



УКРАЇНА

(19) UA (11) 41989 (13) U
(51) МПК (2009)
C04B 38/00
C04B 35/10

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ВИСОКОПОРИСТИХ ПРОНИКНЕНИХ КЕРАМІЧНИХ ВИРОБІВ

1

2

(21) u200812390

(22) 21.10.2008

(24) 25.06.2009

(46) 25.06.2009, Бюл.№ 12, 2009 р.

(72) СЕМЧЕНКО ГАЛИНА ДМИТРІВНА, НІКОЛАЄНКО
ВЕРОНІКА МИКОЛАЄВНА, КОБЕЦЬ НАТАЛІЯ
ЮРІЇВНА, КУЩЕНКО МАРІЯ ОЛЕКСАНДРІВНА(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
"ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"(57) Спосіб виготовлення високопористих проник-
нених керамічних виробів, що включає виготов-
лення шлікеру, просочення цим шлікером поліме-

рної матриці, сушіння, обробку заготовки розчином золю та випал, який **відрізняється** тим, що шлікер виготовляють з електрокорунду або його суміші з карбідом кремнію з розчином на основі етилсилікату, води і Al, після просочення цим шлікером полімерну матрицю прокатують крізь валки, сушать при температурі 60-90 °С протягом 8-12 годин, а потім обробляють розчином, нагрітим до 35-50 °С, золю на основі етилсилікату та стехіометричної кількості води з добавкою стеарату алюмінію.

Корисна модель, що пропонується, відноситься до області кераміки, а саме до виготовлення проникненої кераміки - фільтрів, насадок, тощо.

Близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб виготовлення фільтру [1], який включає отримання керамічної основи із композиції $Al_2O_3 + 2 \text{ мас. \% } TiO_2 + 2 \text{ мас. \% } MnO_2 + 10 \text{ мас. \% } + 10 \text{ мас. \%}$ лігносульфонату натрію, утворення із неї шлікеру, багаторазове просочення полімеру керамічним шлікером, видалення надлишків шлікеру з полімерної губки прокаткою крізь валки, сушіння та спікання при температурі 1350 °С. Щільність матеріалу після випалу складає 0,22-0,38 г/см³, поруватість - 90-94 %, середній розмір пор, в основному, - 2,8-0,38 мм, міцність при стисненні - 2,2-4,8 МПа, термостійкість (1000 °С - повітря) - 12-16 циклів.

Недоліком вказаного способу є незначна міцність готових виробів, багатоконпонентність складу матриці та необхідність попереднього синтезу в'язучого компоненту $AlPO_4$, що підвищує енергетичні витрати на виготовлення, необхідність використання значної кількості лігносульфонату, що підвищує сировинні витрати.

Найбільш близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб виготовлення високопористих проникнених керамічних виробів [2], який включає виготовлення шлікеру із електроплавленого корунду або його суміші з карбідом кремнію, дисперсним порошком оксиду алюмінію із добавками оксидів металів II та IV груп Періодичної таблиці Д.І. Менделєєва та розчину ПВС, просо-

чення цим шлікером полімерної матриці, сушку, обробку розчином аерозолю або хлориду алюмінію із введенням або без введення хлоридів елементів активних добавок при $pH=4+0,2$ та випал. Цей спосіб забезпечує випаленому матеріалу високу пористість та термостійкість, але спосіб є екологічно небезпечним, тому що використовується розчин хлоридів, матеріал має низьку міцність при температурах випалу 1350-1400 °С, тому випал здійснюють при великих температурах.

Задача моделі полягає в тому, щоб забезпечити підвищену міцність при достатньо невисоких температурах випалу та більшу екологічну безпеку при виготовленні поруватих (з проникненою пористістю) виробів.

Технічний результат забезпечується тим, що в рішенні що пропонується і включає виготовлення шлікеру, просочення цим шлікером полімерної матриці, сушку, обробку розчином золю заготовки та випал, і відрізняється тим, що шлікер виготовляють із електроплавленого електрокорунду або його суміші з карбідом кремнію з розчином на засаді етилсилікату, води і Al, після просочення цим шлікером полімерну матрицю прокатують крізь валки, сушать при температурі 60-90 °С протягом 8-12 годин, а потім обробляють розчином золю, нагрітим до 35-50 °С, на основі етилсилікату та стехіометричної кількості води з добавкою органічної солі алюмінію.

Позитивний результат забезпечується тим, що при введенні в шлікер золю на основі етилсилікату забезпечуються необхідні міцнісні властивості

(13) U

(11) 41989

(19) UA

відливкам завдяки утворенню силіконових зв'язків $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$, при умові виготовлення золю як із стехіометричною кількістю води, так і з великою кількістю води. Введення Al в золь забезпечує достатньо високу пластичність та текучість шлікерам на засаді електроплавленого корунду або суміші корунду з карбідом кремнію. В залежності від співвідношення наповнювач: в'язуча композиція із золю час просочення регулюється введенням до бавки Al; прокаткою крізь валки - товщина стінок навколо полімерної матриці. Після прокатки напівнашечену полімерну матрицю висушують при температурі 60-90 °C терміном 8-12 годин і знову просочують розчином золю на засаді етилсилікату, але цього разу його виготовляють, гідролізуючи етилсилікат стехіометричною кількістю води з до бавкою стеарату алюмінію при нагріванні до 35-50 °C, таким чином просочують матрицю і створюють на поверхні утвореної керамічної оболонки навколо полімерної матриці покриття з більшою щільністю. Після термообробки одержують керамічну порувату матрицю, внутрішні шари якої складаються із Al_2O_3 або $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$, що мулітизовано завдяки утворенню муліту із Al та SiO_2 , а поверхневий шар покриття із розчину скла, мулітизованого за рахунок синтезу муліту із SiO_2 та Al із органічної солі, що забезпечує високі механічні

характеристики одержаним виробам з проникною пористістю.

Запропонований спосіб забезпечує позитивний результат завдяки тому, що при введенні золю етилсилікату в якості зв'язуючого забезпечуються підвищені фізико-хімічні властивості при значно низьких температурах випалу. Використання золю, що утворюється при гідролізі етилсилікату великою кількістю води, дає можливість виготовляти шлікери необхідної текучості, пластичності їх підвищується завдяки введенню Al пудри, яка з поверхні гідрофобізована. Нанесення після сушки додаткового шару практично такого ж фазового складу, що й основний, тому що він складається із Al_2O_3 , суміші $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$, SiO_2 золю та Al солі, забезпечує утворення нитковидних кристалів муліту, які пронизують плівку покриття, армують її та забезпечують не тільки підвищену міцність, термостійкість, але й корозійну та абразивну стійкість, в тому числі, в потоках вихлопних газів.

Використання запропонованого способу виготовлення високопористих виробів дозволяє одержати міцний мулітокорундовий або мулітокорундокарбідкремнієвий матеріал з високими експлуатаційними характеристиками.

Конкретні приклади способу одержання та властивості матеріалів вказано в таблиці.

Таблиця.

Спосіб одержання матеріалу та його властивості.

| Найменування показників | Показники | | | | | |
|---|--------------------------------------|--|------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|
| | Поза межеві | 1 | 2 | 3 | Поза межеві | Прототип |
| Склад просочуючого шлікеру: наповнювач | Al_2O_3 | Al_2O_3 | $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$ | $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$ | SiC | $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$ |
| зв'язуюче | Без до бавки | Золь із етилсилікату і великої кількості води та алюмінію | | | Без до бавки | ПВС |
| Прокатка крізь валки | + | + | + | + | + | - |
| Т-ра сушіння просочної полімерної матриці, °C | 50 | 60 | 72 | 90 | 100 | - |
| Термін сушіння, год. | 15 | 10 | 12 | 8 | 6 | - |
| Золь для додаткового просочення | Золь без до бавки органічної солі Al | Золь етилсилікату із стехіометричною кількістю води та органічною сіллю Al | | | Золь без до бавки органічної солі Al | Алюмосолі та хлоридні до бавки |
| Температура золю, °C | 30 | 45 | 50 | 35 | 70 | 23 |
| Температура випалу, °C | 1350 | 1350 | 1350 | 1350 | 1350 | 1650 |
| Властивості матеріалу: | | | | | | |
| Відкрита поруватість, % | 93,00 | 91,70 | 92,00 | 92,50 | 91,50 | 78,00 |
| Щільність, г/см ³ | 0,28 | 0,32 | 0,31 | 0,29 | 0,33 | 0,35 |
| Середній розмір пор, мм | 2,80 | 3,00 | 3,10 | 3,00 | 3,20 | 2,40 |
| Міцність при стиску, МПа | 3,80 | 4,50 | 4,80 | 4,20 | 4,00 | 3,50 |
| Термостійкість, цикли: 1000 °C - повітря | 18 | 21 | 20 | 21 | 16 | 15 |
| 300 °C - фізрозчин | 150 | 150 | 150 | 150 | 150 | 25 |

Як видно із таблиці, запропонована технологія забезпечує виготовлення високопористої кераміки, особливістю якої є проникненість структури, з достатньо високою міцністю та високою термостабільністю як на повітрі, так і в фізрозчині, що надає

можливість використання його для виготовлення фільтрів та використання в медицині. Причому, запропонований спосіб забезпечує одержання високопоруватого матеріалу з проникною пористістю при значно невисокій температурі випалу.

Щільне покриття на поверхні пор надає можливість регенерувати багатократно такі підложки при використанні в біотехнологіях та в медицині.

Найкращі показники одержано при використанні параметрів запропонованого способу за прикладом 2. Поза межеві характеристики способу знижують щільність, міцність та термостійкість матеріалу виробів, або навпаки, підвищують середній розмір пор при підвищенні температури сушіння після першого просочення та температури просоючого золю стехіометричного складу.

Запропонований спосіб можна рекомендувати для одержання фільтрів, установок для очищення вихлопних газів, підложок в біотехнологіях та медицині.

Зазначений спосіб виготовлення високопористої проникненої кераміки невідомий із джерел вітчизняної та іноземної інформації, встановлено авторами вперше, що свідчить про відповідність заявленого рішення критеріям новизни.

В порівнянні з відомими рішеннями запропонована корисна модель має такі переваги:

- забезпечує постійність показників фізико-механічних властивостей матеріалу;
- забезпечує регенерацію виробів;
- забезпечує високу термостабільність.

Джерела інформації:

1. Патент №7717 України на корисну модель, 2005р., БВ 3 7.

2. Патент РФ №2294317 Б, " Изобретения. Полезные модели ", 2007 р., №6, с.395-396.