



УКРАЇНА

(19) UA (11) 30239 (13) A

(51) B C23C10/30, 10/44

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СКЛАД СУМІШІ ДЛЯ СИЛІЦІЮВАННЯ ВИРОБІВ ІЗ КАРБІДУ КРЕМНІЮ ТА ДИСИЛІЦИДУ МОЛІБДЕНУ

(21) 98020579

(22) 03.02.1998

(24) 15.11.2000

(33) UA

(46) 15.11.2000, Бюл. № 6, 2000 р.

(72) Дзядикевич Юрій Володимирович, Бочар Ігор
Йосипович, Горбатюк Роман Михайлович(73) Дзядикевич Юрій Володимирович, Бочар Ігор
Йосипович, Горбатюк Роман Михайлович(57) Склад суміші для силіціювання виробів із кар-
бїду кремнію та дисиліциду молібдену, що міститькремній, фтористий натрій і оксид алюмінію, який
відрізняється тим, що додатково містить гідрид
титану, при такому співвідношенні компонентів,
мас. %:

кремній	40-60
фтористий натрій	1-5
гідрид титану	5-10
оксид алюмінію	решта.

Винахід відносяться до хіміко-термічної обробки металів і сплавів і може знайти застосування в електронній промисловості й у виробництві електротермічних пристроїв.

Відомий склад для силіціювання виробів, який містить кремній та інертний наповнювач. Процес проводять у вакуумі ($p=1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.) при 1200-1250°C (Химико-термическая обработка металлов и сплавов. Справ. / Под ред. Л.С. Ляховича. - М.: Металлургия, 1981. - С. 137). Поруч із перевагами цей склад має і ряд недоліків, зокрема, суміш спікається і спостерігається припикання її до поверхні виробу, а також використовуються суміші із великим вмістом кремнію (більш 80%).

Найбільш близьким до описаного технічного результату є склад для силіціювання виробів (а.с. СССР № 482817 кл. C23C9/04, 1975), який містить (мас.%): кремній 60-80; фтористий натрій 5-10; оксид алюмінію - решта. Температура процесу 1150°C (прототип). До недоліків складу суміші відносяться: велика витрата кремнію та фтористого натрію, висока вартість суміші.

Задача винаходу - підвищення насичуючої здатності складу суміші. Поставлена задача досягається тим, що в склад суміші для силіціювання виробів із карбїду кремнію та дисиліциду молібдену, який містить кремній, фтористий натрій і оксид алюмінію, додатково вводиться гідрид титану при такому співвідношенні компонентів (мас.%):

кремній	40-60
фтористий натрій	1-5
гідрид титану	5-10
оксид алюмінію	решта.

Компоненти порошкової суміші виконують такі функції. Кремній є силіціюючим агентом. Фтористий натрій і гідрид титану - активуючі добавки і значно прискорюють процес дифузійного силіціювання. Оксид алюмінію (інертний розріджувач) запобігає спіканню основних компонентів суміші, а також припиканню їх до поверхні керамічних матеріалів.

Кремній (КСП-3 ТУ 48-4-174-77), фтористий натрій (ГОСТ 4463-66), гідрид титану (ТУ 15026-72) використовуються у вигляді порошоків зернистістю до 100 мкм. Порошок оксиду алюмінію (Al_2O_3) марки ГОО (ГОСТ 6912-74) використовується зернистістю 40-80 мкм.

При початковому використанні порошкової суміші всі компоненти змішують між собою з метою одержання однорідної маси. Дифузійне силіціювання реакційно спечених керамічних матеріалів із використанням заявленого складу суміші проводять у термічній камерній печі з повітряним середовищем в спеціальних контейнерах, які виготовлені із жаростійкої сталі.

Для проведення дифузійного силіціювання використовували карбїд кремнію (ГОСТ 19136-70) і дисиліцид молібдену (ТУ 16-531-140-76) із яких виготовляли зразки розміром $l=20$ мм; \varnothing 6-8 мм, а також пісок (ГОСТ 8736-77), скло з температурою розм'якшення (950-1050°C), азбестовий картон товщиною 1-2 мм (ГОСТ 2850-75).

Перед проведенням дифузійного насичення контейнер упакували в такій послідовності. На дно контейнера насипали однорідну суміш компонентів товщиною 20 ± 5 мм, а потім в шар суміші вертикально вставляли зразки карбїду кремнію

(19) UA (11) 30239 (13) A

(дисиліциду молібдену), відстань між якими становила 5-7 мм, а до стінок контейнера 15 ± 5 мм. Встановлені зразки повністю засипали сумішшю із одночасним її ущільненню, причому товщина шару суміші над верхнім краєм зразків повинна бути не менше 30 ± 5 мм. На шар завантаженої в контейнер суміші вкладали азбестову прокладку, на яку насипають рівний шар піску завтовшки 30-40 мм. Пісок легко втрамбувають, а потім на нього насипають шар скла товщиною 20-40 мм, після чого контейнер є запакований. Після проведених операцій контейнер поміщали в термічну камерну піч і нагрівали до температури $1100 \pm 10^\circ\text{C}$. Процес дифузійного насичення тривав 8 годин.

Після закінчення процесу контейнер охолоджується разом з пічкою до $20 \pm 5^\circ\text{C}$, а потім його розпаковували і відокремлювали на ситі порошкову суміш від зразків. Суміш зберігають у герметичній тарі з метою запобігання контакту із парами води.

Попередніми дослідженнями, проведеними авторами заявки, встановлено, що дифузійне силіціювання карбіду кремнію та дисиліциду молібдену з використанням фтористого натрію проходить повільно, а збільшення тривалості (більше 8 год.) і концентрації активатора (більше 3%) приводить до припікання частинок суміші до поверхні зразків, або спікання самої суміші.

Зразки карбіду кремнію та дисиліциду молібдену після дифузійного силіціювання мають світло-сірий колір. В результаті використання комолексного активатора (фтористий натрій + гідрид титану) процес дифузійного насичення, як свідчать результати досліджень, проведені авторами заявки (таблиця), прискорюються в 2 рази.

Постійну активність порошкової суміші підтримують перед кожним її повторним використанням

шляхом введення 0,5% фтористого натрію, 1% гідриду титану. Суміш використовують 8-10 разів.

Використовували такі склади порошкової суміші (мас.%): а) кремній - 40; фтористий натрій - 1; гідрид титану - 5; оксид алюмінію - решта; б) кремній - 50; фтористий натрій - 3; гідрид титану - 7; оксид алюмінію - решта; в) кремній - 60; фтористий натрій - 5; гідрид титану - 10; оксид алюмінію - решта; г) кремній - 80; фтористий натрій - 10; оксид алюмінію - решта (прототип).

Таблиця

Матеріал	Питомий приріст, мг/см ²			
	Склад "а"	Склад "б"	Склад "в"	Прототип "г"
	6,4	9,3	10,7	4,6
	11,5	16,8	18,0	9,9

Одержані результати свідчать, що використання комбінованого активатора під час дифузійного силіціювання реакційно спечених керамічних матеріалів на основі карбіду кремнію та дисиліциду молібдену дає можливість у два рази підвищити насичувальну здатність силіцидної суміші.

Даний об'єкт має такі переваги порівняно з прототипом: зменшує тривалість дифузійного насичення в 1,5-2 рази, зменшується на 50°C температура нагрівання, значна економія електроенергії, порошку кремнію та фтористого натрію.

Порошкова суміш може знайти застосування для дифузійного насичення реакційно спечених керамічних матеріалів, а також тугоплавких металів, які використовуються для виготовлення різного типу конструкційних елементів високотемпературного обладнання.

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2002 р. Формат 60x84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 35 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
