



УКРАЇНА

(19) UA (11) 58831 (13) U  
(51) МПК (2011.01)  
C04B 35/584 (2011.01)  
C04B 38/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ПРОСОЧЕНИХ НІТРИДКРЕМНІЄВИХ ВИРОБІВ

1

2

(21) u2010111926

(22) 08.10.2010

(24) 26.04.2011

(46) 26.04.2011, Бюл.№ 8, 2011 р.

(72) СЕМЧЕНКО ГАЛИНА ДМИТРІВНА, СТАРО-  
ЛАТ ОЛЕНА ЄВГЕНІВНА, ГЕВОРКЯН ЕДВІН СПА-  
РТАКОВИЧ, РУДЕНКО ЛАРИСА ВІКТОРІВНА,  
КРУПЕНКО АЛЬОНА АНАТОЛІЇВНА

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
"ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"

(57) Спосіб виготовлення просочених нітридкрем-  
нієвих виробів, що включає виготовлення шлікера  
на основі порошку тугоплавкого наповнювача із  
спікаючими добавками і розчину зв'язуючого, що

полімеризується, просочення цим шлікером полі-  
мерної матриці, сушіння, обробку іншим шлікером,  
наступне сушіння та випал, який **відрізняється**  
тим, що шлікер виготовляють із порошку тугоплав-  
кого нітриду кремнію з добавками оксидів алюмі-  
нію та ітрію і розчину гідролізату етилсилікату,  
одержаного гідролізом етилсилікату великою кіль-  
кістю води, яким просочують полімерну матрицю,  
прокатують крізь валки, вакуумують, сушать при  
температурі 65-85 °С, вдруге просочують шліке-  
ром на основі порошку нітриду кремнію, солі ітрію  
та гідролізату етилсилікату, сушать при темпера-  
турі 110-120 °С, а потім випалюють при темпера-  
турі 1300-1420 °С в азотному середовищі.

Корисна модель, що пропонується, відноситься  
до області кераміки, а саме, до виготовлення  
просоченої кераміки для машинобудування та ін-  
ших галузей важкої промисловості.

Близьким за технічною суттю та призначенням  
є спосіб виготовлення просоченої кераміки, а са-  
ме, фільтрів [1], який включає виготовлення шлі-  
керу на основі суміші корундового наповнювача зі  
стікаючими добавками  $TiO_2$ ,  $MgO$  та магнійсуль-  
фонату, яким просочують полімерну губку, потім  
видаляють надлишки шлікера шляхом прокатки  
крізь валки, сушать заготовку та спікають при тем-  
пературі 1350 °С. Середній розмір пор складає  
декілька мм, термостабільність - 12-16 циклів  
(1000 °С - повітря). Недоліком способу є невелика  
термостійкість виробів.

Найбільш близьким за технічною суттю та  
призначенням є спосіб виготовлення просочених  
виробів[2], який включає виготовлення шлікера на  
основі порошку тугоплавкого наповнювача (техніч-  
ний глинозем) із спікаючими добавками (оксиди  
металів II та IV груп періодичної таблиці Д.І. Мен-  
делєєва) і розчину зв'язуючого, що полімеризуєть-  
ся, просочення цим шлікером полімерної матриці,  
сушіння, повторну обробку іншим шлікером, су-  
шіння та випал. Цей спосіб забезпечує виготов-  
лення високопоруватого матеріалу з просоченою  
поруватістю. Недоліком найближчого аналога є

низька термостійкість поруватої кераміки та вико-  
ристання хлоридів металу для просочення, що  
погіршує стан навколишнього середовища.

Задача моделі полягає в тому, щоб підвищити  
термостійкість просоченої кераміки, створити на  
поверхні стінок каналів шар, сформований нано-  
розмірними нитковидними кристалами безкисне-  
вих сполук, що буде сприяти нанесенню каталіза-  
тора при використанні для очищення вихлопних  
газів.

Технічний результат забезпечується тим, що  
рішення, що пропонується і включає виготовлення  
шлікера із порошку тугоплавкого нітриду кремнію з  
добавками оксидів алюмінію та ітрію і розчину гід-  
ролізату етилсилікату великою кількістю води,  
яким просочують полімерну матрицю, прокатують  
крізь валки, вакуумують, сушать при температурі  
65-85 °С, вдруге просочують шлікером на основі  
порошку нітриду кремнію, солі ітрію та гідролізату  
етилсилікату, сушать при температурі 110-120 °С,  
а потім випалюють при температурі 1300-1420 °С  
в нейтральному середовищі.

Позитивний результат забезпечується тим, що  
при використанні шлікера на основі нітридкремніє-  
вого порошку, спікаючих добавок  $Al_2O_3$  та  $Y_2O_3$   
замість шлікера відомого складу, забезпечується  
підвищення термостійкості матеріалу просоченої  
кераміки.

(19) UA (11) 58831 (13) U

Використання в якості зв'язуючого, що полімеризується, розчину гідролізату етилсилікату, який одержували гідролізом етилсилікату великою кількістю води, дає можливість створювати шлікер, що добре просочує полімерну матрицю, а при вакууманні ущільнюється, створюючи тонкі прошарки із достатньо високою міцністю, що є основою структури фільтра.

Використання даного гідролізату етилсилікату сприяє утворенню просоченої структури матриці тонких прошарків, яка закріплюється при проведенні сушки при температурі 65-85 °С вакуумованих заготовок.

Повторне просочення висушених заготовок шлікером на основі порошку  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , солі ітрію та гідролізату етилсилікату дає можливість створити за рахунок дифузії шар на поверхні прошарків з боку полімерної матриці. Проведення сушіння при 110-120 °С, а потім випалу при 1300-1420 °С в азотному середовищі забезпечує послідовне зміцнення зразків, а потім випалювання полімерної матриці і самоармування поверхневих прошарків стінок та основного тіла просоченої кераміки нановолокнами  $\beta\text{-SiC}$  та  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ , що значно підвищує термостійкість матеріалу просоченої кераміки і підвищує каталітичну активність цієї кераміки.

Запропонований спосіб забезпечує позитивний результат завдяки тому, що при просоченні полімерної матриці шлікером на основі порошку

$\text{Si}_3\text{N}_4$ , оксидів  $\text{Al}_2\text{O}_3$  і  $\text{Y}_2\text{O}_3$  та гідролізату етилсилікату, який одержано гідролізом етилсилікату у великій кількості води, утворюється структура стінок пор, яка після стиснення заготовок крізь валки вакуується з подальшим просоченням шлікеру. Матеріал досягає значного ущільнення. Повторне просочення шлікером іншого складу -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  та гідролізату етилсилікату, висушеного при 65-85 °С, зменшує напруження в керамічній матриці, створює на стінках пор поверхневий шар, який після сушіння при 110-120 °С дифузійно щепиться, а після випалу 1300-1420 °С самоармується нановолокнами  $\beta\text{-SiC}$  та  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ . Це значно підвищує термостійкість одержаного просоченого матеріалу.

Створення поверхневого шару на стінках пор каркасу фільтрів із рівномірно розподіленими порами, які менше ніж пори у стінках, надає можливість заповнювати каркас фільтра відкладеннями вуглецю, що дозволяє легко регенерувати при експлуатації.

Використання запропонованого способу виготовлення просочених штридкремнієвих виробів дозволяє одержувати ефективні просочені порошки  $\text{Si}_3\text{N}_4$  з високими експлуатаційними матеріали із тугоплавкого характеристиками.

Конкретні приклади способу виготовлення та властивості просочених  $\text{Si}_3\text{N}_4$  матеріалів вказано в таблиці.

Таблиця

Способи виготовлення  $\text{Si}_3\text{N}_4$  просочених матеріалів

Найменування показників	Показники					
	Поза межеві	1	2	3	Поза межеві	Найближчий аналог
Склад 1 шлікеру:						
Наповнювач:						
технічний глинозем	-	-	-	-	-	+
$\text{Si}_3\text{N}_4$	+	+	+	+	+	-
Спікаючі добавки:						
оксиди металів II і IV груп	-	-	-	-	-	+
$\text{Al}_2\text{O}_3$ і $\text{Y}_2\text{O}_3$	+	+	+	+	+	-
Зв'язуюче, що полімеризується:						
ПВС	-	-	-	-	-	-
гідролізат етилсилікату, одержаний гідролізом ЕТС великою кількістю води	+	+	+	+	+	-
Склад 2 шлікера:						
Наповнювач:						
глинозем технічний	-	-	-	-	-	+
$\text{Si}_3\text{N}_4$	+	+	+	+	+	-
Спікаючі добавки:						
сіль ітрію	+	+	+	+	+	-
Зв'язуюче, що полімеризується:						
аерозоль	-	-	-	-	-	+
гідролізат етилсилікату	+	+	+	+	+	-
Операції при виготовленні						
1. Просочення шлікером 1 полімерної матриці	+	+	+	+	+	+
2. Прокатка крізь валки	+	+	+	+	+	+
3. Вакумування заготовок	+	+	+	+	+	-
4. Температура сушіння, °С	50	85	65	70	100	100
5. Просочення 2 шлікером	+	+	+	+	+	+
6. Температура сушіння, °С	130	120	110	115	110	100

Продовження таблиці

Найменування показників	Показники					
	Поза межеві	1	2	3	Поза межеві	Найближчий аналог
7. Температура випалу керамічного виробу, °С	1450	1300	1420	1350	1280	1350
Властивості матеріалу:						
1. Товщина шару на стінках пор просоченого матеріалу, мм	0,30	0,20	0,25	0,28	0,18	-
2. Міцність при стиску, МПа	3,8	4,1	4,5	4,3	4,1	3,5
3. Термостійкість, цикли (1000 °С-повітря)	>50	>50	>50	>50	>50	15

Як видно із таблиці, запропонований спосіб забезпечує створення просоченого матеріалу на основі  $\text{Si}_3\text{N}_4$  із щільними стінками поруватої структури, на поверхні яких утворюється шар армований нановолокнами  $\beta\text{-SiC}$  та  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ , що забезпечує підвищення каталітичної активності просоченого матеріалу. Висока експлуатаційна характеристика забезпечується в результаті створення міцних стінок між порами, що утворені в результаті вигоряння полімерної матриці з нанесеним шаром, армованим нановолокнами  $\beta\text{-SiC}$  та  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ . Матеріал можна використовувати в машинобудуванні.

Найкращі показники одержано при використанні параметрів способу за прикладом 2.

Приклад 2. Для виготовлення просоченого керамічного матеріалу на основі нітридкремнієвого порошку. Полімерну матрицю спочатку просочують шлікером 1 складу на основі порошку  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , спікаючої добавки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  і  $\text{Y}_2\text{O}_3$  та гідролізату етилсилікату, який одержано гідролізом етилсилікату великою кількістю води, прокатують крізь валки, вакуумують. Просочену полімерну матрицю підсу-

шують при температурі 65 °С, після цього просочують шлікером 2 складу і висушують при температурі 110 °С та випалюють при температурі 1420 °С. Товщина шару на стінках пор складає 0,25 мм. Міцність матеріалу при стисненні 4,5 МПа. Термостійкість розробленого матеріалу значно перевищує показники властивостей найближчого аналогу.

Запропонований спосіб можна рекомендувати для одержання пристроїв для очищення вихідних газів.

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

- забезпечує високу міцність просоченої кераміки;
- забезпечує високу термостійкість просоченим виробам.

Джерела інформації:

1. Патент України № 7717 на корисну модель, 2005 р., БВ № 37.

2. Патент РФ № 2294317, БИ Полезные модели, 2007 г., № 6, с. 395-396.