



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(51) МПК  
*B22F 3/14* (2006.01)  
*C22C 29/02* (2006.01)  
*C22C 29/16* (2006.01)  
*C04B 35/565* (2006.01)  
*C04B 35/65* (2006.01)  
*C04B 35/58* (2006.01)

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

*B22F 2003/145* (2018.08); *C22C 29/065* (2018.08); *C22C 29/065* (2018.08); *C04B 35/58014* (2018.08)

(21)(22) Заявка: 2018111466, 30.03.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
30.03.2018Дата регистрации:  
06.03.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.03.2018

(45) Опубликовано: 06.03.2019 Бюл. № 7

Адрес для переписки:

119334, Москва, Ленинский пр-кт, 49,  
Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки Институт металлургии и  
материаловедения им. А.А. Байкова  
Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

(72) Автор(ы):

Леонов Александр Владимирович (RU),  
Севостьянов Михаил Анатольевич (RU),  
Лысенков Антон Сергеевич (RU),  
Царева Алена Михайловна (RU),  
Насакина Елена Олеговна (RU),  
Байкин Александр Сергеевич (RU),  
Сергиенко Константин Владимирович (RU),  
Колмаков Алексей Георгиевич (RU),  
Опарина Ирина Борисовна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки Институт металлургии и  
материаловедения им. А.А. Байкова  
Российской академии наук (ИМЕТ РАН)  
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: Kwang Joo Kim и др. Electrically  
and thermally conductive SiC ceramics. Journal  
of the Ceramic Society of Japan, 122, [11], 2014,  
с.963-966. RU 2399601 C2, 20.09.2010. RU  
2542073 C1, 20.02.2015. RU 2016879 C1,  
30.07.1994. JP 10226578 A, 25.08.1998. JP  
5116152 A, 14.05.1993.

(54) Способ получения композиционного материала SiC-TiN

(57) Реферат:

Изобретение относится к технической керамике в виде композиционного материала SiC-TiN. Способ включает горячее прессование порошковой смеси. В качестве порошковой смеси используют смесь, содержащую 53-83 мас.% порошка карбида кремния, 5-40 мас.% порошка титана и 7 мас.% порошка спекающей добавки в виде  $Y_2O_3-Al_2O_3-ZrO_2$  или  $Y_2O_3-Al_2O_3$  в соотношении 3:5. В процессе горячего

прессования обеспечивают совмещение спекания и азотирования порошковой смеси при температуре 1600°C в атмосфере азота в течение 30 мин при давлении 30 МПа, затем температуру повышают до 1850°C и проводят выдержку 30 мин с получением композиционного материала основными фазами SiC и TiN. Обеспечивается высокая прочность и твердость керамического материала. 1 табл., 1 ил.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*B22F 3/14* (2006.01)  
*C22C 29/02* (2006.01)  
*C22C 29/16* (2006.01)  
*C04B 35/565* (2006.01)  
*C04B 35/65* (2006.01)  
*C04B 35/58* (2006.01)

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*B22F 2003/145 (2018.08); C22C 29/065 (2018.08); C22C 29/065 (2018.08); C04B 35/58014 (2018.08)*(21)(22) Application: **2018111466, 30.03.2018**(24) Effective date for property rights:  
**30.03.2018**Registration date:  
**06.03.2019**

Priority:

(22) Date of filing: **30.03.2018**(45) Date of publication: **06.03.2019** Bull. № 7

Mail address:

119334, Moskva, Leninskij pr-kt, 49, Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN)

(72) Inventor(s):

**Leonov Aleksandr Vladimirovich (RU), Sevostyanov Mikhail Anatolevich (RU), Lysenkov Anton Sergeevich (RU), Tsareva Alena Mikhajlovna (RU), Nasakina Elena Olegovna (RU), Baikin Aleksandr Sergeevich (RU), Sergienko Konstantin Vladimirovich (RU), Kolmakov Aleksej Georgievich (RU), Oparina Irina Borisovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN) (RU)**

**(54) METHOD OF OBTAINING COMPOSITE SiC-TiN MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to technical ceramics in the form of a composite SiC-TiN material. Method comprises hot pressing the powder mixture. As a powder mixture use mixture containing 53–83 % by weight of silicon carbide powder, 5–40 % by weight of titanium powder and 7 % by weight of sintering aid powder in the form of  $Y_2O_3-Al_2O_3-ZrO_2$  or  $Y_2O_3-Al_2O_3$  in the ratio of 3:5. In the process of hot

pressing provide a combination of sintering and nitriding of the powder mixture at a temperature of 1,600 °C in nitrogen atmosphere for 30 minutes at a pressure of 30 MPa, then the temperature is raised to 1,850 °C and hold the shutter for 30 minutes to obtain a composite material of the main phases of SiC and TiN.

EFFECT: ensure high strength and hardness of the ceramic material.

1 cl, 1 tbl, 1 dwg

Изобретение относится к области технической керамики, в частности к композиционному материалу на основе карбида кремния и нитрида титана, полученный методом горячего прессования с одновременным азотированием, имеющему высокие значения прочности и твердости. Данный материал может быть использован для изготовления износостойких изделий, таких как детали трибологического назначения, а также для создания легких керамических бронезащитных элементов в составе конструкции.

Известен способ получения композиционного керамического материала технического назначения состава  $\text{TiN}/\text{Al}_2\text{O}_3$ , который является перспективным для получения жаропрочных и износостойких материалов, а также покрытия для режущих и обрабатываемых инструментов [патент Россия №2524061]. Способ получения композиционного керамического материала, заключающийся в использовании в качестве исходной шихты для получения оксинитридной керамики продуктов сгорания на воздухе композиционных смесей на основе грубодисперсного порошка титана и мелкодисперсного порошка оксида титана  $\text{TiO}_2$  в количестве 20-40 масс. % с добавкой нанопорошка алюминия в количестве 10 масс. %, горячее изостатическое прессование проводят в атмосфере азота при температуре 1550°C в течение 30 минут. Результатом применения способа является композиционный керамический материал состава 90%TiN/10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, который обладал следующими механическими характеристиками: относительная плотность 99%, прочность на сжатие 2,2 ГПа, микротвердость 17 ГПа. Недостатком способа является то, что метод горячего изостатического прессования имеет технические сложности, а также высокую стоимость получаемых изделий.

Известен способ получения керамических изделий на основе карбида кремния и нитрида титана. Исходными материалами были: a-SiC порошок (размер частиц 0,5-1 мм) в виде матрицы, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в качестве спекающих добавок и наночастицы TiN (средний размер частиц 20 нм) в качестве упрочняющей фазы. Исходные порошки прессуют до образования прямоугольных образцов и последующего уплотнения методом холодного изостатического прессования при 250 МПа. Далее образцы были подвергнуты жидкофазному спеканию в вакуумной печи при 1950°C в течение 15 мин, а затем при 1850°C в течение 1 часа [Xingzhong Guo, Hui Yang, Lingjie Zhang, Xiaoyi Zhu, Sintering behavior, microstructure and mechanical properties of silicon carbide ceramics containing different nano-TiN additive, Ceramics International 36, 2010, pp. 161-165]. В результате был получен композиционный материал, обладающий следующими характеристиками: прочность на изгиб - 472,0-686,8 МПа, относительная плотность - 91,1-92,8%.

Недостатком данного способа является то, что для уплотнения образцов используют достаточно высокое давление, а также получаемые изделия достаточно дорогие, есть сложности выдерживания точности размеров формовки.

Известен способ получения керамических изделий на основе SiC-керамики, усиленной SiC волокнами, и/или наночастицами TiN. [Lingjie Zhang, Hui Yang, Xingzhong Guo, Jianchao Shen, Xiaoyi Zhu, Preparation and properties of silicon carbide ceramics enhanced by TiN nanoparticles and SiC whiskers, Scripta Materialia 65, 2011, pp. 186-189] Просеянные порошки прессовались под давлением 100 МПа в течение 10 с. Затем в течение 300 с. методом холодного изостатического прессования под давлением 250 МПа. Спекание проводили в печи при температуре 1950°C в вакууме или в атмосфере аргона в течение 15 минут, затем выдерживали при температуре 1850°C в течение часа. Введение в состав волокон SiC и наночастиц TiN улучшает уплотнение и механические свойства керамики на основе SiC. Относительная плотность керамики на основе SiC увеличилась с 95,8% до 98,1%. Микротвердость была улучшена с 18,19 до 26,65 ГПа для SiC-TiN, значение

прочности на изгиб составило от 416 до 1122,81 МПа.

Недостатком данного способа является то, что метод получения данного материала является многостадийным и достаточно сложным, а также получаемые изделия достаточно дорогие, так как для получения композита используется дорогостоящий нанопорошок TiN, а также карбид кремниевые волокна.

Наиболее близким является способ получения электрической и теплопроводной SiC - керамики, с компонентным составом: 94-96 масс. % -  $\beta$ -SiC, 2-4 масс. % - TiN, 2 масс. % -  $Y_2O_3$  [Kwang Joo Kim, Kwang-Young Lim, Young-Wook Kim, Electrically and thermally conductive SiC ceramics, Journal of the Ceramic Society of Japan 122 [11], pp. 963-966, 2014]. Порошки смешивают в шаровой мельнице в полипропиленовых стаканах в течение 24 часов в среде этанола. Измельченную суспензию сушат, просеивают и подвергают горячему прессованию при 2000°C в течение 3 ч при 40 МПа в среде азота.

К недостаткам получения данного прототипа можно отнести сложность получения исходных материалов и их дороговизна, высокую температуру спекания, а также длительность процесса производства композиционного материала, а именно: измельчение и смешивание компонентов в течение 24 часов,

Задачей изобретения является метод получения композиционного керамического материала обеспечивающего высокие показатели износостойкости с высокими значениями прочности, твердости методом горячего прессования с одновременным азотированием титана.

Техническим результатом предлагаемого изобретения является понижение трудоемкости процесса получения композиционного материала SiC-TiN, уменьшение стоимости конечного изделия из композиционного материала, при сохранении высоких значений прочности, твердости керамического материала SiC-TiN.

Технический результат достигается тем, что в качестве исходных компонентов использованы порошок титана в количестве 5-40 масс. %, порошок карбида кремния в количестве 53-83 масс. % и спекающие добавки  $Y_2O_3-Al_2O_3-ZrO_2$  или  $Y_2O_3-Al_2O_3(3:5)$  (YAG) - 7 масс. %, горячее прессование проводится в атмосфере азота при температуре 1600°C в течение 30 минут при давлении 30 МПа, затем температура повышается до 1850°C и выдерживается еще 30 минут, в результате чего происходит совмещение процессов спекания и азотирования.

Сущность изобретения заключается в получении композиционного материала на основе карбида кремния и нитрида титана методом горячего прессования, включающий в себя в качестве исходных компонентов порошок карбида кремния в количестве 53-83 масс. % и спекающие добавки  $Y_2O_3-Al_2O_3-ZrO_2$  или  $Y_2O_3-Al_2O_3(3:5)$  (YAG) - 7 масс. %, дополнительно в качестве исходного компонента используется порошок Ti в количестве 5-40 масс. %, горячее прессование проводится в атмосфере азота при температуре 1600°C в течение 30 минут при давлении 30 МПа, затем температура повышается до 1850°C и выдерживается еще 30 минут, в результате чего происходит совмещение процессов спекания и азотирования, а именно получение нитрида титана из порошка титана, который находится в смеси с SiC, и одновременное введение TiN в карбид кремневую матрицу в процессе горячего прессования в среде азота

В отличие от прототипа, для получения композиционного керамического материала используется порошок карбид кремния (<25 мкм), титана (<25 мкм), и в качестве спекающей добавки системы  $Y_2O_3-Al_2O_3-ZrO_2$  и  $Y_2O_3-Al_2O_3(3:5)$  (YAG), в массовых соотношениях соответственно: 53-83 масс. %, 5-40 масс. %, 7 масс. %.

В предлагаемом изобретении используется метод горячего прессования с

одновременным азотированием титана, который является относительно простым в сравнении с методом горячего изостатического прессования, который используется в прототипе. Метод горячего прессования позволяет получать изделия с плотностью, максимально приближенной к теоретической, а также есть возможность регулирования

5 микроструктуры образцов.

В предлагаемом способе получения композиционного материала, используется метод горячего прессования при давлении 30 МПа, когда как в прототипе для уплотнения образцов используется двух стадийное прессование при давлении 250 МПа, и только лишь потом образцы спекают.

10 В отличии от прототипа, в предлагаемом изобретении используется титан в чистом виде, а не готовый порошок нитрида титана, что позволяет снизить себестоимость готового изделия.

В предлагаемом изобретении используется порошок титана с размером частиц равным 25 мкм, в прототипах предлагают использовать дорогостоящие нанопорошки нитрида титана.

15 В отличии от аналога длительность разработанного метода получения композиционного материала значительно меньше.

Пример 1.

Для получения изделий использовали порошок SiC (<25 мкм), порошок Ti (<25 мкм).  
20 В качестве спекающей добавки были использованы добавка системы  $Y_2O_3-Al_2O_3-ZrO_2$ , полученная плазмохимическим методом (YAlZr), а также  $Y_2O_3-Al_2O_3(3:5)$  (YAG). Были подготовлены 5 различных составов, отличающиеся количеством Ti, а также видом спекающей добавки. Составы приведены в Таблице 1 в массовых %. Образцы  
25 изготавливаются методом горячего прессования с одновременным азотированием титана.. Технология включает в себя следующие этапы: подготовка исходных порошков, смешивание, высушивание, просеивание, предварительная формовка, обжиг. Обжиг проводится в среде азота в графитовой пресс-форме. Обжиг проводится ступенчато. Первая выдержка проводилась при температуре 1600°C в течение 30 минут. Далее температуры повышалась до 1850°C и проведена вторая выдержка в течение 30 минут.  
30 Удельное давление прессования составляло 30 МПа. В процессе горячего прессования, приложенное давление обеспечивает повышенное уплотнение материала.

В начале процесса горячего прессования происходит уплотнение прессованной заготовки под действием приложенного давления и повышенной температуры. Исходный титан равномерно распределен по объему заготовки. Порошок титана во время спекания  
35 в среде азота азотируется и при дальнейшем повышении температуры происходит спекание композиционного материала с образованием материала SiC-TiN. Спекание происходит с помощью спекающих добавок. Азотирование титана проходит при температурах близких к 1600°C. Таким образом за один процесс горячего прессования происходит два процесса: азотирование титана и дальнейшее спекание композиционного  
40 материала. Это позволяет снизить себестоимость композиционного материала за счет использования более дешевых компонентов.

Полученный материал был исследован. По данным рентгенофазового анализа – Рисунок - 1, полученный материал представлен двумя основными фазами SiC и TiN. Титана в чистом виде, а также карботитана, который мог образовываться во время  
45 обжига в графитовой пресс-форме, не обнаружено.

Данные образцы были испытаны на прочность при трехточечном изгибе. Прочность материала составила 340-400 МПа. Микротвердость составила 22,8-34,4 ГПа. Относительная плотность материала составила 0,91-0,97.

## (57) Формула изобретения

Способ получения композиционного материала SiC-TiN, включающий горячее прессование порошковой смеси, отличающийся тем, что в качестве порошковой смеси используют смесь, содержащую 53-83 мас.% порошка карбида кремния, 5-40 мас.% порошка титана и 7 мас.% порошка спекающей добавки в виде  $Y_2O_3-Al_2O_3-ZrO_2$  или  $Y_2O_3-Al_2O_3$  в соотношении 3:5, при этом в процессе горячего прессования обеспечивают совмещение спекания и азотирования порошковой смеси при температуре 1600°C в атмосфере азота в течение 30 мин при давлении 30 МПа, затем температуру повышают до 1850°C и проводят выдержку 30 мин с получением композиционного материала основными фазами SiC и TiN.

15

20

25

30

35

40

45

Таблица - 1.

Обозначение	Состав, масс. %			
	SiC	Ti	YAG	YAlZr
SiC-Ti-10-1	83	10	7	0
SiC-Ti-20-1	73	20	7	0
SiC-Ti-10-2	83	10	0	7
SiC-Ti-20-2	73	20	0	7
SiC-Ti-40-2	53	40	0	7

Рисунок - 1.

