

(19) **KG** (11) **85** (13) **C1**(51)⁵ **C04B 35/58**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к предпатенту Кыргызской Республики



(21) 950128.1

(22) 20.03.1995

(46) 01.01.1996, Бюл. №4, 1996

(76) Жеенбаев Ж.Ж., Макаров В.П., Беляев А.Н., Беляева А.Л. (KG)

(56) Заявка Японии № 59-207876, кл. C04B 35/58, 1984

(54) **Термостойкая керамика и способ изготовления изделий**

(57) Термостойкая керамика и способ изготовления изделий относятся к керамике и могут быть использованы для изготовления термостойких изделий. Термостойкую керамику изготавливают из отходов монокристаллического кремния, легированных автором, бором и сурьмой. Изделия получают путем смешивания измельченных отходов монокристаллического кремния с органической связкой, формования и спекания в электропечах в атмосфере азота при температуре 800-1450°C. 2 табл.

Изобретение относится к керамике и может быть использовано для изготовления термостойких изделий.

Известен способ изготовления высокоплотных изделий на основе нитрида кремния реакционным спеканием. Для реализации способа используют порошок кремния, исходным продуктом которого является вещество, полученное из паровой фазы. Порошок кремния включает 0.15 - 5.0 % бора или соединения бора и/или 0.05 - 2.0 % компонента типа Fe, Co, Ni, Cr, Mo, Mn, W, Ti, Zr, Ta, Nb, Li, Mg, Ca, Cu, Zn и Sn. Для приготовления порошка можно использовать как отдельные компоненты, так и соединения этих металлов. Приготовление порошка из паровой фазы продукта обусловлено необходимостью получения порошка полупроводниковой чистоты. В приготовленный порошок добавляют олеиновую кислоту, просушивают массу и смешивают с органической связкой. Из полученного шликера формуют изделия и прокаливают их в сушильном шкафу в инертном

газе при температуре 1100°C до полного испарения связки. Реакционное спекание ведут в электропечи в течение 40 - 54 ч при давлении $(0.5 - 1.5) \cdot 10^{-4}$ Па и температуре 1100 - 1500°C в атмосфере азота.

Полученные данным способом изделия отличаются высокой огнестойкостью и используются для облицовки приспособлений и механизмов, эксплуатируемых в условиях высоких температур. Однако использование в керамике дорогостоящих компонентов и добавок существенно повышает стоимость изделий.

Задача изобретения - удешевление способа и изделий, изготовленных этим способом.

Задача решается за счет применения в керамике порошка из отходов монокристаллического кремния, легированных фосфором, бором и сурьмой. Эти добавки являются активными катализаторами в реакции азотирования, в результате которой происходит быстрое и однородное синтезирование продукта по всей глубине изделия.

Термостойкая керамика включает отходы монокристаллического кремния, в основе которого олеиновая кислота (0.6 - 1 %), масса кремния и органическая связка (10-21 %).

Изготовление изделий из термостойкой керамики включает приготовление порошка на основе отходов монокристаллического кремния и смешивание порошка с органической связкой для образования шликера. Готовый шликер формуют в соответствии с требуемой формой изделий и выдерживают в сушильном шкафу до полного испарения связки. В результате образуется плотная заготовка устойчивой формы, практически, без воздушных пустот. Полученные заготовки пересыпают нитридом кремния и помещают в камеру электропечи. Спекание заготовок осуществляют в два этапа при давлении $0.5 - 1.5 \cdot 10^{-4}$ Па и температуре 800°C в течение 22-26 ч с последующим заполнением реактора азотом и нагреве до температуры 1450°C и выдержкой в данном режиме в течение 22 - 26 ч.

Предложенная термостойкая керамика была приготовлена шликерным методом на основе 10000 г порошка, полученного из отходов монокристаллического кремния, путем гонкого помола измельченных отходов. Приготовленный полупроводниковой чистоты порошок смешивают с 66 - 111 мл олеиновой кислоты, что составляет 0.6 - 1.0 % от массы кремния. Просушенный порошок используют для приготовления шликера. Для этого приготовленную массу смешивают с органической связкой. Органическая связка представляет собой компонент на основе парафина, обладающий хорошей текучестью при плавлении. Для приготовленной массы шликера было использовано 905.00 - 1135.80 г органической связки, что составляет (15.4 - 18.4 %) от массы шликера. Приготовленный шликер перемешивают в литейной машине при температуре 80 - 90°C в течение 16 - 24 ч и формуют заготовки в специально подготовленных тиглях.

Реакционное спекание заготовок осуществляют в электропечах. Заготовки предварительно укладывают в тигли и пересыпают их нитридом кремния. Спекание осуществляется в два этапа при температуре 800°C и давлении $(0.5 - 1.5) \cdot 10^{-4}$ Па с последующим постепенным повышением температуры до 1450°C и заполнением камеры электропечи азотом. Охлаждение камеры осуществляют интенсивно в течение 2 - 2.5 ч с последующим инерционным охлаждением до температуры окружающей среды.

В лабораторных условиях было приготовлено три опытных замеса термостойкой керамики для производства нагревателей, показанных в таблице 1. Физико-химические показатели испытанных образцов представлены в таблице 2.

Изделия, полученные предложенным способом, обладают высокими электротехническими и механическими показателями. Помол отходов монокристаллического кремния полупроводниковой чистоты осуществляется достаточно быстро и эффективно. Использование в керамике легированных добавок освобождает процесс от использования в качестве катализатора дорогостоящих редкоземельных металлов. Этот факт существенно снижает стоимость способа и изделий, получаемых этим способом.

Таблица 1

	Содержание компонентов от	Известная
--	---------------------------	-----------

Компоненты	массы кремния, %			керамика %
	1	2	3	
Порошок кремния				100.0
Отходы монокристаллического кремния, легированные фтором, бором, сурьмой	100.0	100.0	100.0	
Порошок никеля				1.0 - 3.0
Олеиновая кислота	0.6	0.8	1.0	0.6 - 1.5
Органическая связка	15.4	16.4	18.4	15.0 - 19.0

Таблица 2

№ п/п	Свойства	Данные составов			Известная керамика
		1	2	3	
1	Коэффициент термического расширения в интервале + 20 - 1300°C	$2.07 \cdot 10^{-6}$	$2.07 \cdot 10^{-6}$	$2.12 \cdot 10^{-6}$	$2.12 \cdot 10^{-6}$
2	Плотность, %	2.4	2.3	2.7	2.3
3	Предел прочности при статическом изгибе, кгс/мм ²	200	200	200	160
4	Удельное электрическое сопротивление при + 1273°C, Ом·м	10^8	10^9	10^8	10^8

Формула изобретения

1. Термостойкая керамика, включающая керамический порошок, олеиновую кислоту и связку, отличающаяся тем, что в качестве керамического порошка используют отходы монокристаллического кремния, легированного фтором, бором и сурьмой.

2. Способ изготовления изделий, включающий приготовление керамического порошка из отходов монокристаллического кремния, легированного фтором, бором и сурьмой, смешивание керамического порошка с олеиновой кислотой, просушку массы и смешивание ее с органической связкой на основе парафина для получения шликера, из которого формуют изделия и выдерживают их в сушильном шкафу до полного испарения связки, реакционное спекание полученных изделий осуществляют в электропечах в атмосфере азота при давлении $(0.5 - 1.5) \cdot 10^{-4}$ Па, отличающийся тем, что реакционное спекание ведут при температуре 800°C в течение 22 - 24 ч с последующим повышением температуры до 1450°C.

Составитель описания
Ответственный за выпуск

Никифорова М.Д.
Ногай С.А.