



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2011 00801**

(22) Data de depozit: **09.08.2011**

(41) Data publicării cererii:  
**29.03.2013** BOPI nr. **3/2013**

(71) Solicitant:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE - CA,  
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:  
• **ALBU MARILENA FLORENTINA,  
STR. DRUMUL GURA SIRIULUI NR. 65,  
SC. 1, AP. 1, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,  
RO;**

• **TSAKIRIS VIOLETA,  
ȘOS. NICOLAE TITULESCU NR.18, BL.23,  
SC.B, ET.4, AP.66, SECTOR 1,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **TARDEI CRISTU,  
STR. PROF. DR. ȘTEFAN S. NICOLAU  
NR.11, BL.G1, SC.3, AP.15, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **ȘEITAN CRISTIAN, BD. GHENCEA  
NR. 38, BL. C63, SC. 1, ET.1, AP. 3,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE PLACĂ CERAMICĂ DIN  
MATERIALE COMPOZITE PE BAZĂ DE  $Si_3N_4/SiC$**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui material ceramic compozit pe bază de nitrură de siliciu și carbură de siliciu cu adaosuri de sinterizare de  $Al_2O_3$  și  $Y_2O_3$ , prin omogenizare, uscare, presare și sinterizare a unui amestec de pulberi cu puritatea cuprinsă în intervalul 99,80...99,99%, materialul compozit fiind utilizat în domeniul antibalistic, în industria navală și aerospațială. Procedeu conform invenției cuprinde următoarele etape: omogenizarea amestecului de pulberi în stare umedă, în mediu de alcool etilic de puritate 99,80%, în mori de nitrură de siliciu de 250 ml, timp de 4 h, cu viteza de 45 rot/min, cu un raport material/bile/alcool etilic = 1/1/2, uscarea amestecului omogenizat făcându-se la 80°C, timp de 16 h, urmată de

tratament termic și presare prin procedeu de sinterizare/presare în plasmă în matrițe de grafit cu dimensiunile L/l/h = 40/40/7 mm, prin încălzire controlată până la temperatura de 1850°C, cu o viteză de încălzire de 100°C/min, cu palier de 8 min, puls 1 ms și o forță de presare de 44 KN în atmosferă controlată de azot, materialul ceramic compozit rezultat având următoarele proprietăți mecanice îmbunătățite: rezistență mecanică la rupere  $R_m = \max. 2 \text{ MPa} \times m^{1/2}$ , rezistență mecanică la încovoiere  $R_{p0,2} = \max. 600 \text{ Mpa}$  și durtate Vickers  $Hv = 19 \text{ Gpa}$ .

Revendicări: 1  
Figuri: 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



18

## Procedeu de obținere a unui material compozit pe bază de nitrură de siliciu și carbură de siliciu

Invenția de față se referă la un procedeu de obținere a unui material compozit pe bază de nitrură de siliciu și carbură de siliciu, utilizat în domeniul antibalistic, în industria navală și aerospațială.

Sunt cunoscute procedee de obținere a diferitelor tipuri de compozite ceramice, pe bază de nitrură de siliciu și carbură de siliciu, urmărind fluxul tehnologic cu etapele cunoscute de omogenizare, presare și ardere. Proprietățile fizice și mecanice ale compozitelor ceramice pe bază de ceramică neoxidică obținute prin metodele cunoscute sunt dependente de gradul de omogenizare a pulberilor ceramice, tipul și cantitatea de adaos de sinterizare folosit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , ș.a), de tipul de presare folosit (presare la cald, presare izostatică la cald), și respectiv de procedeu de ardere folosit pentru obținerea produsului final (ardere clasică în cuptor cu atmosferă controlată de gaz sau presare/ardere respectiv presarea la cald și presarea izostatică la cald). Dezavantajele acestor procedee de obținere a materialelor compozite, procesate prin procedeele cunoscute de obținere a materialelor ceramice, sunt temperatura de ardere ridicată, durata și complexitatea tratamentului termic, consum de energie mare [1].

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este realizarea unui material compozit pe bază de nitrură de siliciu și carbură de siliciu, ranforsat cu adaosuri de sinterizare de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  și  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , utilizat în domeniul antibalistic, în industria navală și aerospațială.

Procedeu de obținere a unui material compozit pe bază nitrură de siliciu și carbură de siliciu cu adaosuri de sinterizare de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  și  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , conform invenției, înlatura dezavantajele menționate prin aceea că, se realizează prin omogenizarea unui amestec de pulberi de nitrură de siliciu (77%  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) de puritate 99,9% cu,  $\alpha$  carbură de siliciu (20%  $\alpha$ -SiC) de puritate 99,8%, cu un adaos de sinterizare de 1,5%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de puritate 99,9% și un adaos de sinterizare de 1,5%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  de puritate 99,8%, cuprinde următoarele etape: pe cale umedă în mediu de alcool etilic, în mori de Nitrura de Siliciu de 250 ml; uscarea amestecului omogenizat se face la  $80^\circ\text{C}$  timp de 16 ore; procesul de tratament termic și presare prin SPS se va face prin încălzire controlată până la  $1850^\circ\text{C}$ , în atmosfera controlată de azot ( $\text{N}_2$ ).

Prin aplicarea procedurii conform invenției se obțin următoarele avantaje:

- procedeu de obținere simplificat, sinterizarea în plasmă (SPS), reprezintă o metodă de compactare în domeniul asistat care permite rate de încălzire și răcire foarte rapide, iar obținerea unor probe foarte dense se face în timp foarte scurt la temperaturi de sinterizare mai scăzute față de temperatura de sinterizare normală la cald [2].
- materialul compozit obținut conform procedurii SPS, oferă avantajele economiei de material prin obținerea formei și dimensiunilor dorite, eliminându-se pierderile de material prin prelucrările mecanice inerente compozitelor obținute prin celelalte metode.
- materialul compozit obținut conform procedurii, oferă avantajele economiei de energie datorită presiunii de compactare și a temperaturii de tratament termic mai mică decât în metodele clasice.
- materialul compozit conform obținut conform procedurii, prezintă avantajul unor proprietăți de rezistență mecanică și duritate Vickers mare, datorită: 1. utilizării dimensiunii particulelor mici ( $< 1\mu\text{m}$ ) a pulberilor ceramice; 2. transformării morfologice care au loc în timpul tratamentului termic în plasmă la  $1850^\circ\text{C}$ ; 3. Utilizării adaosurilor de sinterizare ca un element de ajutor în procesul de densificare
- utilizarea  $\text{N}_2$  ca atmosferă de sinterizare duce la inhibarea transformării SiC din  $\beta \rightarrow \alpha$ , deoarece prezența azotului are un efect de stabilizare a fazei cubice a  $\beta$ -SiC.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu fig.1 ...3 care reprezintă:

-fig.1 - Etapele fluxului tehnologic pentru obținerea materialelor ceramice compozite din sistemul  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  cu adaosuri de sinterizare de 3%  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ , prin metoda SPS

- fig.2 - Aspectul microstructural al materialului ceramic compozit  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  cu 3%  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$  mag.10000x detectorul SE

- fig.3 - Aspectul microstructural al materialului ceramic compozit  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  cu 3%  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$  mag.50000x detectorul SE

Comparativ cu procedeele cunoscute, procedeul SPS (sinterizare/presare în plasmă), conform invenției constituie o alternativă performantă pentru obținerea materialelor ceramice neoxidice pe bază de nitrură de siliciu și carbură de siliciu, proprietățile mecanice ale materialelor compozite obținute prin SPS, fiind îmbunătățite prin inhibarea creșterii granulelor ceramice.

Tehnica de sinterizare/presare în plasmă, prezintă avantajul că permite realizarea într-o singură etapă atât presarea cât și sinterizarea, conducând la economii importante de energie prin reducerea pașilor tehnologici. De asemenea, tehnologia permite realizarea unor produse cu textură granulară fină, presiunea aplicată pulberii simultan cu creșterea de temperatură, determinând inhibarea creșterii granulelor rezultând o structură mai fină și porozitate mică.

Conform procedurii din invenție, se obține un material ceramic compozit care prezintă caracteristici mecanice îmbunătățite pentru materiale ceramice folosite pentru aplicații în domeniul antibalistic [2-8], în industria navală și aerospațială. Conform procedurii se obține un material compozit, ce prezintă următoarele caracteristici:

- Densitate,  $\rho = 3,0-3,2 \text{ g/cm}^3$ ;
- Rezistența mecanică la rupere,  $R_m = \max. 2\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ;
- Rezistența mecanică la încovoiere,  $R_{p0,2} = \max. 600 \text{ MPa}$ ;
- Duritatea Vickers,  $H_v = 19 \text{ GPa}$ ;

Materiile prime utilizate:

- de nitrură de siliciu ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) (AlphaAesar) de puritate 99,9% cu dimensiunea de particulă de  $1 \mu\text{m}$ , temperatura de topire  $1900^\circ\text{C}$
  - $\alpha$  carbură de siliciu ( $\alpha\text{-SiC}$ ) (AlphaAesar) de puritate 99,8% cu dimensiune de particulă de  $0,0423 \mu\text{m}$ , suprafața specifică  $S = 11,52 \text{ m}^2/\text{g}$ , temperatura de topire  $2700^\circ\text{C}$
  - Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de puritate 99,9% având mărimea particulei  $<1 \mu\text{m}$ , temperatura de topire  $2040^\circ\text{C}$
  - $\text{Y}_2\text{O}_3$  de puritate 99,8%, având mărimea particulei  $<1 \mu\text{m}$ , temperatura de topire  $2410^\circ\text{C}$
- Mod de lucru
- Dozarea pulberilor se face cu o balanță analitică cu afișaj digital,  $M_{\max} = 220\text{g}$ , clasa de precizie  $0,1\text{mg}$ .
  - Omogenizarea amestecurilor de pulberi se va face pe cale umedă în mediu de alcool etilic de puritate 99,8%, în mori de Nitrura de Siliciu de  $250 \text{ ml}$ , timp de 4 ore, cu viteza de 45 rotații/min, cu un raport material: bile: alcool etilic = 1: 1: 2;
  - Uscarea amestecului omogenizat se face la  $80^\circ\text{C}$  timp de 16 ore, deoarece pentru procesarea pulberilor ceramice, este nevoie de o umiditate mai mică de 5%;
  - Procesul de tratament termic și presare prin SPS se va face în matrițe de grafit de dimensiuni  $L \times l \times h = 40 \times 40 \times 7 \text{ mm}$ , prin încălzire controlată până la  $1850^\circ\text{C}$ , viteza de încălzire fiind de  $100^\circ\text{C}/\text{min}$ , cu palier de 8 minute, puls  $1\text{ms}$  și forță de presare de  $44 \text{ KN}$ , în atmosfera controlată de azot ( $\text{N}_2$ ).

Conform procedurii din invenție s-a obținut un material ceramic compozit pe bază de  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  cu 3% adaosuri de sinterizare de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  cu proprietăți mecanice îmbunătățite  $R_m = \max. 2\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ,  $R_{p0,2} = \max. 600 \text{ Mpa}$  și  $H_v = 19 \text{ Gpa}$ .

## REVENDICARE

Procedeul de obținere a unui material compozit pe bază nitrură de siliciu și carbură de siliciu cu adaosuri de sinterizare de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  și  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , prin omogenizare, uscare, presare/sinterizarea unui amestec de pulberi de puritate 99,8-99,9%, **caracterizat prin aceea că** cuprinde următoarele etape: omogenizarea amestecurilor de pulberi se face pe cale umedă în mediu de alcool etilic de puritate 99,8%, în mori de Nitrura de Siliciu de 250 ml, timp de 4 ore, cu viteza de 45 rotații/min, cu un raport material: bile: alcool etilic = 1: 1: 2; uscarea amestecului omogenizat se face la  $80^\circ\text{C}$  timp de 16 ore; procesul de tratament termic și presare prin SPS se face în matrițe de grafit de dimensiuni  $L \times l \times h = 40 \times 40 \times 7$  mm, prin încălzire controlată până la  $1850^\circ\text{C}$ , viteza de încălzire fiind de  $100^\circ\text{C}/\text{min}$ , cu palier de 8 minute, puls 1 ms și forță de presare de 44 KN, în atmosfera controlată de azot ( $\text{N}_2$ ), materialul ceramic compozit prezintă cu proprietăți mecanice îmbunătățite rezistență mecanică la rupere  $R_m = \max. 2 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , rezistență mecanică la încovoiere  $R_{p0,2} = \max. 600 \text{Mpa}$  și duritate Vickers  $H_v = 19 \text{Gpa}$ .

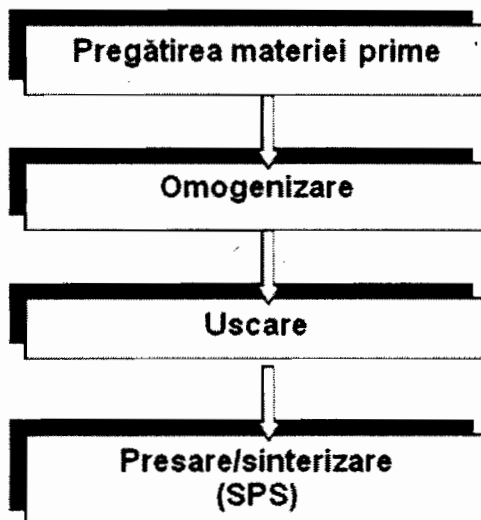


Figura 1



Figura 2.



Figura 3.