



УКРАЇНА

(19) UA (11) 56263 (13) U
(51) МПК (2011.01)
C04B 35/58
C04B 35/80

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИРОЩУВАННЯ СУМІШІ НАНОВОЛОКОН β -SiC ТА α -Si₃N₄ В КЕРАМІЧНИХ МАТРИЦЯХ

1

2

(21) u201007024

(22) 07.06.2010

(24) 10.01.2011

(46) 10.01.2011, Бюл.№ 1, 2011 р.

(72) СЕМЧЕНКО ГАЛИНА ДМИТРІВНА, СТАРО-
ЛАТ ОЛЕНА ЄВГЕНІВНА, ПАНАСЕНКО МАРІЯ
ОЛЕКСАНДРІВНА, ДУДНИК ЮЛІЯ ПЕТРІВНА, СА-
ВІНА СВІТЛАНА ОЛЕКСАНДРІВНА

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
"ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"

(57) Спосіб вирощування суміші нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ в керамічних матрицях, що включає взаємодію підкладки з вуглецю з газоподібною сполукою кремнію при вказаній температурі та атмосфері, який відрізняється тим, що як вуглецеву підкладку використовують атомарний вуглець радикалів ($-CH_3$) із модифікуючої добавки або продуктів термодеструкції гелю, а керамічну матрицю піддають випалу в атмосфері азоту або суміші азоту з аргоном при тиску 0,45-0,55 атм при температурі не нижче 750 °С.

Корисна модель, яка пропонується, відноситься до області кераміки, а саме, до синтезу нановолокон безкисневих сполук β -SiC та α -Si₃N₄, що має використовуватися для їх синтезу в керамічних матрицях матеріалів, в яких зв'язуючим є золь-гель композиція із кремнійорганічних речовин, або вони виготовляються на основі порошків тугоплавких сполук, модифікованих елементоорганічною речовиною кремнію.

Близьким за технологічною суттю є спосіб синтезу вирощування нановолокон SiC методом газофазового синтезу SiC із триметилхлорсилозану за участю водню при температурі 1023 K [1]. Такий спосіб можна здійснювати тільки в спеціальних реакторах при постійному постачанні вихідної сировини для синтезу SiC та водню - для підтримки реакції в необхідному напрямку. У керамічних матрицях можливо використовувати таким чином синтезовані волокна шляхом їх внесення в керамічні шихти, що є головним недоліком аналогу, тому що ускладнює одержання однорідної маси процес і підвищує витрати енергії.

Найбільш близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб [2] вирощування суміші нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄, який включає взаємодію підкладки з графіту я газоподібними сполуками кремнію та вуглецю при випалі в печі, в атмосфері якої присутнім є азот (аміак) або інертний газ відповідно при температурі 1300-1400 °С або 1200 °С. Недоліком прототипу є також попередній синтез нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄, а потім внесення їх в маси для виготовлення керамічних ви-

робів, а також присутність газоподібної сполуки вуглецю, що негативно впливає на синтез тугоплавких сполук.

Задача корисної моделі полягає в тому, щоб забезпечити синтез наночастинок β -SiC та α -Si₃N₄ в керамічних матрицях саме при їх випалі або в службі.

Технічний ефект забезпечується тим, що в рішенні, яке пропонується, і включає взаємодію підкладки вуглецю з газоподібною сполукою кремнію при вказаній температурі в атмосфері аргону або азоту, і відрізняється тим, що як вуглецеву підкладку використовують атомарний вуглець радикалів ($-CH_3$) із продуктів термодеструкції гелю або модифікуючої кремнійорганічної добавки, що піддають випалу в атмосфері N₂ або суміші N₂+Ar при тиску 0,45-0,55 атм.

Позитивний результат забезпечується тим, що в процесі термообробки модифікованих порошків тугоплавких сполук елементоорганічною речовиною кремнію без та в суміші із золь-гель зв'язуючими, які одержано шляхом гідролізу кремнійорганічної речовини, в порах керамічних матриць (на основі порошків тугоплавких сполук SiC, графіту, Si₃N₄, Al₂O₃ тощо), що становляться нанореакторами. синтезуються нановолокна β -SiC та α -Si₃N₄, які переплітаються між собою і створюють сферичні глобули в литих або гарячепресованих матрицях із модифікованого наповнювача, наприклад з порошку α -Si₃N₄. які ущільнюють матрицю матеріалу, газоподібні речовини вуглецю у вихідних компонентах відсутні, що виключає окиснення вугле-

(13) U

(11) 56263

(19) UA

цевої твердої підкладки у вигляді атомарного вуглецю і підвищує вихід синтезованих наночастинок та нановолокон.

Використання запропонованої корисної моделі «Спосіб вирощування нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ та їх суміші в керамічних матрицях» із Si₃N₄, SiC, Al₂O₃ або вуглецьграфітових композицій включає взаємодію підкладки вуглецю з газоподібною сполукою кремнію при вказаних температурі та атмосфері, і відрізняється тим, що в якості вуглецевої підкладки використовують атомарний вуглець радикалів (-CH₃) із модифікуючої добавки або продуктів термодеструкції гелю, що піддають випалу в атмосфері N₂ або суміші N₂+Ar при тиску 0,5±0,05 атм, дає можливість синтезувати нановолокна β -SiC та α -Si₃N₄ в керамічних матрицях із модифікованих елементоорганічною речовиною кремнію порошків тугоплавких безкисневих сполук при гарячому пресуванні та при випалі в атмосфері вказаних газів. Процес самоармування керамічних матриць нановолокнами підвищує щільність матеріалу та їх тріщиностійкість.

Спосіб вирощування нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ та їх суміші в керамічних матрицях із безкисневих сполук наведено в таблиці.

Як видно із таблиці, запропонований спосіб забезпечує синтез нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ в порах, що утворюються при термообробці золь-

гель зв'язуючого між зернами наповнювача зразків.

Якщо в спеціальному устаткуванні (прототип) вирощують в атмосфері азоту або аміаку тиском в 1 атм тільки α -Si₃N₄, то в порах керамічних матриць синтезуються нановолокна β -SiC разом з α -Si₃N₄, що забезпечує самоармування керамічних матриць і підвищення фізико-механічних властивостей матеріалу, що виключає попередній синтез волокон в спеціальному устаткуванні, його подрібнення та введення в шихту з конкретного наповнювача.

Найкращі показники вирощування нановолокон в керамічних матрицях без кисневих сполук вказано в прикладі 2. При цьому синтез починається при температурі 750 °C, що значно менше, ніж в прототипі. Поза межні характеристики способу вирощування нановолокон підвищують розмір діаметру нановолокон, обмежують синтез нановолокон Si₃N₄.

Запропонований спосіб вирощування нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ в порах керамічних матриць можна рекомендувати при синтезі конструкційної кераміки із α -Si₃N₄, що виготовлена методом лиття на самотвердіючих золь-гель композиціях для підвищення фізико-механічних властивостей цієї кераміки. в гарячепресованих матеріалах на основі SiC. B₄C. Si₃N₄ в покриттях на основі Al₂O₃.

Таблиця

Спосіб вирощування нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ в керамічних матрицях

Найменування показників	Параметри					
	поза межні	1	2	3	поза межні	Прототип
I Вихідні компоненти для синтезу:						
1. графітова підкладка	-	-	-	-	-	+
2. атомарний вуглець	+	+	+	+	+	-
3. суміш порошкоподібного Si+SiO _{конд}	-	-	-	-	-	+
4. вуглець газоподібний із сахарози	-	--	-	-	-	+
5. монооксид кремнію із елементоорганічної речовини або гелю	+	+	+	+	+	-
II Місце синтезу:						
- пори в керамічній матриці	+	+	+	+	+	-
- спеціальний сконструйований реактор;	-	-	-	-	-	+
- керамічна матриці	B ₄ C	SiC	Si ₃ N ₄	C	Al ₂ O ₃	—
III Температура початку синтезу, °C	700	750	750	750	1000	1300-1400
IV Середовище:						
азот	-	+	+	+	+	+
аміак	-	-	-	-	-	+
аргон	+	-	+	-	-	-
тиск газів	0,7	0,45	0,50	0,55	0,3	1,0 (N ₂)
V Вид нановолокна:						
β -SiC	+	+	+	+	+	-
α -Si ₃ N ₄	+	+	+	+	+	+
Діаметр нановолокон, нм	100	50	30	75	120	300

Зазначений спосіб вирощування суміші нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ в керамічних матрицях невідомий із джерел вітчизняної та іноземної інформації, встановлено авторами вперше, що свідчить про відповідність заявленого рішення критеріям новизни.

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

- забезпечує вирощування нановолокон в керамічних матрицях, що знижує енерговитрати на їх виробництво і спеціальну підготовку для введення в маси;

- температура початку синтезу нановолокон зменшується;

- для синтезу нановолокон використовуються компоненти шихти, а саме, самотвердіючі золь-гель композиції та модифікуючи кремнійорганічні речовини, які є постачальником атомарного вуглецю та монооксиду кремнію для синтезу нановолокон β -SiC та α -Si₃N₄ в атмосфері N₂ або N₂+Ar.

Джерела інформації

1. Barker J.A., Turker T.N., Meyer N.F. // J. Appl. Phys, 1968. v. 39 - P. 4365-4368.

2. Bechelany Mirhael, Comu David, Micle Prilippe. Заявка Франції 28799627 MIЖ C03B 23/00, C01B 31/036, 21/068. Заявл. 21.12.2004. Опубл. 26.06.2006.