

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL** (11) **241139**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **424633**

(22) Data zgłoszenia: **20.02.2018**

(51) Int.Cl.

C04B 35/565 (2006.01)

C04B 35/10 (2006.01)

C04B 35/581 (2006.01)

(54) **Sposób wytwarzania kompozytu ceramicznego modyfikowanego karbidkami tytanu
oraz kompozyt ceramiczny modyfikowany karbidkami tytanu**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
26.08.2019 BUP 18/19

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
08.08.2022 WUP 32/22

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA WARSZAWSKA, Warszawa, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

JAROSŁAW WOŹNIAK, Gródek, PL

MATEUSZ PETRUS, Janów, PL

AGNIESZKA JASTRZĘBSKA, Nadarzyn, PL

WANDA ZIEMKOWSKA, Legionowo, PL

ANDRZEJ OLSZYNA, Warszawa, PL

**TOMASZ WOJCIECHOWSKI,
Krzyczki Szumne, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Piotr Godlewski

PL 241139 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kompozytu ceramicznego modyfikowanego karbidkami tytanu oraz kompozyt ceramiczny modyfikowany karbidkami tytanu, charakteryzujący się wysokimi parametrami wytrzymałościowymi do zastosowań w technologiach wymagających od opracowywanych materiałów odporności na trudne warunki pracy.

Dotychczasowy stan wiedzy wskazuje, że pomimo wielu zalet kompozytów ceramicznych, postęp w tej szczególnej dziedzinie, wymagającej od opracowywanych materiałów odporności na ekstremalnie trudne warunki pracy, jest bardzo powolny. Najistotniejszymi ich cechami są: wysoka twardość, odporność na zużycie przez ścieranie, a także odporność na dynamiczne obciążenia i kruche pękanie [A. R. Olszyna, Twardość a kruchość tworzyw ceramicznych, Oficyna Wydawnicza PW, Warszawa 2012]. W ostatnich latach z uwagi na dynamiczny rozwój obróbki na sucho i obróbki z dużą prędkością dodatkowym wymaganiem dla materiału narzędziowego jest odporność na zużycie chemiczne i dyfuzyjne, szczególnie intensyfikowane przez wysoką temperaturę obróbki. Niska odporność materiałów ceramicznych na kruche pękanie, mała przewodność cieplna i anizotropia współczynników rozszerzalności cieplnej powodują występowanie gradientu rozkładu temperatury i powstawanie mikropęknięć. Najlepszym przykładem materiału, w którym występują wymienione problemy, są ostrza narzędzi skrawających [A. R. Olszyna, Twardość a kruchość tworzyw ceramicznych, Oficyna Wydawnicza PW, Warszawa 2012]. Dlatego też, w ostatnim czasie poszukuje się nowych układów kompozytowych oraz nowych metod wytwarzania kompozytów ceramicznych do zastosowań na narzędzia skrawające. Metodą ograniczającą udział zjawisk termicznych jest np. spiekanie iskrowe – SPS (ang. Spark Plasma Sintering) [M. Hebda, Plasma Sintering – Nowa technologia konsolidacji materiałów proszkowych, Mechanika, tom 11, 2012]. Poszukuje się też nowych rodzajów faz umacniających do zastosowania np. na narzędzia skrawające, w tym nanomateriałów oraz materiałów o strukturze 2D [A. Tiwari, M. Syväjärvi, Advanced 2D Materials, Wiley-Scrivener, 2016]. Wprowadzanie cząstek innej fazy do kruchej osnowy ceramicznej ma na celu poprawę odporności na kruche pękanie materiału ceramicznego. Obecnie uznaje się trzy podstawowe mechanizmy poprawy odporności na kruche pękanie: (i) zmiana kierunku propagującego pęknięcia (tzw. odchylenie) oraz tzw. rozgałęzianie pęknięcia, (ii) mostkowanie pęknięcia oraz (iii) mechanizm strefy przemiany strukturalnej (np. przemiana fazowa np. ze stabilnej w wysokiej temperaturze do stabilnej w niskiej temperaturze) [P. Palmero et al. Nanomat. 2015, 5, 656].

Postęp w metodach wytwarzania nanomateriałów i materiałów 2D stwarza niewątpliwie szansę rozwoju technologii materiałów kompozytowych. Dzięki wprowadzanym innowacjom, opracowywanie nowych materiałów o strukturze dwuwymiarowej charakteryzujących się unikatowymi właściwościami funkcjonalnymi stanowi obecnie jeden z najszybciej rozwijających się kierunków w nauce. Od czasu odkrycia specyficznych właściwości grafenu obserwuje się lawinowy wzrost zainteresowania materiałami dwuwymiarowymi (kryształami 2D) [K. S. Novoselov et al. Sci. 2004, 306, 666]. Dotychczas rozpoznano właściwości podstawowe takich kryształów 2D jak: heksagonalny azotek boru [K. S. Novoselov et al. Proc. Nat. Academy of Sci. 2005, 102, 10451], siarczki i selenki metali przejściowych [J. N. Coleman et al. Sci. 2011, 331, 568] oraz tlenki i wodorotlenki metali o strukturze 2D [R. Ma et al. Adv. Mat. 2010, 22, 5082], a także rodzina materiałów grafenowych [Y. Zhu et al. Adv. Mat. 2010, 22, 3906]. Ich zastosowanie w ceramicznych materiałach kompozytowych jest obecnie znane [A. Tiwari, M. Syväjärvi, Advanced 2D Materials, Wiley-Scrivener, 2016].

Wytwarzane są również kompozyty ceramiczne z udziałem węgliku tytanu o izometrycznej strukturze kryształu (TiC). Popularny węgiel tytanu (TiC) charakteryzuje się kombinacją właściwości takich jak: wysoka twardość, wysoka temperatura topnienia oraz stosunkowo wysoka przewodność elektryczna i termiczna [Y. Liu et al. Dalton Trans. 2015, 44, 7123; M.S. Song et al. J. Refractory Met. Hard Mat. 2009, 27, 584; G-M. Song et al. Mat. Design 2003, 24, 639; D. Vallauri et al. J. Europ. Ceram. Soc. 2008, 28, 1697]. Właściwości mechaniczne węgliku tytanu powodują, iż materiał ten jest z powodzeniem stosowany jako faza umacniająca w kompozytach o osnowie tlenkowej [K.F. Cai et al. Ceram. Internat. 2002, 28, 217], nie tlenkowej [Z. Lü et al. J. Mat. Sci. Technol. 2005, 21, 6] czy metalicznej [R. N. Rai et al. Mat. Sci. Forum 2013, 765, 418]. Najczęściej węgiel tytanu dodaje się do osnowy w formie sferycznych cząstek o izometrycznej strukturze krystalicznej.

Należy zauważyć, że dotychczas nie wytworzono kompozytu ceramicznego z udziałem karbidku tytanu Ti_2C lub Ti_3C_2 o formie 2D (poddanego procesowi rozwarstwiania) jako fazy umacniającej. Nie są znane więc kompozyty ceramiczne z udziałem karbidków tytanu charakteryzujących się całkowicie

inną strukturą kryształu (stechiometrią) w porównaniu do dotychczas poznanego przedstawiciela rodziny materiałów węglkowych – popularnego TiC o izometrycznej strukturze kryształu. Fazę umacniającą w kompozycie będą więc stanowił karbidki tytanu o stechiometriach Ti_2C i Ti_3C_2 .

Fazy MXenes, znane także jako węgliki lekkich metali przejściowych otrzymywane są z faz MAX [M. W. Barsoum et al. *Próg. Solid State Chem.* 2000, 28, 201]. Duża różnica w sile wiązań M-X i M-A umożliwia rozerwanie tych ostatnich metodami chemicznymi, usunięcie metalu A w postaci soli i tym samym otrzymanie odseparowanych porami szczelinowymi warstw ekspandowanych o składzie $M_{n+1}X_n$. Stanowią one nową i dopiero wstępnie zbadaną grupę materiałów posiadających najprawdopodobniej właściwości pośrednie między metalami a materiałami ceramicznymi, co upodabnia je również do uporządkowanych faz międzymetalicznych [K. S. Novoselov et al. *Sci.* 2004, 306, 666]. Pomysł ich ekspandowania metodą selektywnej eliminacji jednego z pierwiastków po raz pierwszy pojawił się pięć lat temu [M. Naguib et al. *ACS Nano* 2012, 6, 1322; M. Naguib et al. *Adv. Mat.* 2014, 26, 992]. Schemat teoretycznego procesu wytwarzania struktur warstwowych karbidków lekkich metali przejściowych autorstwa Barsoum i Gogotsiego przedstawiono na Rysunku 1. Opracowali oni metodę otrzymywania ekspandowanych struktur warstwowych faz MXenes m.in. o stechiometrii: Ti_3C_2 oraz Ti_2C . Należy zaznaczyć, że charakteryzujący je zapis stechiometryczny wynika jedynie z proporcji udziału atomów poszczególnych pierwiastków (tak jak w przypadku faz międzymetalicznych), a nie z faktycznej stechiometrii kryształu. Inne stechiometrie faz MXenes zostały przewidziane tylko na podstawie obliczeń teoretycznych, co nie znalazło jak dotąd potwierdzenia eksperymentalnego. Wiadomo jedynie, iż w teorii jest ich tyle ile faz MAX, z których mogą powstać [M. Naguib et al. *ACS Nano* 2012, 6, 1322].

W ostatnim czasie opracowano pierwszą i jak dotąd jedyną skuteczną metodę rozwarstwiania MXenów do pojedynczych kryształów o strukturze 2D. Jest to metoda sonikacji w cieczy zawierającej organiczne rozpuszczalniki lub zasady [M. Naguib et al. *Dalton Trans.* 2015, 44, 9353; B. Anasori et al. *ACS Nano* 2015, 9, 9507].

W dziedzinie materiałów kompozytowych, w ogólnym ujęciu, istnieją doniesienia literaturowe na temat wytwarzania faz MXenes w kompozytach polimerowych, tj. układy Ti_3C_2/PEI i $Ti_3C_2/PDMS$ [X. Wu et al. *J. Membrane Sci.* 2016, 515, 175], a także $Ti_3C_2/UHMWPE$ [H. Zhang et al. *Mat. Design* 2016, 92, 682]. Kompozyty Ti_3C_2/PEI i $Ti_3C_2/PDMS$ zostały wykorzystane jako membrany filtracyjne, natomiast kompozyt $Ti_3C_2/UHMWPE$ jako jedyny został zbadany pod kątem właściwości wytrzymałościowych. Wykazano, że dodatek 2% wag. Ti_3C_2 poprawił właściwości mechaniczne kompozytu poprzez zmniejszenie odkształcenia plastycznego, dzięki czemu otrzymano bardzo dobrą odporność na ścieranie. Prócz niewielkich doniesień na temat wytwarzania kompozytów na osnowie polimerowej, występuje tylko jedna publikacja opisująca wykorzystanie faz MAX jako faza umacniająca osnowę Al_2O_3 [M. Feia et al. *Cer. Int.* [dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.08.202](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.08.202)]. Jednakże w przedstawionej pracy zastosowane fazy MAX nie były poddawane procesowi rozwarstwiania.

Sposób wytwarzania kompozytów na osnowie ceramicznej z udziałem karbidku tytanu Ti_2C i Ti_3C_2 o formie 2D według wynalazku wykorzystuje proces konsolidacji wysokotemperaturowej pod ciśnieniem. Proces technologiczny wytwarzania kompozytów polega na tym, że do proszku osnowy ceramicznej SiC lub Al_2O_3 lub Si_3N_4 o średniej wielkości cząstek osnowy w kompozytach na osnowie Si_3N_4 w granicach 100–300 nm, a dla kompozytów na osnowie SiC lub Al_2O_3 2–4 μm dodaje się karbidki tytanu Ti_2C lub Ti_3C_2 o formie 2D w ilości 0,1 do 15% wagowych oraz aktywatory spiekania, w przypadku SiC proszki C i B, a dla Si_3N_4 proszki ZrO_2 i MgO w ilości od 0,1 do 6% wagowych poddaje się mieszaniną z zastosowaniem wody i/lub alkoholu izopropylowego w ilości od 100 do 1000 ml na 10 g mieszaniny proszków, następnie mieszaninę suszy się oraz przesiewa, po czym poddaje procesowi konsolidacji w piecu SPS w temperaturze od 1200 do 2200°C przy dostępie powietrza, w próżni bądź w atmosferze gazu obojętnego.

Korzystnie mieszaniny proszków osnowy, karbidku tytanu i aktywatorów spiekania miesza się w młynie horyzontalnym lub w młynie typu attritor.

Korzystnie proszki osnowy, karbidku tytanu i aktywatorów mieszane są razem lub homogenizacja prowadzona jest dwuetapowo, proszki osnowy z aktywatorami spiekania, a następnie z karbidkiem tytanu.

Korzystnie proces mieszania prowadzony jest w czasie od 1 do 20 godzin. Proces suszenia korzystnie prowadzi się w temperaturze od 25 do 100°C. Mieszaninę przesiewa się przez sito o wielkości oczek korzystnie od 100 do 500 μm . Czas konsolidacji wynosi korzystnie do 60 minut pod ciśnieniem od 10 do 50 MPa.

Stężenie karbidku tytanu homogenizowanego w rozpuszczalniku korzystnie zawiera się w przedziale od 10 do 50%, a udział proszku karbidku homogenizowanego w osnowie korzystnie zawiera się w przedziale od 0,1% do 2% masowych.

Prowadząc proces według wynalazku, otrzymuje się kompozyty ceramiczne na osnowie ceramicznej SiC lub Al_2O_3 lub Si_3N_4 z udziałem od 0,1% do 15% masowych karbidku tytanu Ti_2C lub Ti_3C_2 o formie 2D, charakteryzujące się wysokimi parametrami wytrzymałościowymi do zastosowań w technologiach wymagających od opracowywanych materiałów odporności na trudne warunki pracy.

Przedmiotem wynalazku jest również kompozyt ceramiczny na osnowie ceramicznej SiC lub Al_2O_3 lub Si_3N_4 z udziałem od 0,1% do 15% masowych karbidku tytanu Ti_2C lub Ti_3C_2 o formie 2D.

Przykładowe mikrostruktury wytworzonych kompozytów zestawiono na rysunku fig. 1 – przykładowa mikrostruktura kompozytów na osnowie Si_3N_4 a) z udziałem 2,5% mas. Ti_2C (jasny obszar), b) z udziałem 1,5% mas. Ti_2C oraz fig. 2 – przykładowa mikrostruktura kompozytów na osnowie SiC a) umacnianego 0,5% mas. Ti_3C_2 , b) 0,2% mas. Ti_3C_2 z wyraźną warstwową strukturą cząstek fazy umacniającej.

W przypadku kompozytów na osnowie azotku krzemu widoczne są cząstki Ti_2C (jasne obszary zaznaczone strzałkami na fig. 1a) rozmieszczone jednorodnie w strukturze kompozytu. Otrzymane kompozyty charakteryzują się wysoką gęstością powyżej 97%, co potwierdzają zdjęcia mikrostruktury (fig. 1a i 1b). Gęstość tylko nieznacznie spada wraz ze wzrostem udziału faz umacniających. Także w przypadku kompozytów umacnianych Ti_3C_2 uzyskano podobne właściwości.

W przypadku kompozytów na osnowie SiC umacnianych zarówno Ti_2C , jak i Ti_3C_2 również uzyskano wysoką gęstość dla wszystkich wytwarzanych kompozytów (powyżej 98%). Potwierdzają to zdjęcia mikrostruktury przedstawione na fig. 2a. Fig. 2b przedstawia mikrostrukturę kompozytu na osnowie SiC z widocznymi płatkami fazy Ti_3C_2 . Zaobserwować można dobre połączenie pomiędzy osnową a fazą umacniającą. Płatki łączą dwa ziarna, co powinno przełożyć się na właściwości mechaniczne kompozytów.

Wyniki pomiarów twardości wytworzonych kompozytów przedstawiono na fig. 3 i 4. W przypadku wszystkich zastosowanych osnów oraz faz umacniających zaobserwowano początkowy wzrost wartości twardości wraz ze zwiększeniem udziału faz umacniających. Najwyższe wartości otrzymano w zakresie 1–2% mas. w zależności od zastosowanej osnowy oraz fazy umacniającej. Dalszy wzrost udziału faz umacniających powodował obniżenie wyników pomiarów twardości kompozytów. Ponadto zaobserwowano wzrost twardości dla kompozytów w stosunku do spieków z nieumocnionej osnowy. Otrzymane wyniki porównano również z danymi literaturowymi dla kompozytów umacnianych TiC [K. Kornaus et al., Process. Appl. Ceram. 11 [4] (2017) 329–336, J. Huang et al., J. Am. Ceram. Soc. 77 (1994) 705–710]. W przypadku wszystkich kompozytów umacnianych zarówno Ti_2C , jak i Ti_3C_2 otrzymano znacznie wyższe wartości twardości w porównaniu do kompozytów z TiC. Pozostałe właściwości kompozytów pozostają na nieznacznie wyższym lub podobnym poziomie.

Istota wynalazku objaśniona jest w przykładach wykonania:

Przykład 1

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 98,5% SiC, 0,3% B, 1% C i 0,2% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie typu attritor. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 2

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie typu attritor. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 3

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych

(proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie typu attritor. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 4

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 98,5% SiC, 0,3% B, 1% C i 0,2% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 2 godziny w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 5

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 98,5% SiC, 0,3% B, 1% C i 0,2% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 2 godziny w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 6

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,7% SiC, 0,3% B, 1% C oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie dodano 3% Ti_3C_2 (% mas.) i mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 7

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 8

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 150 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 98,5% SiC, 0,3% B, 1% C i 0,2% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 4 godziny w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 9

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 10

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 5% Ti₂C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 µm. W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 11

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 98,5% SiC, 0,3% B, 1% C i 0,2% Ti₃C₂ (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 µm. W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 12

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 3% Ti₃C₂ (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 µm. W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 13

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 5% Ti₃C₂ (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 µm. W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 14

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 98,5% SiC, 0,3% B, 1% C i 0,2% Ti₂C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 µm. W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 15

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 3% Ti₂C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 6 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 µm. W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 16

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 5% Ti₂C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie

granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 17

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 250 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 98,5% SiC, 0,3% B, 1% C i 0,2% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 18

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 19

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93,7% SiC, 0,3% B, 1% C i 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1900°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 20

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,5% Si_3N_4 , 2% MgO, 2% ZrO_2 i 0,5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, bez wygrzewania, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 21

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93% Si_3N_4 , 2% MgO, 2% ZrO_2 i 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, bez wygrzewania, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 22

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 91% Si_3N_4 , 2% MgO, 2% ZrO_2 i 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, bez wygrzewania, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 23

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,5% Si_3N_4 , 2% MgO, 2% ZrO_2 i 0,5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul

ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, bez wygrzewania, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 24

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, bez wygrzewania, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 25

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 91% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, bez wygrzewania, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 26

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,5% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 0,5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 27

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 28

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 91% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 29

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,5% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 0,5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze 100°C, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 30

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 31

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 91% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1700°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 32

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,5% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 0,5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1500°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 33

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 300 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1500°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 34

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 91% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1500°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 35

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95,5% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 0,5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1500°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 36

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 300 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 93% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie

granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1500°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 37

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 91% Si_3N_4 , 2% MgO , 2% ZrO_2 i 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze 80°C, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1500°C, przez 30 min, w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 38

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 39

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 40

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 500 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 41

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 42

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 43

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru

oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 44

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze 50°C, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1300°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 45

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1300°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 46

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 400 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1300°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 47

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1300°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 48

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1300°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 49

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1300°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 50

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 51

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 12 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 52

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 53

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 54

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 55

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 5 minut w próżni pod ciśnieniem 20 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 56

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie typu attritor. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze 50°C, a następnie granulowana na sicie

o gradacji 100 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 57

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie typu attritor. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 58

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_2C (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin w młynie typu attritor. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 59

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 99,8% Al_2O_3 , 0,2% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 16 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 60

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 97% Al_2O_3 , 3% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 20 godzin w młynie horyzontalnym. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 200 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Przykład 61

Do młyna kulowego o pojemności 500 ml wprowadzono 200 ml izopropanolu, a następnie dodano 20 g mieszaniny proszków 95% Al_2O_3 , 5% Ti_3C_2 (% mas.) oraz 200 g kul ceramicznych (proszki boru oraz węgla użyto jako aktywatory spiekania). Następnie mieszano 8 godzin. Po procesie mieszania zawiesina suszona była w temperaturze pokojowej, a następnie granulowana na sicie o gradacji 100 μm . W następnym etapie mieszaniny proszków spiekane były metodą SPS (Spark Plasma Sintering) w temperaturze 1450°C, przez 30 minut w próżni pod ciśnieniem 50 MPa. W wyniku spiekania otrzymano skonsolidowane próbki w postaci walców.

Tabela 1

Przykładowe wartości twardości kompozytów umacnianych Ti_2C w porównaniu do kompozytów umacnianych TiC (dane literaturowe)

Rodzaj osnowy	Twardość [GPa]	
	Ti_2C	TiC
SiC	24,5	18,8
Si_3N_4	17,6	15,3
Al_2O_3	18,4	13,5

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kompozytów na osnowie ceramicznej z udziałem karbidku tytanu w procesie konsolidacji wysokotemperaturowej pod ciśnieniem, **znamienny tym**, że do proszku osnowy ceramicznej SiC lub Al_2O_3 lub Si_3N_4 o średniej wielkości cząstek osnowy w kompozytach na osnowie Si_3N_4 w granicach 100–300 nm, a dla kompozytów na osnowie SiC lub Al_2O_3 2–4 μm dodaje się karbidek tytanu Ti_2C lub Ti_3C_2 o formie 2D w ilości 0,1 do 15% wagowych oraz aktywatory spiekania, w przypadku SiC proszki C i B, a dla Si_3N_4 proszki ZrO_2 i MgO w ilości od 0,1 do 6% wagowych, poddaje się mieszaniu z zastosowaniem wody i/lub alkoholu izopropylowego w ilości od 100 do 1000 ml na 10 g mieszaniny proszków, następnie mieszaninę suszy się oraz przesiewa, po czym poddaje procesowi konsolidacji w piecu do iskrowego spiekania plazmowego SPS w temperaturze od 1200 do 2200°C przy dostępie powietrza w próżni bądź w atmosferze gazu obojętnego.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że mieszaniny proszków osnowy, karbidku tytanu i aktywatorów spiekania miesza się w młynie horyzontalnym lub w młynie typu attritor.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proszki osnowy, karbidku tytanu i aktywatorów mieszane są razem lub homogenizacja prowadzona jest dwuetapowo, proszki osnowy z aktywatorami spiekania, a następnie z karbidkiem tytanu.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces mieszania prowadzony jest w czasie od 1 do 20 godzin.
5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces suszenia prowadzi się w temperaturze od 25 do 100°C.
6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że mieszaninę przesiewa się przez sito o wielkości oczek od 100 do 500 μm .
7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że czas konsolidacji wynosi do 60 minut pod ciśnieniem od 10 do 50 MPa.
8. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stężenie karbidku tytanu homogenizowanego w rozpuszczalniku zawiera się w przedziale od 10 do 50%, a udział proszku karbidku homogenizowanego w osnowie zawiera się w przedziale od 0,1% do 2% masowych.
9. Kompozyt ceramiczny na osnowie ceramicznej SiC lub Al_2O_3 lub Si_3N_4 z udziałem od 0,1% do 15% masowych karbidku tytanu Ti_2C lub Ti_3C_2 o formie 2D.

Rysunki

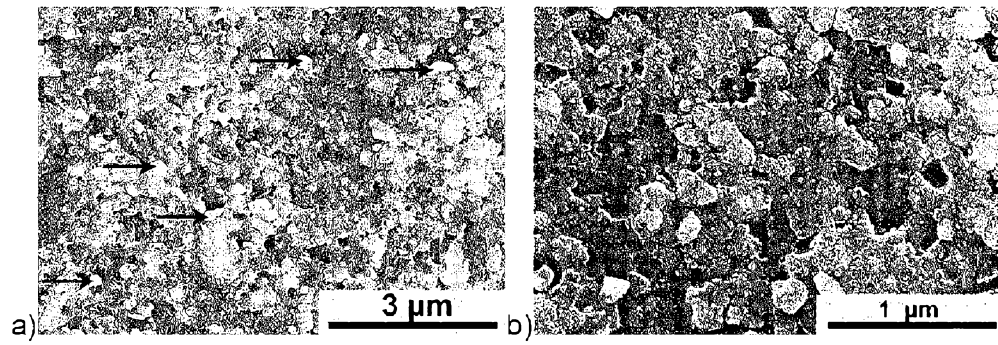


Fig. 1

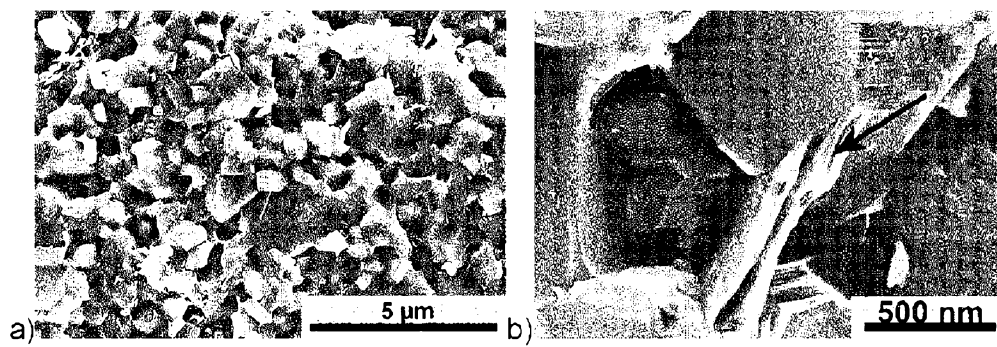


Fig. 2

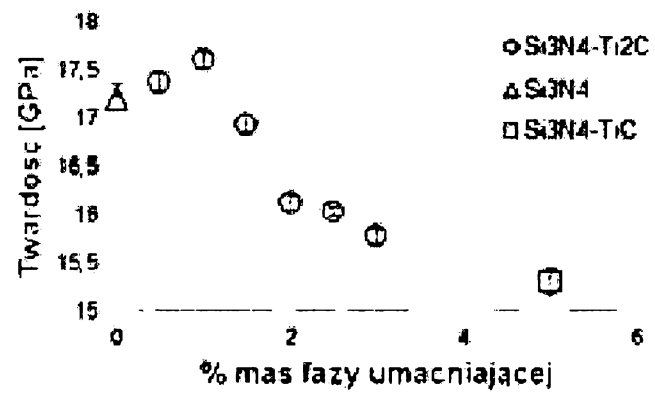


Fig. 3

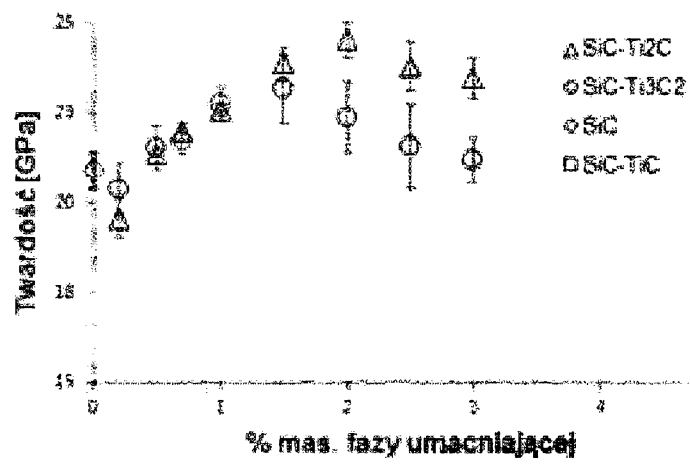


Fig. 4