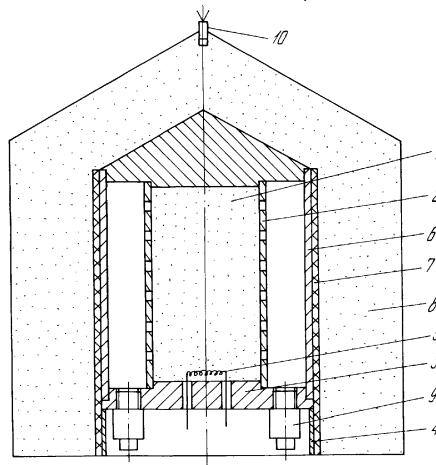
(73) Proprietor(s):
Belorusskaja gosudarstvennaja
politekhnicheskaja akademija (BY)

(54) METHOD OF CERAMIC MATERIAL EXPLOSIVE COMPACTION

(57) Abstract:

FIELD: method of ceramic materials explosive compaction based on silicon nitride is used in processes of difficult to be pressed ceramic powders moulding, that are used in production of structural usage materials. SUBSTANCE: method provides for preparation of corresponding CBC charge with following stoichiometric ratio of components, mass % : silicon powder - 40.8, sodium azide - 40.6, ammonium hexafluorosilicate - 18.6. Method also provides for location of charge in reactor with clearance to container and clearances filling with nitrogen under pressure of 2 - 10 MPa, ignition of charge from tungsten filament voltage caused by electrical current, initiation explosives charge located on outer surface of container. CBC-charge for silicon nitride production and not silicon nitride itself is used as initial powder. Process of CBC-charge burning is exercised directly in container. After CBC-process is passed heated up to temperature of 2300 K products of synthesis

are compacted by explosive charge explosion power. During high-speed deformation of activated powder intermotion of particles takes place, impregnation of crystal structure with defects, dynamic sintering of material. EFFECT: method allows to increase effectiveness of process. 1 dwg



RU 2 0 6 9 6 5 0 C 1

RU 2 0 6 9 6 5 0 C 1

Изобретение относится к технологии получения высокоплотного компактного керамического материала на основе нитрида кремния и изделий конструкционного назначения с использованием энергии взрыва. В качестве исходного сырья при этом применяют мелкодисперсные порошки (с размером частиц менее 1,0 мкм) с активной 5 поверхностью (удельная поверхность $>10 \text{ м}^2/\text{г}$).

Целью изобретения является повышение прочности материала на основе нитрида кремния.

Цель достигается тем, что в известном способе, при котором гранулированный мелкодисперсный порошок помещают в металлический контейнер-реактор, размещают 10 заряд ВВ на его поверхности и инициируют заряд, новым является то, что в качестве исходного порошка, используют не целевой продукт, например, гранулы нитрида кремния, а СВС шихту для получения нитрида кремния, взятую при следующем стехиометрическом соотношении компонентов, мас. порошок кремния 40,8; азид натрия 40,6; гексафторсиликат аммония 18,6.

Нагрев материала осуществляют за счет самовоспламеняющегося высокоскоростного синтеза, инициирование которого осуществляется накалом вольфрамовой нити током.

В известном способе прототипе, после инициирования ВВ продукты детонации создают ударно-волновое сжатие, при котором в зоне контакта частиц возможно образование расплавленных зон, выдавливание жидкого вещества из зон контакта с заполнением пор, 20 что обеспечивает активацию контактных поверхностей и их схватывание в процессе жидкофазного динамического спекания. При этом локализация деформации при ударе частиц и скоростное трение не одинаковы по объему прессовки и уплотнение порошкового тела за счет сближения частиц не обеспечивает равномерное распределение плотности и внутренних напряжений в материале, что может приводить к формированию локальных 25 трещин и пор.

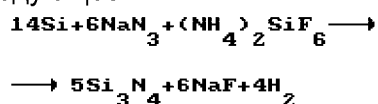
В предлагаемом способе формования мелкодисперсных порошков Si_3N_4 осуществляется непосредственно после СВС-процесса шихты, содержащей неорганические азиды и галоидные соли, когда температура материала после прохождения фронта горения достигает приблизительно 2300 К. При этом высокая активность 30 поверхности порошка за счет образования по СВС технологии ультрадисперсных порошков (размер частиц $< 1 \text{ мкм}$, удельная поверхность порошка свыше $20 \text{ м}^2/\text{г}$) и высокой температуры способствуют при сдвиговой деформации в зонах контакта выдавливанию части материала в зазоры, обеспечивая получение высокоплотного прочного керамического материала. Следует отметить, что порошки, получаемые СВС-процессом, 35 обладают высокой степенью чистоты. Основная примесь $\text{Si}_{\text{св}}$ непрореагировавший кремния ($\text{Si}_{\text{св}} 1 \text{ 2 мас.}$). Кроме того установлено, что ударно-волновое нагружение порошка Si_3N_4 , содержащего α и β фазы, способствует переходу β -фазы в α , α -фаза формируется в виде нитевидных кристаллов с повышенной дефектностью структуры. Компактирование такого материала при высоких температурах способствует получению высокоплотного материала 40 с упрочняющими волокнами α -фазы, что способствует повышению прочности материала и его стойкости к распространению трещин.

На чертеже представлена принципиальная схема осуществления способа. СВС-шихту 1 размещают в реакторе 2, выполненном из стальной трубы с отверстиями по образующей, 45 закрывают крышками 3, размещают на опоре 4. В нижней крышке закрепляют вольфрамовую нить 5, которую устанавливают в контакте с СВС-шихтой. Реактор помещают в герметичном контейнере 6, на наружной поверхности которого располагают теплоизоляционную прокладку-экран 7 и заряд ВВ 8.

Зазор между реактором и контейнером заполняют азотом под давлением, величину которого в процессе СВС регулируют с помощью клапана 9. Горение шихты инициируется 50 накалом вольфрамовой нити 5. После окончания СВС процесса осуществляют инициирование заряда ВВ с помощью электродетонатора 10.

Выбор состава шихты СВС осуществляется в соответствии с известным способом получения нитрида кремния (авт.св. N 1269428). Стехиометрическое уравнение реакции

следующее:



5 Расчет:

Si 392 м.е. Σ 960 (100%) 40,8

NaN₃ 390 м.е. (мас.) 40,6

(NH₄)₂SiF₆ 178 м.е. 18,6

10 Пример. Изготавливалась СВС шихта из порошка кремния со средним размером частиц приблизительно 0,2-0,5 мкм (40,8 мас.), NaN₃ азид натрия (40,6 мас.), (NH₄)₂SiF₆ гексафторсиликата аммония (18,6 мас.). Смешивались первоначально Si и (NH₄)₂SiF₆ в шаровой мельнице в течение 2-3 ч, так как их плотности почти одинаковы. После добавления NaN₃ в смесь смешение проводилось в керамическом барабане с керамическими шарами.

15 Размер частиц после СВС процесса не больше чем размер частиц исходного кремния. Готовая шихта насыпается в стакан из кальки, который затем помещается в металлический реактор с отверстиями в стенках для свободного проникновения в смесь нагнетаемого азота. Реактор вакуумируется при помощи вакуумноса, промывается используемым газом (азотом), повторно вакуумируется и заполняется газом до давления 5 МПа. Затем

20 реактор помещается коаксиально с зазором к внутренней стенке контейнера. В контейнере имеется редукционный клапан для поддержания давления, необходимого для прохождения СВС-процесса, а также для сброса газов, выделявшихся в результате горения. Для предохранения ВВ от воздействия высоких температур горения шихты между наружной стенкой контейнера и кольцевым зарядом ВВ предусмотрен асбестовый экран.

25 Инициирование СВС-процесса осуществляется кратковременной подачей напряжения на вольфрамовую спираль, установленную в верхней части реактора.

После прохождения СВС-процесса (время из расчета скорости движения фронта горения 0,4 см/с на высоту засыпки) осуществляется взрывная обработка.

30 Таким образом, сочетание высокой степени нагрева порошка после СВС-процесса и формования взрывом (вместе приводящее к спеканию) позволяет получать материалы высокой плотности и прочности.

Получали керамический материал с плотностью 95 который имел прочность приблизительно 420-440 МПа.

35 Изготовленный по способу-прототипу материал имел плотность 82 а прочность материала после спекания составила 380-400 МПа.

Формула изобретения

Способ взрывного компактирования керамического материала, включающий помещение шихты с зазором в контейнере, размещение на наружной поверхности контейнера заряда

40 взрывчатых веществ и последующее взрывное прессование, отличающийся тем, что, с целью повышения прочности материала на основе нитрида кремния, в качестве шихты используют стехиометрическую смесь для самораспространяющегося высокотемпературного синтеза нитрида кремния состава, мас.

Кремний 40,8

45 Азид натрия 40,6

Гексафторсиликат аммония 18,6

зазор заполняют азотом под давлением 2-10 МПа, инициируют горение шихты вольфрамовой нитью накаливания, а взрывное прессование осуществляют после прохождения горения шихты.

50