

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **17177**

(13) **С1**

(46) **2013.06.30**

(51) МПК

C 04B 35/565 (2006.01)

C 04B 35/628 (2006.01)

C 04B 35/65 (2006.01)

C 23C 14/00 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗДЕЛИЯ ИЗ КОМПОЗИЦИОННОГО
МАТЕРИАЛА**

(21) Номер заявки: а 20101097

(22) 2010.07.16

(43) 2012.02.28

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

(72) Авторы: Ковалевский Виктор Николаевич; Витязь Петр Александрович; Жук Андрей Евгеньевич; Григорьев Сергей Владимирович; Ковалевская Анна Викторовна; Фомина Ирина Викторовна (ВУ)

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

(56) ВУ 12847 С1, 2010.

ВУ 12844 С1, 2010.

RU 2173307 С2, 2001.

ВУ 3531 С1, 2000.

ВУ 10563 С1, 2008.

ВУ 10833 С1, 2008.

(57)

Способ получения изделия из композиционного материала на основе карбида кремния и железа, при котором магнетронным распылением комбинированных катодов частицы порошка карбида кремния покрывают кремнием и углеродом, на частицы порошка сплава ферросилиция, содержащего до 30 % Si, наносят слой из смеси алюминия и никеля, при этом перед нанесением покрытий активируют поверхность частиц в плазме тлеющего разряда, затем готовят шихту путем смешивания полученных порошков сплава ферросилиция и карбида кремния с добавлением порошка алмаза с размером частиц до 1 мкм, покрытых кремнием и углеродом и термообработанных при 850 °С в вакуумной печи, путем магнетронного распыления охлаждаемого композиционного катода на поверхность частиц шихты наносят слои кремния и молибдена или слой смеси молибдена и кремния толщиной не более 100 нм, формируют из полученной шихты заготовку с использованием легкоплавкой добавки и подвергают ее реакционному спеканию в форме из материала с низким коэффициентом линейного термического расширения.

Изобретение относится к изготовлению изделий из композиционного материала (КМ), полученного на основе дисперсных порошков алмаза и карбида кремния с использованием в качестве наполнителя порошка ферросилиция, для работы в агрессивных средах при повышенных температурах.

Известен способ получения композиционного карбидосодержащего изделия [1], который заключается в том, что из порошка карбидообразующего металла формируют 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, Au, Ga, Ti, Ni, Fe, Co. КМ имеет применение 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 требуется хорошая смачиваемость карбида расплавом металла, присутствуют недостатки литого металла: усадка и низкие свойства полученной литьем фазы.

Прототипом заявляемого способа является способ получения изделия из композиционного материала [2] на основе карбида кремния и железа, при котором на частицы порошка железа наносят слой из смеси алюминия и никеля, готовят шихту путем смешивания полученного порошка железа и дисперсного порошка карбида кремния, активируют поверхность частиц порошков обработкой в плазме тлеющего разряда, наносят нанопокрывание из смеси кремния и углерода путем магнетронного распыления охлаждаемого композиционного катода, формируют из полученной шихты заготовку и подвергают ее реакционному спеканию в форме из материала с низким коэффициентом линейного термического расширения (КЛТР).

К недостаткам способа относятся недостаточный уровень повышения прочности, теплопроводности и химической стойкости композиционного материала, получаемого реакционным спеканием с образованием карбида кремния, который, обладая высокой химической стойкостью, легко разлагается расплавленными щелочами с образованием силикатов.

Задачей изобретения является получение высокоплотного материала реакционным спеканием дисперсных частиц алмаза и карбида кремния и ферросилиция, покрытых смесью взаимодействующих атомов кремния, углерода и молибдена, приводящих к образованию карбида кремния (SiC), дисилицида молибдена (MoSi_2) и тройной фазы (Mo_4CSi_3), что повышает физико-механические свойства материала за счет упрочнения алмазом и карбидом кремния и химическую стойкость к расплавам щелочей за счет покрытия дисилицидом молибдена.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения изделия из композиционного материала на основе карбида кремния и железа магнетронным распылением комбинированных катодов частицы порошка карбида кремния покрывают кремнием и углеродом, на частицы порошка сплава ферросилиция, содержащего до 30 % Si, наносят слой из смеси алюминия и никеля, при этом перед нанесением покрытий активируют поверхность частиц в плазме тлеющего разряда, затем готовят шихту путем смешивания полученных порошков сплава ферросилиция и карбида кремния с добавлением порошка алмаза с размером частиц до 1 мкм, покрытых кремнием и углеродом и термообработанных при 850 °С в вакуумной печи, путем магнетронного распыления охлаждаемого композиционного катода на поверхность частиц шихты наносят слой кремния и молибдена или слой смеси молибдена и кремния толщиной не более 100 нм, формируют из полученной шихты заготовку с использованием легкоплавкой добавки и подвергают ее реакционному спеканию в форме из материала с низким коэффициентом линейного термического расширения.

Авторами установлено, что магнетронное распыление комбинированного катода ($\text{Si} + \text{C}$) позволят осаждать на поверхности частиц алмаза и карбида кремния (с размером частиц до 1 мкм) конденсат ($\text{Si} + \text{C}$) толщиной до 100 нм, который последующей термообработкой при 650-850 °С за счет твердофазного реакционного спекания формирует α - SiC. Известно, что активные атомы железа при нагреве могут взаимодействовать с SiC, снижая его свойства, поэтому железные порошки (сплав ферросилиция) с размером частиц 20-40 мкм подвергали покрытию ($\text{Ni} + \text{Al}$) толщиной 20-40 нм, который после нагрева при 650-850 °С образует алюминид никеля (Ni_3Al). Из обработанных порошков

ВУ 17177 С1 2013.06.30

смешиванием приготавливали шихту, состоящую из смеси порошков с твердым покрытием (карбидом кремния и алюминидом никеля), на которое наносили слои кремния и молибдена или слой смеси кремния и молибдена. Формовали шихту с использованием легкоплавкой добавки в форме из материала (керамики, кварцевого стекла) с низким КЛТР в графитовом контейнере и подвергали спеканию при температуре 740-1000 °С. При нагреве свыше 723 °С происходит $\alpha \rightarrow \gamma$ фазовое превращение в структуре железа и уплотнение композита за счет термического расширения железа. В слое смеси кремния и молибдена протекает твердофазное реакционное спекание с образованием MoSi_2 , в присутствии углерода с образованием тройной фазы (Mo_4CSi_3). Высокий коэффициент упаковки порошков за счет размещения абразивных порошков мелких фракций в зазорах между крупными частицами железа позволяют хорошо уплотнить шихту в вакууме. При этом формируется каркасная структура дисилицида молибдена, расположенного на поверхности частиц сплава железа, упрочненная дисперсными частицами алмаза и карбида кремния.

Заявляемое решение обеспечивает изготовление изделия из композиционного материала с повышенными прочностными и теплофизическими свойствами за счет присутствия в материале дисперсных частиц алмаза и карбида кремния с покрытием из SiC толщиной до 100 нм, а также создание заготовок-модификаторов из композиционного материала, в котором частицы железа (ферросилиция) содержат дисперсный (до 1 мкм) и наноразмерный (до 100 нм) карбид кремния, наноразмерный (до 100 нм) дисилицид молибдена и алюминид никеля, состав и соотношение компонентов которого задается заранее.

Примеры реализации.

Пример 1.

Магнетронным распылением комбинированного катода (Si + C) осаждали (в режиме: напряжение - 500 В, ток - 0,5 А, давление аргона - 0,3 Па) на поверхности частиц карбида кремния (марки FCT с размером частиц до 1 мкм) конденсат (Si + C) толщиной до 100 нм, который подвергали термообработке при 650-850 °С в течение 1 ч, с формированием α - SiC. Порошки ферросилиция с размером частиц 20-40 мкм подвергали покрытию (Ni + Al) толщиной 20-40 нм и последующему нагреву при 850 °С с образованием алюминида никеля (Ni_3Al). Перед нанесением покрытий поверхность частиц подвергали обработке плазмой тлеющего разряда в режиме отключения магнитной системы при напряжении 1100 В, токе 0,01 А, давлении аргона 10 Па. Из обработанных порошков смешиванием приготавливали шихту, состоящую из смеси порошков с твердым покрытием, на которое наносили слои кремния и молибдена или слой смеси кремния и молибдена (в режиме: напряжение - 450 В, ток - 1,2 А, давление аргона - 0,5 Па). Формовали шихту с использованием легкоплавкой добавки в форме из кварцевого стекла, что позволяло получать образцы диаметром 6 мм и длиной 30 мм. Образцы подвергали спеканию в вакууме при температуре 740-1000 °С.

Пример 2.

Приготавливают шихту аналогично примеру 1, только в шихту вводили частицы порошка алмаза АСН-П 1/0, на которые по той же технологии, что и для порошка (SiC), наносили покрытие SiC. Состав и соотношение компонентов выбирали исходя из требуемых свойств материала изделия.

Полученные образцы подвергали испытаниям на сжатие и оценивали стабильность структуры и свойств после высокотемпературного нагрева. Результаты испытаний представлены в таблице.

Наименование образца	Температура нагрева, °С	Микротвердость, МПа	Прочность, $\sigma_{сж}$, МПа
[FeSi ((Ni ₃ Al) + SiC) SiC] MoSi ₂	1000	5300-5600	343,5
[FeSi (Ni ₃ Al) + (АСН-П1/0 + SiC) SiC] MoSi ₂	1000	6600-6800	487,3

ВУ 17177 С1 2013.06.30

Как видно из результатов экспериментальных исследований, полученные материалы обладают хорошей прочностью на сжатие. Исходные порошки ферросилиция после прессования и спекания при 1100 °С имели прочность на сжатие 152 МПа. Материал, содержащий до 30 % алмаза, обладает хорошей теплопроводностью 320-360 Вт/м К, а наличие каркаса из токопроводящей керамики (MoSi_2) делает композиционный материал токопроводящим на уровне, близком к металлам.

Заявляемый способ получения изделий из композиционного материала может найти широкое применение при изготовлении конструкционных деталей многофункционального назначения для работы в агрессивных средах, а также при создании заготовок-модификаторов расплавов сталей и чугунов, в которых частицы железа (ферросилиция) содержат дисперсный (до 1 мкм) и наноразмерный (до 100 нм) карбид кремния, наноразмерный (до 100 нм) дисилицид молибдена и алюминид никеля, состав и соотношение компонентов которого задается заранее.

Источники информации:

1. Патент РФ 2173307, МПК С 04В 35/56, 2001.
2. Патент РБ 12847, МПК С 04В3 5/56, 2007.