



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2002104704/03, 23.07.1999

(24) Дата начала действия патента: 23.07.1999

(43) Дата публикации заявки: 10.10.2003

(45) Опубликовано: 27.04.2005 Бюл. № 12

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: WO 98/42634 A1, 01.10.1998. US 5509555 A, 23.04.1996. US 5079195 A, 07.01.1992. EP 0798280 A2, 01.10.1997. SU 513020 A, 04.06.1976. RU 2130441 C1, 20.05.1999. RU 2039023 C1, 09.07.1995. RU 2019532 C1, 15.09.1994.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 26.02.2002

(86) Заявка РСТ:
US 99/16449 (23.07.1999)

(87) Публикация РСТ:
WO 01/07377 (01.02.2001)

Адрес для переписки:
103735, Москва, ул.Ильинка, 5/2, ООО
"Союзпатент", пат.пов. Л.И.Ятровой

(72) Автор(ы):

ВАГТОНЕР У. Майкл (US),
 РОССИНГ Бэрри Р. (US),
 РИЧМОНД Майкл А. (US),
 АГАДЖАНИЯН Майкл А. (US),
 МакКОРМИК Эллин Л. (US)

(73) Патентообладатель(ли):

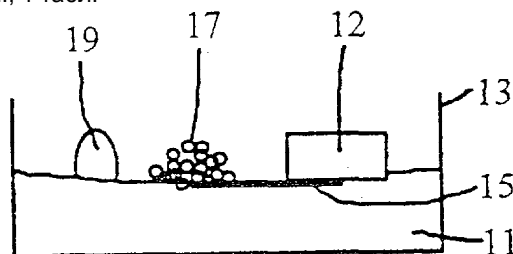
М КЬЮБИД ТЕКНОЛОДЖИЗ, ИНК. (US)

(54) КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ, СОДЕРЖАЩИЕ КАРБИД КРЕМНИЯ, И СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к композиционным материалам, полученным пропиткой расплавом металла, и способам их изготовления. Предложенные материалы содержат карбид кремния и получены с помощью процесса инфильтрации проницаемой массы, содержащей не более 10 мас. % углерода, расплавом кремния и другого металла, отличного от кремния. Реализация заявленного изобретения позволяет улучшить физико-химические свойства, а также обеспечивает возможность проведения инфильтрации при более низких температурах, при

этом значительно снижены величины расширения изделия при затвердевании. 5 с. и 30 з.п. ф-лы, 2 ил., 1 табл.



Фиг.1А



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2002104704/03, 23.07.1999**

(24) Effective date for property rights: **23.07.1999**

(43) Application published: **10.10.2003**

(45) Date of publication: **27.04.2005 Bull. 12**

(85) Commencement of national phase: **26.02.2002**

(86) PCT application:
US 99/16449 (23.07.1999)

(87) PCT publication:
WO 01/07377 (01.02.2001)

Mail address:
**103735, Moskva, ul. Il'inka, 5/2, OOO "Sojuzpatent",
pat.pov. L.I. Jatrovoj**

(72) Inventor(s):

**VAGGONER U. Majkl (US),
ROSSING Behrri R. (US),
RICHMOND Majkl A. (US),
AGADZHANJAN Majkl A. (US),
MakkORMIK Ehlin L. (US)**

(73) Proprietor(s):

M K'JuBID TEKNOLODZHIZ, INK. (US)

(54) SILICIUM CARBIDE CONTAINING COMPOSITES AND METHOD FOR PRODUCTION THE SAME

(57) Abstract:

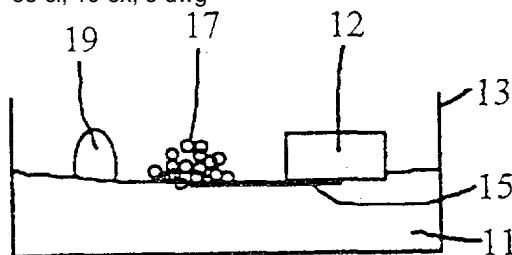
FIELD: composite materials obtained by impregnation with metal melt, and method for production the same.

SUBSTANCE: claimed materials contain silicium carbide and is obtained by infiltration of penetrable mass comprising 10 mass % or less or carbon with melt of silicium and another metal, different from silicium. Method of present invention makes it possible to improve physicochemical properties and carry out infiltration at lower temperatures.

EFFECT: composite material with decreased

expansion when curing.

35 cl, 10 ex, 3 dwg



Фиг. 1А

КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ, СОДЕРЖАЩИЕ КАРБИД КРЕМНИЯ, И СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

Область техники, к которой относится изобретение

Это изобретение относится к усовершенствованным композиционным материалам и способам инфильтрации расплавов для их получения. В частности, настоящее изобретение относится к композиционным материалам, содержащим карбид кремния, в которых предпочтительно, по меньшей мере, часть карбида кремния получена путем реактивной инфильтрации.

Предшествующий уровень техники

На протяжении более чем тридцати пяти лет композиционные материалы, содержащие карбид кремния, получали способами реактивной инфильтрации. В общем случае, такой процесс реактивной инфильтрации предусматривает контактирование расплавленного кремния с пористой массой, содержащей карбид кремния плюс углерод, в вакууме или окружающей среде инертной атмосферы. Создается состояние смачивания, в результате чего расплавленный кремний втягивается за счет капиллярного воздействия в массу, где он вступает в реакцию с углеродом, образуя дополнительный карбид кремния. Этот образованный на месте карбид кремния, как правило, является взаимосвязанным. Обычно желателен плотный материал, поэтому процесс, как правило, протекает в присутствии избыточного кремния. Получаемый таким образом композиционный материал содержит карбид кремния и непрореагировавший кремний (который также является взаимосвязанным), и в сокращенной записи это можно обозначить как Si/SiC. Процесс, используемый для получения таких композиционных материалов, имеет взаимозаменяемые названия "реакционное формование", "реакционное связывание" или "реактивная инфильтрация".

В одном из самых ранних вариантов осуществления этой технологии Поппер (Popper) (патент США №3275722) получил материал, содержащий самосвязанный карбид кремния, путем инфильтрации кремния в пористую массу макрочастиц карбида кремния и порошкообразного графита в вакууме при температуре, находившейся в диапазоне 1800-2300 °C.

Тейлор (Taylor) (патент США №3205043) также получил плотные материалы, содержащие карбид кремния, путем реактивной инфильтрации кремния в пористый материал, содержащий карбид кремния и свободный углерод. В отличие от Поппера Тейлор сначала получал брикет, состоящий, по существу, из гранулированного карбида кремния, а затем он вводил регулируемое количество углерода в сформованную массу. В одном конкретном варианте осуществления своего изобретения Тейлор добавлял углерод в виде карбонизируемой смолы, а затем нагревал массу, содержащую карбид кремния и инфильтрованную смолу, для разложения (карбонизации) смолы. Сформованную массу затем нагревали до температуры, по меньшей мере, 2000°C в присутствии кремния, чтобы вызвать проникновение кремния в поры сформованной массы и его реакцию с вводимым углеродом для образования карбида кремния.

Хиллинг (Hilling) и его коллеги в "Дженерал Электрик Компани" воспользовались другим подходом, при котором волокнистые разновидности композиционных материалов, содержащих Si/SiC, получали путем реактивной инфильтрации брикетов из угольных волокон.

Не так давно Чианг (Chiang) и др. (патент США №5509555) описали получение композиционных материалов, содержащих Si/SiC, посредством использования инфильтранта в виде сплава кремния. Брикет, в который инфильтруют этот сплав, может содержать углерод или может состоять, по существу, из углерода в сочетании, по меньшей мере, с одним другим материалом, таким как металл, подобный Mo, W или Nb, карбид, подобный SiC, TiC или ZrC, нитрид, подобный Si₃N₄, TiN или AlN, оксид, подобный ZrO₂ или Al₂O₃, или интерметаллическое соединение, подобное MoSi₂ или WSi₂, или их смеси. Жидкий инфильтрант включает в себя кремний и металл, такой как алюминий, медь, цинк, никель, кобальт, железо, марганец, хром, титан, серебро, золото, платина и их смеси.

В предпочтительном конкретном варианте осуществления изобретения Чианга и др. брикет может быть брикетом из пористого угля, сплав жидкого инфильтранта может быть сплавом кремния и алюминия, имеющим содержание кремния в диапазоне от примерно 90 ат.% до примерно 40 ат.% и содержание алюминия в диапазоне от примерно 10 ат.% до
5 примерно 60 ат.%, при этом обеспечивается возможность контактирования брикета со сплавом кремния и алюминия при температуре в диапазоне от примерно 900 °C до примерно 1800°C в течение достаточного времени, на протяжении которого прореагирует, по меньшей мере, часть пористого угля, образуя карбид кремния. После охлаждения
10 полученный таким образом плотный композиционный материал можно охарактеризовать как имеющий фазовый состав, содержащий карбид кремния и, по меньшей мере, одну фазу, такую как сплав кремния и алюминия, смесь кремния и алюминия, по существу чистый алюминий, или их смеси.

Одна проблема, связанная с инфильтрацией многокомпонентных жидкостей в брикеты, содержащие большие относительные количества углерода, заключается в том, что
15 химический состав инфильтранта может резко изменяться в течение инфильтрации, а также от одного места к другому в пределах брикета. Эту особенность демонстрирует таблица 3 из патента Чианга и др. В ней указано, что инфильтрант в начале содержал 54 ат.% Si и 46 ат.% Cu, но после инфильтрации в угольный брикет содержание Cu составляло, по существу, 100%. Такие резкие изменения состава могут затруднить
20 обработку; в той же таблице выявлено, что когда сплав инфильтранта в начале содержал примерно 30 ат.% Si и 70 ат.% Cu, для достижения инфильтрации было необходимо давление. Инфильтрации под давлением требуют значительно более сложного и дорогого оборудования, чем способы инфильтрации без давления, и обычно накладывают более серьезные ограничения на размеры и форму деталей, которые можно получать этими
25 способами. Таким образом, хотя настоящее изобретение и не сводится к системам без давления, во всех случаях, когда не указано иное, инфильтрации согласно настоящему изобретению относятся к инфильтрациям, не требующим приложения давления.

Чианг и др. заявляют, что предложенный ими способ обеспечивает получение композиционных материалов с приданием им форм, которые очень близки к формам
30 готовых изделий, без необходимости дополнительных этапов обработки. Они описывают ряд приемов получения таких материалов без машинной обработки для удаления остаточного, непрореагировавшего жидкого сплава инфильтранта, остающегося на поверхности прореагировавшего брикета. В частности, Чианг и др. заявляют, что после инфильтрации композиционный материал можно нагревать до температуры, достаточной
35 для испарения или улетучивания избыточного жидкого сплава на поверхности. В альтернативном варианте, прореагировавший брикет можно погружать в травитель, в котором избыточный непрореагировавший жидкий инфильтрант растворяется, а прореагировавший брикет остается. Кроме того, прореагировавший брикет можно вводить в контакт с порошком такого элемента, как углерод или металл, подобный Ti, Zr, Mo или W,
40 который вступает в химическую реакцию с непрореагировавшим жидким сплавом инфильтранта.

В патенте США №5205970, Милливой Брюн (Millivoj Brun) и др. также описывали удаление избыточного инфильтранта после получения материалов, содержащих карбид кремния, с помощью процесса инфильтрации. В частности, Брюн и др. вводили реакционно
45 сформованный материал в контакт со "средством впитывания" инфильтранта, таким как угольный войлок. Более конкретно, средство впитывания может содержать пористые массы смачиваемых инфильтрантом материалов, которые являются сплошными при температуре, по меньшей мере, такой же, как температура, при которой инфильтрант плавится, или большей, чем такая температура. Средство впитывания предпочтительно имеет
50 капилляры, которые имеют размеры, по меньшей мере, такие же, как размеры капилляров в реакционно сформованном материале, или превышающие эти размеры. Таким образом, инфильтрант в реакционно сформованном материале, который заполняет поры, остается в этом реакционно сформованном материале, а не втягивается в средство впитывания и не

покидает поры в реакционно сформированном материале.

Предложенное Брюном и др. решение проблеме удаления избыточного сцепленного кремния с помощью "средства впитывания" возможно и является эффективным, но все же требует дополнительных этапов обработки, предусматривающих контактирование образовавшегося композиционного материала со средством впитывания и повторный
5 нагрев до температуры, превышающей температуру ликвидуса. В этом случае необходимо средство исключения или, по меньшей мере, минимизации объема остаточного инфильтранта, сцепленного с образовавшимся композиционным материалом, содержащим карбид кремния.

10 Задача настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, с приданием ему формы, близкой к форме готового изделия, минимизируя тем самым объем шлифования и/или иной обработки на станке, необходимой для достижения требуемых размеров готового изделия.

Задача настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить композиционный
15 материал, содержащий карбид кремния, с повышенной ударной вязкостью.

Задача настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, с повышенной теплопроводностью.

Задача настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, коэффициент теплового расширения которого
20 превышает коэффициент теплового расширения карбида кремния и может быть задан.

Задача настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, при температурах, которые превышают, но лишь умеренно превышают, температуру ликвидуса материала инфильтранта, несущего кремний.

25 Задача настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, при температуре, которая существенно меньше, чем температура плавления чистого кремния.

Задача настоящего изобретения состоит в том, чтобы получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, не прибегая к использованию борсодержащих
30 барьерных материалов или дорогостоящих технологических форм для регулирования степени инфильтрации.

Сущность изобретения

Решение этих задач и реализация других преимуществ настоящего изобретения осуществляется посредством тщательного регулирования ряда рабочих условий,
35 применяемых при получении композиционных материалов путем реактивной инфильтрации. В контексте настоящего изобретения наиболее важным из этих условий обработки является химический состав инфильтранта. В частности согласно настоящему изобретению материал инфильтранта содержит, по меньшей мере, два компонента, а, по меньшей мере, один из компонентов представляет собой кремний.

40 Замечено, что кремний подвержен чистому объемному расширению примерно на 9 процентов при затвердевании. Таким образом, в соответствии с одним аспектом настоящего изобретения путем сплавления кремния с материалом, который подвергается чистой объемной усадке при затвердевании, можно получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, имеющий остаточный компонент инфильтранта, который, по
45 существу, не подвержен чистому объемному изменению при затвердевании. Таким образом, можно реализовать композиционные материалы, содержащие карбид кремния, которые не характеризуются ни пористостью при затвердевании, ни миграцией на поверхность при затвердевании.

Для улучшения инфильтрации в проницаемую массу часто добавляют углерод. (Если не
50 отмечено иное, то начиная с этого места будет подразумеваться, что термин "проницаемая масса" включает в себя термин "брикет".) Вместе с тем, одним вариантом такого сплавления является изменение, которое имеет место в химическом составе инфильтранта по мере его инфильтрации в проницаемую массу и реакции кремниевого компонента

сплава инфильтранта с содержащимся в нем углеродом для получения карбида кремния. Поэтому авторы данного изобретения обнаружили значимость и важность поддержания содержания углерода в проницаемой массе, в которую нужно осуществить инфильтрацию на как можно более низких уровнях. Количество свободного углерода в проницаемой массе поддерживают как можно более низким для осуществления полной инфильтрации надежным образом, но без необязательного ухудшения качеств углерода как связующего при использовании брикетов (т.е. самоопирающихся проницаемых масс). Таким образом, можно осуществлять инфильтрацию в крупные тела с минимальными изменениями в составе сплава инфильтранта, что позволяет получить композиционный материал, содержащий карбид кремния, имеющий диспергированную фазу сплава относительно однородного состава по всему материалу.

Использование многокомпонентного состава инфильтранта имеет дополнительные преимущества, помимо обеспечения возможности получения композиционных материалов, компонент сплава которых имеет нулевое или почти нулевое объемное изменение (набухание или усадку) при затвердевании.

В качестве примера и еще одного аспекта настоящего изобретения отметим, что сплавление инфильтранта, содержащего кремний, с одним или несколькими другими элементарными компонентами может значительно снизить температуру плавления инфильтранта. В этой связи нужно отметить, что в число желательных элементов сплава входят алюминий, бериллий, медь, кобальт, железо, марганец, никель, олово, цинк, серебро и золото. Пониженные температуры плавления или ликвидуса позволяют проводить инфильтрацию при пониженных температурах. Например, когда инфильтрант содержит сплав кремния и алюминия, можно осуществлять инфильтрацию пористой массы, содержащей некоторое количество элементарного углерода, при температуре, находящейся в диапазоне от примерно 1100 до примерно 1300°C. Для сравнения отметим, что когда инфильтрант состоит, по существу, из кремния, нужно поддерживать температуру, которая, по меньшей мере, выше температуры плавления кремния, составляющей 1412°C, а зачастую - значительно выше этой температуры плавления, так что расплав является, по существу, текучей средой. Одним из наиболее важных последствий возможности работать при пониженных температурах является открытие того, что при пониженных температурах инфильтрация надежнее заканчивается на границах проницаемой массы. Кроме того, вместо необходимости использовать дорогостоящие графитовые технологические формы для поддержки проницаемой массы и для заключения в них жидкого инфильтранта можно использовать более дешевые материалы, такие как рыхлая масса керамического вещества в виде макрочастиц. Таким образом, возможность проводить инфильтрации при пониженных температурах обеспечивает операторам возможность лучшего регулирования процесса, не говоря уже об экономии времени и энергии.

Следовательно, одним из аспектов настоящего изобретения является способ получения композиционного материала, содержащего карбид кремния, заключающийся в том, что обеспечивают проницаемую массу, содержащую, по меньшей мере, один материал наполнителя и не более чем примерно 10 массовых процентов углерода, облегчающего инфильтрацию, причем указанный материал наполнителя представлен, по меньшей мере, в одной форме, выбранной из группы, состоящей из частиц, пластинок, хлопьев и полых сфер, а указанная проницаемая масса имеет объемную плотность, по меньшей мере, 61% от теоретической;

обеспечивают опирание, по меньшей мере, одной поверхности упомянутой проницаемой массы на материал подстилающего слоя, содержащий карбид кремния и не содержащий свободный углерод;

обеспечивают материал инфильтрата, содержащий кремний и, по меньшей мере, один металл или полуметалл, отличный от кремния;

нагревают упомянутый материал инфильтрата до температуры, превышающей температуру ликвидуса упомянутого материала инфильтрата и не превышающей

температуру примерно 1400°C, для образования расплавленного материала инфильтрата; вводят упомянутый расплавленный материал инфильтрата в контакт с упомянутой проницаемой массой;

осуществляют инфильтрацию упомянутого расплавленного материала инфильтрата в упомянутую проницаемую массу и обеспечивают реакцию, по меньшей мере, части упомянутого кремния, по меньшей мере, с частью упомянутого углерода для образования композиционного материала, содержащего карбид кремния, упомянутый, по меньшей мере, один материал наполнителя и остаточный материал инфильтрата, содержащий кремний и, по меньшей мере, один металл или полуметалл, отличный от кремния, причем упомянутый остаточный материал инфильтрата имеет химический состав, который испытывает объемное изменение при затвердевании, не превышающее примерно +7 объемных процентов.

Предпочтительно, упомянутая выше проницаемая масса представляет собой брикет, а упомянутый материал наполнителя содержит тела, размер которых находится в диапазоне от субмикронного до составляющего несколько миллиметров. Причем в способе используют упомянутый углерод в форме покрытия, по меньшей мере, на части материала наполнителя.

В способе по настоящему изобретению образуют упомянутый углерод путем введения смолы на основе сахара в проницаемую массу и термического разложения этой смолы в неокислительной атмосфере.

Металл представляет собой предпочтительно, по меньшей мере, один элемент, выбранный из группы, состоящей из Al, Cu, Sn, Zn.

Другим аспектом настоящего изобретения является то, что в способе дополнительно обеспечивают опирание, по меньшей мере, одной поверхности упомянутой проницаемой массы на материал подстилающего слоя, который является, по существу, неинфильтруемым в рабочих условиях, и продолжают упомянутую инфильтрацию расплавленного материала инфильтрата в упомянутую проницаемую массу до тех пор, пока упомянутый расплавленный материал инфильтрата внутри упомянутой проницаемой массы контактирует с упомянутым материалом подстилающего слоя, причем упомянутый материал подстилающего слоя препятствует дальнейшей инфильтрации упомянутого инфильтрата в упомянутый материал подстилающего слоя, определяя таким образом степень упомянутой инфильтрации.

Температура нагрева материала инфильтрата составляет, по меньшей мере, примерно 800°C, а инфильтрацию осуществляют в неокислительной окружающей среде, предпочтительно в вакууме.

В способе по изобретению остаточный материал инфильтрата испытывает объемное изменение при затвердевании, находящееся в диапазоне от примерно -2 до примерно +4 процентов, и содержит, по меньшей мере, примерно 10 объемных процентов упомянутого кремния.

По меньшей мере, один материал наполнителя содержит вещество, выбранное из группы, состоящей из карбидов, боридов, нитридов и оксидов, предпочтительно, по меньшей мере, один материал наполнителя содержит карбид, выбранный из группы, состоящей из SiC, B₄C, TiC и WC.

В способе по изобретению проницаемая масса содержит не более чем примерно 5 массовых процентов упомянутого углерода, облегчающего инфильтрацию, а материал подстилающего слоя представляет собой SiC.

В еще одном аспекте воплощения изобретения касается способа получения композиционного материала, содержащего карбид кремния, заключающегося в том, что обеспечивают проницаемую массу, содержащую, по меньшей мере, около, 1 мас.% свободного углерода;

обеспечивают опирание, по меньшей мере, одной поверхности упомянутой проницаемой массы на материал подстилающего слоя, содержащий карбид кремния, и не содержащий свободный углерод;

обеспечивают мультикомпонентный материал инфильтрата, содержащий кремний, и, по меньшей мере, один не кремниевый компонент;

нагревают упомянутый материал инфильтрата до температуры, превышающей температуру ликвидуса упомянутого материала инфильтрата, для образования

5 расплавленного материала инфильтрата;

вводят упомянутый расплавленный материал инфильтрата в контакт с упомянутой проницаемой массой;

осуществляют инфильтрацию упомянутого расплавленного материала инфильтрата в упомянутую проницаемую массу и взаимодействие, по меньшей мере, части указанного

10 кремния с, по меньшей мере, частью указанного свободного углерода указанной проницаемой массы для образования композиционного материала, содержащего, по меньшей мере, некоторое количество карбида кремния, полученного in-situ,

и продолжают упомянутую инфильтрацию до тех пор, пока упомянутый расплавленный материал инфильтрата контактирует с упомянутым материалом подстилающего слоя, причем упомянутый материал подстилающего слоя препятствует инфильтрации в

15 упомянутый материал подстилающего слоя, определяя, таким образом, степень упомянутой инфильтрации.

Изобретение по этому воплощению, в частности, характеризуется тем, что проницаемая масса содержит, по меньшей мере, один материал наполнителя, а материал инфильтрата

20 содержит кремний и алюминий.

Инфильтрацию по этому аспекту изобретения предпочтительно осуществляют при температуре, находящейся в диапазоне от примерно 800 °C до примерно 1800°C, а инфильтрат содержит, по меньшей мере, примерно 10 массовых процентов упомянутого кремния. Материал подстилающего слоя может представлять собой рыхлую массу

25 керамического вещества в виде частиц.

В другом аспекте воплощения настоящее изобретение касается композиционного материала, содержащего основную фазу, содержащую карбид кремния во взаимосвязанной форме; остаточный материал инфильтрующего сплава, распределенный по всей упомянутой основной фазе, причем упомянутый остаточный материал

30 инфильтрующего сплава содержит кремний и, по меньшей мере, один иной компонент, при этом упомянутый остаточный материал инфильтрующего сплава обладает свойством изменения размеров при затвердевании на величину, которая не превышает примерно +7 объемных процентов, причем указанный материал инфильтрующего сплава имеет

температуру ликвидуса не более чем примерно 1412°C; и по меньшей мере, 59 объемных

35 процентов, по меньшей мере, одного материала наполнителя распределены по всей упомянутой основной фазе, причем упомянутый материал наполнителя представлен в основном, по меньшей мере, в одной форме, выбранной из группы, состоящей из частиц, пластинок, хлопьев и полых сфер, причем указанный композиционный материал получен

способом, включающим: обеспечение проницаемой массы, содержащей, по меньшей мере,

40 один материал наполнителя и не более чем примерно 10 массовых процентов углерода, облегчающего инфильтрацию, причем указанный материал наполнителя и указанный углерод составляют, по меньшей мере, 61 объемный процент указанного брикета;

обеспечение материала инфильтрата, содержащего кремний и, по меньшей мере, один металл или полуметалл, отличный от кремния, нагревание упомянутого материала

45 инфильтрата до температуры, превышающей температуру ликвидуса упомянутого материала инфильтрата и не превышающей температуру примерно 1400°C, для

образования расплавленного материала инфильтрата; введение упомянутого расплавленного материала инфильтрата в контакт с упомянутой проницаемой массой;

инфильтрацию упомянутого расплавленного материала инфильтрата в упомянутую

50 проницаемую массу и обеспечение взаимодействия, по меньшей мере, части упомянутого кремния, по меньшей мере, с частью упомянутого углерода для образования

композиционного материала; и охлаждение до затвердевания указанного остаточного материала инфильтрата.

Предпочтительно в композиционном материале по изобретению сплав подвержен объемному изменению размеров при затвердевании, находящемуся в диапазоне от примерно -1 процента до примерно +3 процентов.

Указанный сплав содержит от примерно 40 массовых процентов до примерно 60 массовых процентов упомянутого кремния, а, по меньшей мере, один материал наполнителя в частности представляет собой SiC.

Упомянутый сплав содержит, по меньшей мере, 10 объемных процентов, по меньшей мере, одного металла, выбранного из группы, состоящей из алюминия, цинка, олова и меди.

Еще в одном аспекте воплощения изобретение касается производственного изделия, полученного по способу, раскрытому в описании, выбранного из группы, состоящей из составной части устройства для манипуляций с полупроводниковыми пластинами, опорной стойки воздушного подшипника, подложки зеркала, ступени зеркала, держателя полупроводниковых пластин, портала станка, станины станка и подставки для дисплея с плоским экраном, содержащее

матричную фазу, содержащую карбид кремния и сплав, распределенный по всему упомянутому карбиду кремния, причем упомянутый сплав содержит кремний и, по меньшей мере, 10 объемных процентов, по меньшей мере, одного металла, выбранного из группы, состоящей из алюминия, цинка и меди,

и материал наполнителя, содержащий, по меньшей мере, 59 объемных процентов, по меньшей мере, одного материала наполнителя, распределенного по всей упомянутой матрице.

Причем, по меньшей мере, один материал наполнителя имеет морфологию, выбранную из группы, состоящей из частиц, волокон, пластинок, хлопьев и сетчатых структур.

Изделие по изобретению характеризуется тем, что композиционный материал содержит от примерно 10 объемных процентов до примерно 90 объемных процентов упомянутого наполнителя.

Сплав, содержащийся в изделии, характеризуется объемным изменением при затвердевании в диапазоне от примерно -5 процентов до примерно +7 процентов.

В изделии по изобретению карбид кремния, по меньшей мере, частично взаимосвязан.

Карбид кремния может быть получен с помощью процесса реактивной инфильтрации, а остаточный компонент инфильтрата содержит, по меньшей мере, 40 массовых процентов упомянутого кремния.

В другом аспекте изобретения касается производственного изделия, полученного по способу, охарактеризованному в описании, выбранного из группы, состоящей из упаковочной тары для электронных приборов и подложки для электронных приборов, содержащее композиционный материал, содержащий матричную фазу, содержащую карбид кремния и сплав, распределенный по всему упомянутому карбиду кремния, причем упомянутый сплав содержит, по меньшей мере, 40% по массе кремния и, по меньшей мере, 10 объемных процентов, по меньшей мере, одного металла, выбранного из группы, состоящей из алюминия, цинка и меди; и материал наполнителя, содержащий, по меньшей мере, 59 объемных процентов, по меньшей мере, одного материала наполнителя, распределенного по всей упомянутой матрице.

Краткое описание чертежей

На фиг.1А и 1В представлены условные виды сбоку и сверху соответственно совокупности материалов, используемых для получения композиционного материала, содержащего карбид кремния, в виде "U-образного канала" в соответствии с Примером 4, и на фиг.2 представлена фотография опорной стойки воздушного подшипника из композиционного материала, содержащего карбид кремния и полученного в соответствии с Примером 6.

Наилучшие варианты осуществления изобретения

В соответствии со способами согласно настоящему изобретению осуществляют инфильтрацию проницаемой массы, содержащей, по меньшей мере, некоторое количество

углерода, расплавленным многокомпонентным сплавом, содержащим кремний.

По меньшей мере, в некоторый момент во время инфильтрации кремниевый компонент сплава инфильтранта химически реагирует, по меньшей мере, с частью проницаемой массы, образуя карбид кремния. Хотя некоторые модификации состава возможны, как правило, часть материала сплава остается в инфильтрованном материале и распределена по нему. Поэтому сформированный таким образом материал, содержащий полученный на месте карбид кремния и остаточный сплав, является композиционным материалом.

Если начальное количество кремниевого сплава недостаточно для заполнения пустот проницаемой массы, то, по меньшей мере, часть остаточного, непрореагировавшего сплава в материале может быть распределена в виде дискретных изолированных карманов. Обычно избыток материала инфильтранта подается в проницаемую массу, и остаточный сплав в композиционном материале взаимосвязывается.

Настоящее изобретение охватывает варианты размещения одного, нескольких или всех компонентов многокомпонентного инфильтранта в пределах проницаемой массы, в которую нужно осуществить инфильтрацию, или на поверхности раздела между этой массой и соседним материалом инфильтранта. Все же предпочтительным является наличие компонентов инфильтранта в виде сплава, возможно - в форме слитка или иной объемной форме, а затем этот сплав вводят в контакт с проницаемой массой, в которую нужно осуществить инфильтрацию. Материал инфильтранта можно вводить в непосредственный контакт с проницаемой массой, в которую нужно осуществить инфильтрацию, или можно оставлять этот материал инфильтранта, по существу, изолированным от проницаемой массы, располагая при этом средство впитывания между ними обоими, чтобы создать путь или канал для миграции расплавленного материала инфильтранта в направлении к проницаемой массе и внутрь нее. Средство впитывания может быть большей частью любым материалом, который смачивается расплавленным материалом инфильтранта, но при этом предпочтителен карбид кремния.

Настоящее изобретение предусматривает получение карбида кремния на месте. Поэтому, по меньшей мере, один компонент многокомпонентного материала инфильтранта представляет собой кремний. Другой компонент или другие компоненты могут быть любыми, обеспечивающими возможность получения некоторого желательного воздействия, оказываемого во время обработки или уже на окончательный характер или свойства получаемого композиционного материала. Например, некремниевый компонент или компоненты могут обеспечить получение сплава, имеющего температуру ликвидуса меньше температуры плавления чистого кремния. Тогда уменьшенная температура ликвидуса может обеспечить проведение инфильтрации при пониженной температуре, приводя таким образом к экономии энергии и времени, а также к уменьшению склонности инфильтранта к чрезмерной инфильтрации через границы брикета или проницаемой массы в материалы опорного слоя. Некремниевый компонент, инфильтрованный в проницаемую массу вместе с реактивным кремниевым компонентом, может обеспечивать превосходные свойства получаемого композиционного материала, например - повышенную прочность или ударную вязкость. Инфильтрованный таким образом некремниевый компонент может также противодействовать расширению кремниевой фазы при затвердевании, что является результатом, желательным со многих точек зрения и подробнее рассмотренным ниже. Элементарные некремниевые компоненты, которые выполняют одну или несколько преимущественных функций, включают в себя алюминий, бериллий, медь, кобальт, железо, марганец, никель, олово, цинк, серебро, золото, бор, магний, кальций, барий, стронций, германий, свинец, титан, ванадий, молибден, хром, иттрий и цирконий. Предпочтительные компоненты включают в себя алюминий, медь, железо, никель, кобальт и титан. Конкретно предпочтительными являются алюминий и медь.

Одним таким элементом сплава, который идентифицирован как выполняющий все три желательные функции, является алюминий. Авторы настоящего изобретения наблюдали, что композиционный материал, содержащий карбид кремния, а также содержащий некоторую фазу алюминия, является значительно более вязким, чем композиционный

материал, содержащий карбид кремния, а также содержащий остаточный, непрореагировавший кремний. И кроме этого, авторы настоящего изобретения обнаружили, что когда остаточный компонент инфильтранта композиционного материала содержит примерно 40-60 массовых процентов кремния и 60-40 массовых процентов алюминия, объемное изменение остаточной фазы инфильтранта практически равно нулю. В конкретном предпочтительном варианте осуществления брикет, содержащий вещество в виде макрочастиц карбида кремния и примерно от одного до нескольких массовых процентов углерода, можно легко инфильтровать в вакууме примерно при 1100°C сплавом инфильтранта, содержащим, грубо говоря, одинаковые массовые доли кремния и алюминия, для получения композиционного материала, содержащего карбид кремния плюс остаточный сплав, имеющий состав, в который входят примерно 40-45 массовых процентов кремния, а остальное составляет алюминий. Кроме того, авторы настоящего изобретения обнаружили, что при этой пониженной температуре инфильтрации примерно 1100°C рыхлую массу вещества в виде макрочастиц карбида кремния можно использовать для опирания проницаемой массы или брикета, в который нужно осуществить инфильтрацию, без инфильтрации самой этой рыхлой массы расплавленным инфильтрантом. Это открытие значительно упрощает работу нагревательной печи и исключает необходимость дорогостоящей графитовой оснастки и инструмента.

Вообще говоря, температура, при которой проводят инфильтрацию, является наименьшей, при которой инфильтрация проходит быстро и надежно. Кроме того, в общем случае, чем выше температура, тем робастнее (устойчивее, надёжнее) инфильтрация. Необоснованно высокие температуры инфильтрации не только не выгодны в смысле энергозатрат и избыточного нагрева, а также необходимого времени охлаждения, но и с большей вероятностью приводят к возможности прохождения нежелательных реакций. Ряд керамических материалов, которые обычно считаются инертными и неинфильтруемыми при умеренных температурах (например, оксид алюминия, нитрид бора, нитрид кремния), могут потерять свой инертный характер или стать инфильтруемыми кремнием при повышенных температурах (например, порядка 1500°C и выше), в частности - в вакууме. Таким образом, становятся весьма проблематичными заключение в какую-либо форму или опирание проницаемой массы, в которую нужно осуществить инфильтрацию, и минимизация степени избыточной инфильтрации в материал опорного слоя или реакции с этим материалом. Такая избыточная инфильтрация, как правило, приводит к связыванию избыточно инфильтрованного материала с массой, подвергшейся инфильтрации, что приводит к необходимости дорогостоящего шлифования или обработки алмазоносным инструментом на станках для удаления этого материала. Еще одна проблема, связанная с температурами необоснованно избыточной инфильтрации, заключается в том, что некремниевый компонент или компоненты имеют более высокое давление паров, чем кремниевый компонент, с тем нежелательным результатом, что такой компонент легко улетучивается из сплава инфильтранта, изменяя химический состав этого сплава и загрязняя печь.

Атмосфера, в которой проводят инфильтрацию кремнийсодержащего сплава, обычно является такой, которую называют инертной или слабовосстановительной. Поэтому можно использовать аргон, гелий, формовочный газ и монооксид углерода. Однако предпочтительной является окружающая среда вакуума, по меньшей мере - с точки зрения достижения надежности или робастности (устойчивости) инфильтрации.

Конечно, масса или брикет, в который нужно осуществить инфильтрацию кремнийсодержащего инфильтранта, должны быть проницаемыми для инфильтранта в локальных условиях обработки. При заданной достаточной температуре, например, около 2150°C, чистый карбид кремния можно инфильтровать кремнием, не прикладывая давление (см., например, патент США №3951587, выданный Аллиегро (Alliegro) и др.), но в более типичном случае проницаемая масса содержит некоторое количество элементарного или чистого углерода для облегчения процесса. Чем больше углерода присутствует, тем больше карбида кремния получается на месте. Хотя можно осуществлять реактивную

инфильтрацию проницаемой массы, содержащей большие количества углерода, это в общем случае нежелательно в контексте настоящего изобретения, поскольку сплав инфильтранта будет претерпевать слишком значительные изменения от одной зоны в брикете до следующей. Большие изменения состава обычно нежелательны, по меньшей мере, по двум причинам. Во-первых, изменившийся состав сплава может быть таким, что он больше не смачивает проницаемую массу, в которую нужно осуществить инфильтрацию. Во-вторых, проницаемую массу, которую можно успешно инфильтровать полностью, нужно поддерживать при несколько повышенной температуре в течение некоторого периода времени, чтобы обеспечить распределение компонентов фазы инфильтранта для достижения равновесия. Для больших количеств компонентов такие "времена отжига" могут быть настолько длительными, что они становятся неосуществимыми на практике.

Хотя определенно можно проводить инфильтрацию в массы, содержащие большие количества углерода, в этом изобретении предпочтительной является проницаемая масса, содержащая меньше чем примерно 25 массовых процентов углерода, а более предпочтительно - меньше чем примерно 10 массовых процентов. Для большинства изделий, на которые распространяется настоящее изобретение и представительный выбор которых показан в некоторых из Примеров, конкретно предпочтительный диапазон составляет от 1 процента до 5 процентов.

Остальная часть проницаемой массы - до 100 процентов - может содержать один или несколько материалов, которые, по существу, инертны в рабочих условиях, например - "материалы наполнителей". Материалы наполнителей, являющиеся кандидатами на использование в настоящем изобретении, могут включать в себя карбиды, такие как SiC, B₄C, TiC и WC, нитриды, такие, как Si₃N₄, TiN и AlN, бориды, такие, как SiB₄, TiB₂ и AlB₂, и оксиды, такие, как Al₂O₃ и MgO. Форма материала наполнителя может быть любой, в которой его можно получить, например, это могут быть макрочастицы, волокна, пластинки, хлопья, полые сферы и т.д. Материалы наполнителей могут различаться по размеру частиц от субмикронного до составляющего несколько миллиметров, при этом обычными являются размеры от нескольких микрон до десятков микрон. Материалы наполнителей, имеющие разные размеры частиц, можно смешивать друг с другом, например, для уплотнения упаковки частиц.

Авторы изобретения осознают, что многим из вышеупомянутых материалов не присуща инфильтруемость кремнийсодержащими сплавами в целесообразных условиях инфильтрации. Так, некоторые из этих материалов могут быть кандидатами на роль материалов подстилающих слоев, подробнее описываемых ниже. Однако путем нанесения материала покрытия, который смачивается и/или реагирует с кремнийсодержащим материалом инфильтранта, например - путем нанесения углерода, можно достичь, по меньшей мере, некоторой степени инфильтрации.

Проницаемые массы, содержащие один или несколько материалов наполнителей, могут заметно различаться по их плотности упаковки или теоретической плотности. Например, проницаемая масса, содержащая хлопья или сетчатую структуру, может иметь плотность лишь 5-10 процентов. В другом крайнем случае спеченный брикет может иметь плотность 90-95 процентов. Поскольку брикет обеспечивает возможность его смачивания материалом инфильтранта и содержит взаимосвязанные поры, этот брикет должен обеспечивать возможность инфильтрации в него для образования композиционных материалов согласно настоящему изобретению.

С другой стороны, важна форма углеродного компонента, особенно при попытках инфильтровать материалы наполнителей, которые обычно трудно инфильтровать, например - оксиды. Хотя углерод в форме макрочастиц может быть удовлетворительным для инфильтрации массы карбида кремния, могут понадобиться другие наполнители для образования сетки углерода или образования сетчатой или скелетной структуры. Особо предпочтительным является углерод в форме покрытия на материалах наполнителей. Такую форму углерода можно обеспечить путем введения углерода в проницаемую массу в

жидкой форме, например, в форме смолы. Проницаемую массу, содержащую такую углеродистую смолу, затем подвергают термообработке для разложения или пиролиза смолы с получением сплошного углерода, который может быть графитом, аморфным углеродом или некоторым их сочетанием. Имеется ряд углеродистых смол, включая

5 эпоксидные смолы, фенольные смолы и фурфуроловые смолы. Однако предпочтительными являются смолы на основе сахаров. Эти смолы могут быть на водной основе и, как таковые, являются значительно более "дружественными" применительно к окружающей среде и здоровью человека. Конкретно предпочтительными являются водные смолы, полученные из фруктозы.

10 Помимо того, что они способствуют процессу инфильтрации, еще одна важная роль, которую играют углеродистые смолы, это роль связующего. Хотя можно инфильтровать рыхлую массу материала наполнителя более предпочтительным путем, особенно в случае, когда цель - получение изделия из некоторого вещества в виде макрочастиц и с желаемой формой, является использование самоопирающегося брикета. Как правило, рыхлую массу

15 материала наполнителя смешивают со связующим, которым в этом случае предпочтительно является углеродистое связующее, а затем прессуют, лютят или формуют с получением желаемой формы, используя способы, известные в данной области техники. Затвердевание связующего после этого реализует самоопираемость сформованного тела.

В другом конкретном варианте осуществления тщательное наблюдение различий

20 инфильтруемости разных проницаемых масс обеспечило возможность с выгодой воспользоваться этими различиями. В частности, эти материалы, которые являются по существу неинфильтруемыми в рабочих условиях, можно использовать как материалы подстилающего слоя для опирания проницаемой массы, в которую нужно осуществить инфильтрацию. Этот результат важен, потому что материалы подстилающего слоя обычно

25 значительно дешевле, чем графитовые формы или "подочки".

Благодаря тщательному наблюдению и эксперименту авторы настоящего изобретения заметили общие условия (или тенденции в изменении условий), при которых существует тенденция к протеканию или усилению инфильтрации, и те условия, при которых

30 отсутствует тенденция к протеканию инфильтрации или существует тенденция к ингибированию инфильтрации. Например, авторы изобретения наблюдали, что реактивная инфильтрация инфильтранта, содержащего кремний, в проницаемую массу, содержащую углерод, протекает робастнее, когда углерод присутствует в элементарной форме, а не в химическом соединении с другими элементами. Кроме того, инфильтрация является более робастной, когда элементарный углерод присутствует в трехмерно взаимосвязанной

35 форме, в противоположность форме дискретных частиц. Когда проницаемая масса содержит компонент, отличный от элементарного углерода, например - нитрид алюминия, фаза трехмерно взаимосвязанного углерода может присутствовать, например, в виде покрытия, по меньшей мере, на некоторых из тел нитрида алюминия. Кроме того, инфильтрация является более робастной при увеличении температуры инфильтрации как

40 в случае, когда речь идет об абсолютной температуре, так и в случае, когда речь идет об отождествленной (гомологичной) температуре (например, о проценте или доле температуры плавления). И еще, инфильтрация является более робастной, когда ее осуществляют в вакууме, в противоположность атмосфере такого инертного газа, как аргон.

Следовательно, с учетом этих параметров, можно разработать режим инфильтрации,

45 при котором первая проницаемая масса, в которую нужно осуществить инфильтрацию, опирается на проницаемую массу, которая отличается, по меньшей мере, в одном отношении, от проницаемой массы, в которую нужно осуществить инфильтрации, что обеспечивает инфильтрацию первой массы, а не опорной массы, жидким инфильтрантом.

Хорошо известна инфильтрация проницаемой массы, содержащей, например, карбид

50 кремния, расплавами кремния для получения композиционного материала. Однако в отсутствие свободного углерода карбид кремния надежно инфильтруется кремнием (т.е. "силиконизируется") только при температурах, значительно превышающих температуру плавления кремния. При температурах, лишь незначительно превышающих температуру

плавления кремния, инфильтрация становится довольно трудной. Если металл, подобный алюминию, сплавляют с кремнием, то температура плавления или температура ликвидуса снижается, и аналогично может уменьшиться рабочая температура, что дополнительно снижает предрасположенность к инфильтрации. В этих условиях, такой материал, содержащий карбид кремния, можно использовать как материал подстилающего слоя или барьерный материал. Один желательный аспект использования карбида кремния в качестве материала подстилающего слоя заключается в том, что в ситуациях, когда важно учитывать примеси или загрязнение (например, в приложениях, связанных с полупроводниками), можно использовать в качестве материала подстилающего слоя тот же источник карбида кремния, который используется в качестве проницаемой массы, в которую нужно осуществить инфильтрацию, не подвергая получаемый композиционный материал, содержащий карбид кремния, воздействию инородных или дополнительных загрязняющих веществ.

И наоборот, в тех же условиях инфильтрации, которые только что описаны, кремнийсодержащий сплав может инфильтровать массу карбида кремния, содержащую свободный углерод, при относительно низких рабочих температурах, в частности, если элементарный углерод является трехмерно взаимосвязанным в сетчатой структуре. Такая структура может быть результатом добавления углерода в виде смолы в проницаемую массу и последующего пиролиза этой смолы. Таким образом, можно реализовать опирание проницаемой массы, содержащей карбид кремния плюс элементарный углерод, на подстилающий слой вещества в виде макрочастиц карбида кремния, не содержащий такой свободный углерод, и инфильтровать только проницаемую массу материалом кремнийсодержащего инфильтранта. Кроме того, поскольку сплав кремния и алюминия обеспечивает возможность установления различий между проницаемыми массами, содержащими свободный углерод в дискретной, а не взаимосвязанной форме, можно создать условия, при которых такой сплав может инфильтровать массу, содержащую сетчатый углерод, но не массу, содержащую дискретные частицы свободного углерода.

Этот результат важен, потому что он освобождает от потребности в том, чтобы такие графитовые конструкции, как технологические формы или "лодочки", служили непосредственной опорой материалу инфильтранта или брикету или проницаемой массе, в которую нужно осуществить инфильтрацию. Дело не только в том, что такие крупные графитовые конструкции являются дорогостоящими, но и в том, что кремнийсодержащий инфильтрант склонен реагировать с графитом и образовывать связи с ним, затрудняя отделение и восстановление инфильтрованной массы. В частности, графитовые лодочки часто повреждаются или даже разрушаются. Кроме того, попытки такого отделения и восстановления часто приводят к внесению нарушений в композиционный материал, который может быть относительно хрупким при отсутствии воздействий фазы металла, придающих вязкость. Хотя можно нанести защитное покрытие, например, из нитрида бора на графитовую лодочку или на поверхность брикета, находящуюся в контакте с ней, чтобы предотвратить или минимизировать эффект связывания в некоторых конечных приложениях сформованного материала, таких как определенные приложения, связанные с полупроводниками, нельзя допускать возможность присутствия бора. Более того, покрытия из нитрида бора не являются робастными барьерами для инфильтранта, особенно при повышенных температурах инфильтрации, и маленькая брешь в покрытии зачастую позволяет инфильтранту инфильтроваться в большую зону нижележащего графитового материала и реагировать с ним. Таким образом, настоящее изобретение позволяет использовать графитовые лотки или лодочки для опирания материала подстилающего слоя, на который в свою очередь опирается проницаемая масса, в которую нужно осуществить инфильтрацию, и/или материал инфильтранта. Это преимущество в данной области техники позволяет повторно использовать графитовые конструкции на последующих технологических переходах инфильтрации, а не выбрасывать как отходы.

Обнаружено, что кремний претерпевает чистое объемное расширение на 9 процентов при затвердевании. Таким образом, в соответствии с еще одним важным аспектам

настоящего изобретения, сплавляя кремний с таким компонентом, как металл, который претерпевает чистую объемную усадку при затвердевании, можно получать композиционный материал, в котором остаточный материал инфильтранта, по существу, не претерпевает чистое объемное изменение при затвердевании. Таким образом, можно

5 реализовать получение композиционных материалов, содержащих карбид кремния, которые не характеризуются ни пористостью при затвердевании, ни миграцией фазы металла на поверхность при затвердевании.

Конкретно предпочтительный элемент сплава алюминий сам по себе проявляет усадку при затвердевании, составляющую порядка 6,6 объемного процента. В предпочтительных

10 условиях окружающей среды вакуума и при наличии проницаемой массы карбида кремния, содержащей взаимосвязанный свободный углерод, можно достичь инфильтрации путем использования инфильтрантов, содержание кремния в которых находится в диапазоне от 10 массовых процентов до, по существу, 100 процентов. Поэтому остаточный компонент инфильтранта сформированной массы карбида кремния может иметь состав, находящийся в

15 диапазоне от 100 процентов алюминия до, по существу, 100 процентов кремния. Таким образом, объемное изменение остаточного материала инфильтранта при затвердевании можно задавать с бесконечной изменяемостью между значениями -6,6 процента (для чистого алюминия) и +9 процентов. Хотя предпочтительно уменьшать усадку при затвердевании, скажем, например, до -2 или -1 процента, весьма желательно и очень

20 выгодно уменьшать набухание при затвердевании от +9 процентов, а возможно - и до +5 или + 3 процентов или менее. Конечно, наилучшим вариантом из этой перспективы усадки или набухания инфильтранта при затвердевании является нулевое изменение.

В обеих ситуациях, пористость при затвердевании может иметь меньшее значение. При наличии предполагаемой конструкции сборки и при наличии избыточного материала инфильтранта или резервуара инфильтранта, питающего массу, в которую нужно

25 осуществить инфильтрацию, можно избежать пористости при затвердевании, если последнюю область, замораживаемую в композиционном материале, можно запитывать расплавленным материалом инфильтранта снаружи упомянутого композиционного материала. Иногда применяют направленное затвердевание композиционного материала

30 для достижения этого желаемого результата.

В действительности, когда имеют дело с инфильтрациями кремния, чаще приходится сталкиваться с противоположной проблемой, которая возникает там, где инфильтрант расширяется при затвердевании, а композиционный материал не может удержать

35 избыточный объем материала инфильтранта. Таким образом, композиционный материал обуславливает миграцию избыточного (теперь) инфильтранта на поверхность. Мигрировавший кремний может проявляться в виде капель или бусин на поверхности композиционного материала и зачастую прочно связан с ней. Возможно, что придется удалять этот досаждающий материал путем шлифования или обдувки абразивными

40 зернами, чему сопутствует риск внесения нарушений в скрепленный с этим материалом композиционный материал. Также было бы весьма желательно, чтобы не пришлось проводить этот излишний технологический этап.

Еще более серьезным последствием набухания при затвердевании кремниевого компонента является возможное набухание всей структуры композиционного материала, что усложняет усилия по изготовлению деталей, форма которых соответствует форме

45 готовых деталей. По-прежнему вреден риск того, что такое набухание при затвердевании вызовет растрескивание композиционного материала, т.е. риск, который возрастает с увеличением размера тела, получаемого из композиционного материала.

Таким образом, возможность уменьшить или даже исключить это расширение при затвердевании кремниевого компонента материала инфильтранта путем сплавления

50 кремния с материалом, который претерпевает усадку при затвердевании, представляет собой важное преимущество в области кремнийсодержащих композиционных материалов. В условиях, подобных условиям инфильтрации, можно не только получать такие композиционные материалы с более точными размерами, но и получать их без

обязательного проведения излишнего этапа обработки для удаления кремния, мигрировавшего на поверхность. Кроме того, теперь можно получать более крупные тела из композиционных материалов с меньшим риском растрескивания из-за расширения фазы кремния в пределах композиционного материала во время охлаждения до его температуры затвердевания.

Теперь будет приведено дальнейшее описание настоящего изобретения со ссылками на следующие примеры и сравнительные примеры.

Пример 1

Этот пример демонстрирует получение реакционно связанного композиционного материала, содержащего Si/SiC. Более конкретно, этот пример демонстрирует инфильтрацию, по существу, чистого кремния в брикет карбида кремния, содержащий фазу взаимосвязанного углерода, полученную из смолообразного предшественника.

Во-первых, получали брикет следующим образом. Сто массовых частей вещества в виде макрочастиц блочного (регулярного) карбида кремния зеленого под названием КРИСТОЛОН (CRYSTOLON) (поставщик - фирма "Сент-Гобейн/Нортон Индастриэл Керамике (St. Gobain/Norton Industrial Ceramics), Уорчестер, штат Массачусетс) объединяли с пятидесятью частями кукурузного сиропа "Капо" (Каго) (поставщик - фирма "Си-Пи-Си Интернэйшнл Инк." (CPC International Inc.), Инглвуд Клиффс, штат Нью-Джерси) путем перемешивания. Состав макрочастиц карбида кремния представлял собой примерно 70 процентов частиц со средним размером частиц примерно 44 микрона (Грейд Эф 240 (Grade F 240)), а остальное до 100 процентов составляли частицы со средним размером частиц примерно 13 микрон (Грейд Эф 500). Смешивание в проводили высокосдвиговой мешалке "Эйрих" модели Ap-Ви-02 (RV02 Eirich) следующим образом. Сначала макрочастицы SiC перемешивали в течение 2-х минут на "малой" скорости. Затем добавляли половину кукурузного сиропа и перемешивали на "малой" скорости в течение дополнительной 1-й минуты. Затем прерывали перемешивание для очистки смесительной чаши. Затем добавляли оставшуюся половину кукурузного сиропа и перемешивали в течение 1-й минуты на "малой" скорости. После еще одного прерывания для очистки чаши возобновляли перемешивание на "малой" скорости в течение 2-х дополнительных минут, а потом заканчивали на "большой" скорости в течение 1-й минуты.

Смесь пропускали через сито типоразмера 16 меш (т.е. со средним размером отверстия примерно 1180 микрон), чтобы разрушить агломераты. Затем осуществляли внеосное прессование пробных образцов, имевших в плане вид квадрата со стороной примерно 51 мм и толщину примерно 10 мм, в стальной матрице под прикладываемым давлением примерно 28 МПа.

Брикет, содержащий макрочастицы SiC и кукурузный сироп, извлекали из матрицы и помещали в печь с регулируемой атмосферой. Брикет нагревали в атмосфере проточного технически чистого азота до температуры примерно 800°C со скоростью примерно 100°C в час. После поддержания при этой температуре в течение примерно 2-х часов, кукурузный сироп, по существу, полностью пиролизовался в углерод. Печь и ее содержимое охлаждали со скоростью примерно 200°C в час. После охлаждения, по существу, до температуры окружающей среды брикет извлекли из печи и по результатам вычислений (на основании измерений объемной плотности) охарактеризовали его как имеющий объемную загрузку, составившую примерно 61 процент от теоретической. Анализ содержания углерода посредством окисления, проведенный на аналогичном образце, показал присутствие примерно 2,5 массового процента свободного углерода в брикете.

Затем подготавливали сборку для проведения в ней инфильтрации. В частности, внутренние поверхности графитовой лодочки марки Эй-Ти-Джей (ATJ) (поставщик - Отделение изделий из углерода фирмы "Юнион Карбайд Корп." (Union Carbide Corp.), Кливленд, штат Огайо), имеющей размеры примерно 375 мм на примерно 298 мм и глубину примерно 51 мм, покрывали суспензией или краской, содержащей нитрид бора, до достижения нормативной или удельной толщины примерно 3,1 мг на квадратный сантиметр. Краску, содержащую нитрид бора, приготавливали путем перемешивания

четырёх массовых частей пасты ЛУБРИКОУТ (LUBRICOAT), содержащей нитрид бора (поставщик - фирма "Зет-Уай-Пи Коутингс" (ZYP Coatings), Оук Ридж, штат Теннесси), с тремя частями воды и напыляли покрытие, пользуясь краскопультом "Бинкс" (Binks) модели 95.

5 Брикет массой 46 г помещали в графитовую лодочку с покрытием. Примерно 23 грамма кремния в форме кусочков (поставщик - фирма "Элкем Металс Ко." (Elkem Metals Co.), Питтсбург, штат Пенсильвания), содержащего примерно 0,5 массового процента Fe (максимум), а остальное до 100 процентов составлял Si, помещали наверху брикета. Верх лодочки накрывали неплотно прилегающей (негерметичной) графитовой крышкой, покрытой BN.

10 Готовую сборку затем помещали в вакуумную печь примерно при температуре окружающей среды (например, около 20°C). Воздух откачивали механическим низковакуумным насосом, а после этого поддерживали низкий вакуум при остаточном давлении примерно 25 миллиторр. Затем сборку нагревали до температуры примерно 15 1350 °C со скоростью примерно 200°C в час. После поддержания температуры примерно 1350°C в течение примерно 1-го часа, эту температуру дополнительно увеличивали до температуры примерно 1550°C со скоростью примерно 200°C в час. После поддержания температуры примерно 1550°C в течение примерно 1-го часа, эту температуру уменьшали до температуры примерно 1450°C со скоростью примерно 100°C в час. Не поддерживая 20 уровень этой температуры, температуру сборки дополнительно уменьшали до температуры примерно 1300°C со скоростью примерно 25°C в час, после чего следовало немедленное охлаждение со скоростью примерно 200°C в час приблизительно до температуры окружающей среды.

25 Атмосферу печи возвращали к давлению окружающей среды и извлекали сборку из печи. Разборка сборки показала, что кремний полностью инфильтровался в брикет с образованием композиционного материала, содержащего карбид кремния и кремний. После пескоструйной обдирки остаточного кремния на поверхности, где проводилась инфильтрация, методом погружения в воду замерыли плотность композиционного 30 материала, составившую примерно 2,89 г/см³. Пользуясь теоретическими плотностями SiC и Si, вычислили, что в полученном материале было примерно 64 объемных процента SiC и 36 процентов Si.

Пример 2

Повторили процедуру примера 1 с тем основным изменением, что инфильтрант в виде 35 алюминия заменили примерно наполовину массой кремния. Таким образом, за исключением примесей инфильтрант состоял примерно из 50 массовых процентов кремния и примерно 50 процентов алюминия. Кроме того, в этом примере инфильтрацию проводили при более низкой температуре, чем в примере 1.

Массы брикета и инфильтранта несколько отличались от масс брикета и инфильтранта в 40 примере 1 и составляли 44,8 грамма и 20 граммов соответственно. Что касается различий в режиме нагрева, то сборку согласно данному примеру нагревали в вакууме примерно от температуры окружающей среды до температуры примерно 1000 °C со скоростью примерно 200 °C в час. После поддержания температуры примерно 1000 °C в течение примерно 1-го часа, эту температуру дополнительно увеличивали до температуры 45 примерно 1150 °C со скоростью примерно 150 °C в час. После поддержания температуры примерно 1150 °C в течение примерно 4-х часов сборку охлаждали почти до температуры, близкой к температуре окружающей среды, со скоростью примерно 200 °C в час.

Разборка сборки показала, что инфильтрант снова полностью инфильтровался в брикет с образованием композиционного материала. Важно отметить, что избыточный 50 инфильтрант не выделялся с поверхности образовавшегося материала. Плотность композиционного материала снова составляла примерно 2,89 г/см³.

Пример 3

Этот пример демонстрирует влияние химического состава на некоторые выбранные

физические свойства композиционного материала, содержащего карбид кремния. Изготавливали два идентичных брикета с использованием материалов и процедур, аналогичных тем, которые подробно описаны в примере 1. В результате последующего пиролиза каждый брикет содержал примерно 70 объемных процентов SiC и примерно 3

массовых процента элементарного углерода.

Инфильтрацию в один из брикетов, образец А, осуществляли в соответствии с составом инфильтранта и режимом термообработки, подробно описанными в примере 1. Инфильтрацию в другой брикет, образец В, осуществляли в соответствии с составом инфильтранта и режимом термообработки, подробно описанными в примере 2. Так, образец А инфильтровали номинально чистым кремнием, а образец В инфильтровали сплавом с номинальным составом Si-50Al. После инфильтрации давали характеристику полученным композиционным материалам, содержавшим SiC. Выбранные свойства приведены в таблице.

Таблица			
Свойство	Тест	Образец А	Образец В
Содержание SiC (об.%)	QIA	73±3	76±2
Плотность (г/см ³)	Погружение в воду	2,97	3,01
Модуль Юнга (ГПа)	Отражение ультразвуковых импульсов	347	302
Коэффициент Пуассона	Отражение ультразвуковых импульсов	0,18	0,20
Прочность на изгиб (МПа)	Изгиб в четырех точках	272±13	305±10
Вязкость разрушения (МПа·м ^{1/2})	Шевронный надрез	3,7±0,3	7,0±0,5
СТЕ, 20-100 °С ((частей на миллион)/К)	ТМА	2,9	4,8
Теплопроводность (Вт/м·К)	Фотовспышка	180	218

Пример 4

Этот пример демонстрирует получение композиционного материала, содержащего карбид кремния и имеющего многокомпонентную фазу инфильтранта, в виде "U-образного канала". В частности, примерно 25 частей жидкости добавляли к 100 частям блочного (регулярного) карбида кремния зеленого под названием КРИСТОН (CRYSTOLON) (поставщик - фирма "Сент-Гобейн/Нортон Индастриэл Керамике, Уорчестер, штат Массачусетс) и 8-ми частям кристаллической фруктозы "КРИСТАР 300" (KRYSTAR 300) (поставщик - фирма "Эй.И. Стейли Мануфэкчуриг Ко." (A.E. Staley Manufacturing Co.), Декатур, штат Иллинойс) для получения суспензии. Вещество в виде макрочастиц карбида кремния состояло из примерно 70 массовых частей вещества "Грейд Эф 240" (средний размер частиц примерно 44 микрона), а остальное до 100 процентов составляло вещество "Грейд Эф 500" (средний размер частиц около 13 микрон). Твердые частицы и жидкости добавляли в пластмассовый кувшин и перемешивали с помощью вальцев в течение 40 часов. Суспензию деаэрировали в вакууме на уровне примерно 760 мм в течение примерно 5 минут. За 15 минут до литьевого формования суспензию подвергали повторному перемешиванию с помощью вальцев для перевода любых осевших макрочастиц во взвешенное состояние.

Графитовую опорную плиту помещали на вибрационный стол. Резиновую форму, имеющую полость желаемого очертания для литья, смачивали поверхностно-активным веществом, состоявшим из 10 массовых процентов средства ДЖОЙ (JOY) для мытья посуды (поставщик - фирма "Проктер энд Гэмбл" (Procter and Gamble), Цин-цинатти, штат Огайо). Смоченную резиновую форму затем помещали на графитовую плиту и давали высохнуть. Суспензию заливали в полость. Прикладывали вибрацию.

После полного осаждения макрочастиц (примерно через 3 часа) вибрацию прекращали. Жидкость, оставшуюся на поверхности отливки, удаляли с помощью губки. Графитовую

плиту и находящуюся на ней отливку в графитовой форме переносили с вибрационного стола в морозилку, поддерживаемую при температуре -15°C . Отливку тщательно замораживали в течение 6-ти часов.

Замороженную отливку, вынутую из морозилки, извлекали из технологической формы и помещали в графитовый подставочный лоток для сушки и бисквитного обжига. Затем графитовый лоток и брикет помещали в печь с атмосферой азота при температуре окружающей среды. Печь запитывали и программировали на нагрев до температуры примерно 40°C за период примерно полчаса, выдерживание температуры примерно 40°C в течение примерно 2-х часов с последующим нагревом до температуры примерно 650°C за период примерно 5 часов, выдерживание при температуре примерно 650°C в течение примерно 2-х часов с последующим охлаждением примерно до температуры окружающей среды за период примерно 5 часов. Брикет, подвергнутый бисквитному обжигу, извлекали из печи и хранили до этапа инфильтрации. Эта операция обжига способствует пиролизу фруктозы, в результате чего получается хорошо связанный брикет, содержащий примерно 2-3 массовых процента углерода.

Вышеупомянутые этапы применяли для получения брикета в виде "стержня" и брикета в виде "U-образного канала". Брикет в виде U-образного канала имел массу примерно 182 г и имел следующие габариты примерно 76 мм в длину, примерно 64 мм в ширину и примерно 38 мм в высоту. Этот брикет состоял из плоского основания и двух плоских стенок, параллельных друг другу и проходящих под прямыми углами к основанию. Толщина основания и каждой из стенок составляла примерно 10 мм. Брикет в виде стержня имел форму прямоугольной призмы и размеры примерно 89 мм в длину, примерно 11 мм в ширину и примерно 3 мм в толщину. Во время инфильтрации этот брикет в виде стержня служил в качестве каналопровода для подвода расплавленного инфильтранта к брикету в виде U-образного канала и внутрь этого брикета.

После этого подготавливали сборку для инфильтрации.

Обращаясь к фиг.1А и 1В, отмечаем, что вещество 11 в виде макрочастиц блочного карбида кремния зеленого под названием КРИСТОЛОН, имеющего средний размер частиц 216 микрон (марки Эф 90, поставщик - фирма "Сент-Гобейн/Нортон Индастриэл Керамике, Уорчестер, штат Массачусетс), засыпали в графитовый лоток 13, имевший площадь примерно 400 мм^2 и высоту примерно 50 мм. Этот материал подстилающего слоя в виде макрочастиц карбида кремния помещали в графитовом лотке так, чтобы его высота у стенок была несколько больше, чем в центре лотка.

Брикет в виде U-образного канала (и, в частности, его часть основания) вводили в контакт со стержнем. Более конкретно, брикет в виде U-образного канала приклеивали к одному концу брикета в виде стержня с помощью суспензии, содержавшей примерно 67 массовых процентов вещества в виде макрочастиц регулярного карбида кремния зеленого КРИСТОЛОН (марки Эф 500, поставщик - фирма "Сент-Гобейн/Нортон Индастриэл Керамике), имеющего средний размер частиц 13 микрон, а остальное до 100 процентов составляла фруктоза КРИСТАР 300 (поставщик - фирма "Эй.И. Стейли Мануфэкчуринг Ко."). После цикла пиролиза для карбонизации фруктозы связанные брикеты помещали в материал подстилающего слоя на основе макрочастиц SiC, причем брикет 12 в виде U-образного канала располагался на большей высоте, а противоположный конец брикета 15 в виде стержня проходил вниз до меньших высот.

Некоторое количество фрагментов 17 материала инфильтранта, который содержал примерно 68 массовых процентов кремния и в котором остальное до 100 массовых процентов составлял чистый алюминий, и имевшего суммарную массу примерно 62 грамма, помещали у подножия брикета в виде стержня, на меньшей высоте. Дополнительное вещество в виде макрочастиц SiC марки Эф 90 располагали в кольце 19 вокруг скопления материала 17 инфильтранта, чтобы способствовать ограничению его распространения сразу же после плавления последнего. Затем графитовый лоток вместе с его содержимым помещали в большой графитовый контейнер (например, в "лодочку"), имеющий негерметично закрывающуюся графитовую крышку, завершая таким образом

формирование сборки.

Эту сборку помещали в вакуумную печь. Из нагревательной камеры откачивали воздух до достижения давления ниже 100 миллиторр с помощью механического низковакуумного насоса. Затем камеру вместе с ее содержимым нагревали от температуры примерно 40°C до температуры примерно 1100°C за период примерно 5 часов, потом поддерживали примерно при 1100°C в течение примерно 1-го часа, а затем нагревали примерно до 1270 °C примерно за 1 час, после чего поддерживали примерно при 1270°C в течение примерно 4-х часов, а потом охлаждали примерно до 40°C примерно за 6 часов.

После завершения этого режима нагрева лодочку и ее содержимое извлекали из вакуумной печи. Сплав кремния и алюминия оказался расплавленным, инфильтрованным через брикет в виде стержня в брикет в виде U-образного канала с образованием плотного композиционного материала, содержащего карбид кремния. Хотя стержень был связан с U-образным каналом и его приходилось удалять путем вырезания алмазной пилой, инфильтрация сплава в брикеты оказалась хорошо регулируемой. В частности, не было ни инфильтрации в материал подстилающего слоя, содержащего SiC, ни просачивания избыточного сплава (в виде капель или в ином виде) с поверхностей брикетов, подвергнутых инфильтрации.

Пример 5

Этот пример демонстрирует изготовление опорной стойки воздушного подшипника из композиционного материала, содержащего карбид кремния, имеющего многокомпонентную фазу инфильтранта. Этот пример также демонстрирует изготовление относительно крупного тела из композиционного материала.

Заготовку (брикет) опорной стойки воздушного подшипника изготавливали из двух продольных секций с использованием, по существу, той же суспензии для седиментационного литья, которая описана в примере 4. После седиментационного литья и замораживания половины заготовки сушили до достижения температуры примерно 150°C, осторожно управляя нагревом до этой температуры, чтобы избежать растрескивания деталей из-за возможного избыточного образования водяного пара. Затем половины заготовки подвергали дополнительной термообработке в атмосфере азота, по существу, в соответствии с режимом нагрева, описанным в примере 4 для пиролиза фруктозного связующего с получением углерода. Затем заготовки можно было подвергать черновой обработке на станке.

После черновой обработки на станке секции склеивали друг с другом с помощью суспензии, содержащей примерно 67 массовых процентов вещества в виде макрочастиц регулярного карбида кремния зеленого под названием КРИСТОЛОН (марки Эф 500, поставщик - фирма "Сент-Гобейн/Нортон Индастриэл Керамике), имеющего средний размер частиц 13 микрон, а остальное до 100 процентов составляла фруктоза КРИСТАР 300 (поставщик - фирма "Эй.И. Стейли Мануфэкчуринг Ко."). Эту суспензию перемешивали в течение примерно 4-х часов, а затем подвергали деаэрации. На сопрягаемые поверхности заготовок напыляли покрытие в виде лака КРИЛОН (KRHYLON) (поставщик - фирма "Борден, Инк." (Borden, Inc.), Коламбус, штат Огайо) для некоторого уменьшения водопоглощения во время операции склеивания. Суспензию подавали на одну из поверхностей, а половины заготовки смыкали друг с другом под высоким давлением. Потом сочлененную заготовку снова помещали в сушильную печь с температурой 150°C для затвердевания фруктозы в области стыка. После незначительной черновой механической обработки по линии склеивания заготовка для воздушного подшипника имела приблизительные размеры примерно 511 мм в длину, примерно 34 мм в ширину и примерно 70 мм высоту, а также имела массу примерно 2145 г.

После этого подготавливали сборку. В частности, вещество в виде макрочастиц регулярного карбида кремния зеленого под названием КРИСТОЛОН, имеющего средний размер частиц примерно 216 микрон (марки Эф 90, которая поставляется фирмой "Сент-Гобейн/Нортон Индастриэл Керамике, Уорчестер, штат Массачусетс), засыпали в графитовый лоток, имевший длину 790 мм, ширину 230 мм и высоту примерно 50 мм, а

также выравнивали для образования материала подстилающего слоя. На этот материал подстилающего слоя помещали заготовку для воздушного подшипника. Рядом помещали примерно 836 г сплава инфильтранта, содержащего примерно 68 массовых процентов кремния, а остальное до 100 массовых процентов составлял, по существу, чистый алюминий. После этого графитовый лоток ставили в более крупный графитовый сосуд, имеющий негерметично закрывающуюся графитовую крышку, завершая подготовку сборки.

Эту сборку, которая имела размеры, составлявшие примерно 850 мм в длину, примерно 290 мм в ширину и примерно 240 мм в высоту, затем помещали в вакуумную печь и подвергали термообработке, по существу, таким же образом, как в примере 4, за исключением того, что температуру поддерживали на уровне примерно 1270°C в течение примерно 6-ти часов, а не в течение примерно 4-х часов.

После извлечения сборки из вакуумной печи и последующей термообработки было отмечено, что инфильтрант в виде сплава оказался расплавленным, протек сквозь материал подстилающего слоя, представлявший собой вещество в виде макрочастиц карбида кремния (но не внедрился в этот материал), и инфильтровался в заготовку с получением опорной стойки воздушного подшипника. Хотя остаточный материал сплава и оказался прилипшим к воздушному подшипнику в точке первоначального контакта, другие поверхности опорной стойки точно отражали поверхности исходной заготовки, а на поверхности не было следов сочащегося или иным образом скапливающегося материала инфильтранта.

Пример 6

Опорную стойку воздушного подшипника, имевшую в плане вид квадрата со стороной примерно 120 мм и высоту примерно 19 мм, изготавливали, по существу так же, как описано в примере 5, за тем исключением, что не осуществляли связывание (склеивание) двух деталей до тех пор, пока не проходила инфильтрация каждой детали сплавом кремния и алюминия, чтобы сформировать деталь из композиционного материала на основе реакционно связанного карбида кремния.

Из двух деталей, подвергавшихся инфильтрации, на фиг.2 показана та, которая имеет более сложную форму.

Примеры 4-6 демонстрируют, что с помощью применяемого в настоящем изобретении способа реактивной инфильтрации можно получить профилированную деталь из композиционного материала, содержащего карбид кремния, причем готовое тело из композиционного материала в точности повторяет форму и поверхности исходной заготовки.

Сравнительный пример 1

По существу, повторно применяли материалы и методы из примера 2, за исключением того, что вместо добавления кукурузного сиропа и прессования заготовки проникаемая масса состояла только из рыхлой массы макрочастиц карбида кремния. Хотя сплав Si-50Al расплавился и покрыл поверхность вещества в виде макрочастиц карбида кремния, инфильтрации не было.

Сравнительный пример 2

По существу, повторяли пример 2, за исключением того, что вместо добавления примерно 15 массовых процентов кукурузного сиропа в материал наполнителя в виде макрочастиц карбида кремния, добавляли примерно 1 массовый процент акриловой смолы ЭЛВАЦИТ (ELVACIT) (поставщик - фирма "Дюпон Со." (DuPont Co.), Уилмингтон, штат Делавэр). На этапе нагрева брикета перед этапом инфильтрации удаляли примерно 99,1 процента смолы. И в этом случае инфильтрации не было.

Сравнительный пример 3

По существу, повторяли пример 2, за исключением того, что вместо добавления примерно 15 массовых процентов кукурузного сиропа в материал наполнителя в виде макрочастиц карбида кремния примешивали в макрочастицы примерно 3 массовых процента графитового порошка марки Кей-Эс-6 (KS-6) (поставщик - фирма "Лонза, Инк." (Lonza, Inc.), Фейрлавн, штат Нью-Джерси). Хотя при более высокой температуре и могла

произойти инфильтрация, при поддерживаемой рабочей температуре примерно 1150 °С инфильтрация сплава Si-50Al в рыхлую массу смеси не происходила.

Сравнительный пример 4

По существу, повторяли пример 1 за исключением того, что вместо окружающей среды
5 вакуума использовали атмосферу технически чистого проточного газообразного аргона. Некоторые области заготовки не были инфильтрованы материалом сплава. Помимо этого, те области, которые были инфильтрованы, оказались пористыми и неоднородными.

Промышленная применимость

Обнаружено, что способы и составы согласно настоящему изобретению оказываются
10 полезными в приложениях, где требуются высокая удельная жесткость, низкий коэффициент температурного расширения, высокая твердость, высокая теплопроводность и/или высокая износостойкость. Поэтому, помимо других приложений, композиционные материалы, содержащие карбид кремния и соответствующие настоящему изобретению, представляют интерес в отраслях промышленности, связанных с прецизионным
15 оборудованием, робототехникой, станками и инструментом, броней, упаковочной тарой для электронных приборов и приборами управлением температурой, а также с производством полупроводников. Предлагаемые композиционные материалы, содержащие карбид кремния, являются материалами-кандидатами для конструктивных элементов, важной характеристикой которых является износ. Конкретные технологические изделия,
20 охватываемые настоящим изобретением, включают в себя устройства для манипуляций с полупроводниковыми пластинами, вакуумные держатели, электростатические держатели, корпуса или опорные стойки воздушных подшипников, упаковочную тару и подложки для электронных приборов, порталы и станины станков, подложки зеркал и подставки для дисплея с плоским экраном.
25 Обычный специалист в данной области техники легко поймет, что возможны различные модификации настоящего изобретения в рамках объема притязаний формулы изобретения, приводимой ниже.

Формула изобретения

30 1. Способ получения композиционного материала, содержащего карбид кремния, заключающийся в том, что
обеспечивают проникаемую массу, содержащую, по меньшей мере, один материал наполнителя и не более чем примерно 10 мас.% углерода, облегчающего инфильтрацию, причем указанный материал наполнителя представлен, по меньшей мере, в одной форме,
35 выбранной из группы, состоящей из частиц, пластинок, хлопьев и полых сфер, а указанная проникаемая масса имеет объемную плотность, по меньшей мере, 61% от теоретической;
обеспечивают опирание, по меньшей мере, одной поверхности упомянутой проникаемой массы на материал подстилающего слоя, содержащий карбид кремния, и не содержащий свободный углерод,
40 обеспечивают материал инфильтрата, содержащий кремний и, по меньшей мере, один металл или полуметалл, отличный от кремния,
нагревают упомянутый материал инфильтрата до температуры, превышающей температуру ликвидуса упомянутого материала инфильтрата и не превышающей температуру примерно 1400°C, для образования расплавленного материала инфильтрата,
45 вводят упомянутый расплавленный материал инфильтрата в контакт с упомянутой проникаемой массой,
осуществляют инфильтрацию упомянутого расплавленного материала инфильтрата в упомянутую проникаемую массу и обеспечивают реакцию, по меньшей мере, части упомянутого кремния, по меньшей мере, с частью упомянутого углерода для образования
50 композиционного материала, содержащего карбид кремния, упомянутый, по меньшей мере, один материал наполнителя и остаточный материал инфильтрата, содержащий кремний и, по меньшей мере, один металл или полуметалл, отличный от кремния, причем упомянутый остаточный материал инфильтрата имеет химический состав, который испытывает

объемное изменение при затвердевании, не превышающее примерно +7 об.%.

2. Способ по п.1, в котором упомянутая проникаемая масса представляет собой брикет.

3. Способ по п.1, в котором упомянутый материал наполнителя содержит тела, размер которых находится в диапазоне от субмикронного до составляющего несколько миллиметров.

4. Способ по п.1, в котором используют упомянутый углерод в форме покрытия, по меньшей мере, на части упомянутого материала наполнителя.

5. Способ по п.1, в котором образуют упомянутый углерод путем введения смолы на основе сахара в упомянутую проникаемую массу и термического разложения этой смолы в неокислительной атмосфере.

6. Способ по п.1, в котором упомянутый металл содержит, по меньшей мере, один элемент, выбранный из группы, состоящей из Al, Cu, Sn, Zn.

7. Способ по п.1, в котором дополнительно обеспечивают опирание, по меньшей мере, одной поверхности упомянутой проникаемой массы на материал подстилающего слоя, который является, по существу, неинфильтруемым в рабочих условиях, и продолжают упомянутую инфильтрацию расплавленного материала инфильтрата в упомянутую проникаемую массу до тех пор, пока упомянутый расплавленный материал инфильтрата внутри упомянутой проникаемой массы контактирует с упомянутым материалом подстилающего слоя, причем упомянутый материал подстилающего слоя препятствует дальнейшей инфильтрации упомянутого инфильтрата в упомянутый материал подстилающего слоя, определяя таким образом степень упомянутой инфильтрации.

8. Способ по п.1, в котором упомянутый материал инфильтрата нагревают до температуры, по меньшей мере, примерно 800°C.

9. Способ по п.1, в котором упомянутую инфильтрацию осуществляют в неокислительной окружающей среде.

10. Способ по п.1, в котором упомянутую инфильтрацию осуществляют в вакууме.

11. Способ по п.1, в котором упомянутый остаточный материал инфильтрата испытывает объемное изменение при затвердевании, находящееся в диапазоне от примерно -2 до примерно +4 процентов.

12. Способ по п.1, в котором упомянутый материал инфильтрата содержит, по меньшей мере, примерно 10 об.% упомянутого кремния.

13. Способ по п.1, в котором упомянутый, по меньшей мере, один материал наполнителя содержит вещество, выбранное из группы, состоящей из карбидов, боридов, нитридов и оксидов.

14. Способ по п.1, в котором упомянутый, по меньшей мере, один материал наполнителя содержит карбид, выбранный из группы, состоящей из SiC, B₄C, TiC и WC.

15. Способ по п.1, в котором упомянутая проникаемая масса содержит не более чем примерно 5 мас.% упомянутого углерода, облегчающего инфильтрацию.

16. Способ по п.7, в котором упомянутый материал подстилающего слоя представляет собой SiC.

17. Способ получения композиционного материала, содержащего карбид кремния, заключающийся в том, что

обеспечивают проникаемую массу, содержащую, по меньшей мере, около 1 мас.% свободного углерода,

обеспечивают опирание, по меньшей мере, одной поверхности упомянутой проникаемой массы на материал подстилающего слоя, содержащий карбид кремния, и не содержащий свободный углерод,

обеспечивают мультикомпонентный материал инфильтрата, содержащий кремний, и, по меньшей мере, один не кремниевый компонент,

нагревают упомянутый материал инфильтрата до температуры, превышающей температуру ликвидуса упомянутого материала инфильтрата, для образования расплавленного материала инфильтрата,

вводят упомянутый расплавленный материал инфильтрата в контакт с упомянутой

проницаемой массой,

осуществляют инфильтрацию упомянутого расплавленного материала инфильтрата в упомянутую проницаемую массу и взаимодействие, по меньшей мере, части указанного кремния с, по меньшей мере, частью указанного свободного углерода указанной

5 проницаемой массы для образования композиционного материала, содержащего, по меньшей мере, некоторое количество карбида кремния, полученного in-situ, и

продолжают упомянутую инфильтрацию до тех пор, пока упомянутый расплавленный материал инфильтрата контактирует с упомянутым материалом подстилающего слоя, причем упомянутый материал подстилающего слоя препятствует инфильтрации в

10 упомянутый материал подстилающего слоя, определяя, таким образом, степень упомянутой инфильтрации.

18. Способ по п.17, в котором упомянутая проницаемая масса содержит, по меньшей мере, один материал наполнителя.

15 19. Способ по п.17, в котором упомянутый материал инфильтрата содержит кремний и алюминий.

20. Способ по п.17, в котором упомянутую инфильтрацию осуществляют при температуре, находящейся в диапазоне от примерно 800°C до примерно 1800°C.

21. Способ по п.17, в котором упомянутый инфильтрат содержит, по меньшей мере, примерно 10 мас.% упомянутого кремния.

20 22. Способ по п.17, в котором упомянутый материал подстилающего слоя представляет собой рыхлую массу керамического вещества в виде частиц.

23. Композиционный материал, содержащий

основную фазу, содержащую карбид кремния во взаимосвязанной форме;

остаточный материал инфильтрующего сплава, распределенный по всей упомянутой

25 основной фазе, причем упомянутый остаточный материал инфильтрующего сплава содержит кремний и, по меньшей мере, один иной компонент, при этом упомянутый остаточный материал инфильтрующего сплава обладает свойством изменения размеров при затвердевании на величину, которая не превышает примерно +7 об.%, причем указанный материал инфильтрующего сплава имеет температуру ликвидуса не более чем

30 примерно 1412°C; и

по меньшей мере, 59 об.%, по меньшей мере, одного материала наполнителя распределены по всей упомянутой основной фазе, причем упомянутый материал наполнителя представлен в основном, по меньшей мере, в одной форме, выбранной из группы, состоящей из частиц, пластинок, хлопьев и полых сфер, причем указанный

35 композиционный материал получен способом, включающим:

обеспечение проницаемой массы, содержащей, по меньшей мере, один материал наполнителя и не более чем примерно 10 мас.% углерода, облегчающего инфильтрацию, причем указанный материал наполнителя и указанный углерод составляют, по меньшей мере, 61 об.% указанного брикета;

40 обеспечение материала инфильтрата, содержащего кремний и, по меньшей мере, один металл или полуметалл, отличный от кремния;

нагревание упомянутого материала инфильтрата до температуры, превышающей температуру ликвидуса упомянутого материала инфильтрата и не превышающей температуру примерно 1400°C, для образования расплавленного материала инфильтрата;

45 введение упомянутого расплавленного материала инфильтрата в контакт с упомянутой проницаемой массой;

инфильтрацию упомянутого расплавленного материала инфильтрата в упомянутую проницаемую массу и обеспечение взаимодействия, по меньшей мере, части упомянутого кремния, по меньшей мере, с частью упомянутого углерода для образования

50 композиционного материала; и

охлаждение до затвердевания указанного остаточного материала инфильтрата.

24. Композиционный материал по п.23, в котором упомянутый сплав подвержен объемному изменению размеров при затвердевании, находящемуся в диапазоне от

примерно -1 процента до примерно + 3 процентов.

25. Композиционный материал по п.23, в котором упомянутый сплав содержит от примерно 40 мас.% до примерно 60 мас.% упомянутого кремния.

26. Композиционный материал по п.23, в котором упомянутый, по меньшей мере, один материал наполнителя представляет собой SiC.

27. Композиционный материал по п.23, в котором упомянутый сплав содержит, по меньшей мере, 10 об.%, по меньшей мере, одного металла, выбранного из группы, состоящей из алюминия, цинка, олова и меди.

28. Производственное изделие, полученное по способу, охарактеризованному в п.17, выбранное из группы, состоящей из составной части устройства для манипуляций с полупроводниковыми пластинами, опорной стойки воздушного подшипника, подложки зеркала, ступени зеркала, держателя полупроводниковых пластин, портала станка, станины станка и подставки для дисплея с плоским экраном, содержащее

матричную фазу, содержащую карбид кремния и сплав, распределенный по всему упомянутому карбиду кремния, причем упомянутый сплав содержит кремний и, по меньшей мере, 10 об.%, по меньшей мере, одного металла, выбранного из группы, состоящей из алюминия, цинка и меди, и

материал наполнителя, содержащий, по меньшей мере, 59 об.%, по меньшей мере одного материала наполнителя, распределенного по всей упомянутой матрице.

29. Изделие по п.28, в котором упомянутый, по меньшей мере, один материал наполнителя имеет морфологию, выбранную из группы, состоящей из частиц, волокон, пластинок, хлопьев и сетчатых структур.

30. Изделие по п.28, в котором упомянутый композиционный материал содержит от примерно 10 об.% до примерно 90 об.% упомянутого наполнителя.

31. Изделие по п.28, в котором упомянутый сплав характеризуется объемным изменением при затвердевании в диапазоне от примерно -5 процентов до примерно +7 процентов.

32. Изделие по п.28, в котором упомянутый карбид кремния, по меньшей мере, частично взаимосвязан.

33. Изделие по п.28, в котором упомянутый карбид кремния получен с помощью процесса реактивной инфильтрации.

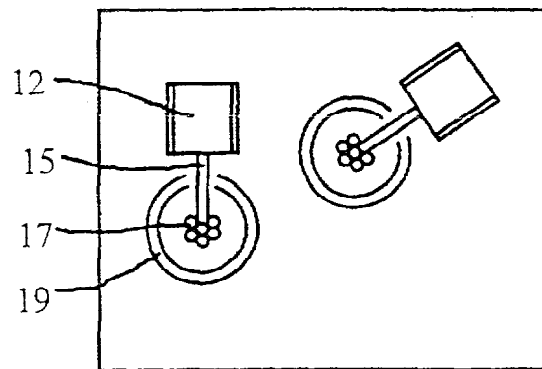
34. Изделие по п.28, в котором упомянутый остаточный компонент инфильтрата содержит, по меньшей мере, 40 мас.% упомянутого кремния.

35. Производственное изделие, полученное по способу, охарактеризованному в п.17, и выбранное из группы, состоящей из упаковочной тары для электронных приборов и подложки для электронных приборов, содержащее

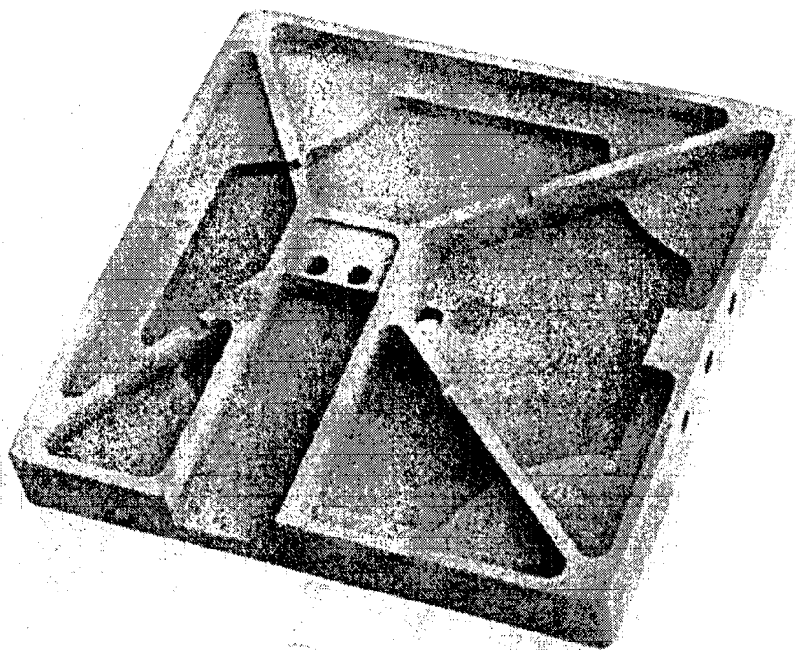
композиционный материал, содержащий

матричную фазу, содержащую карбид кремния и сплав, распределенный по всему упомянутому карбиду кремния, причем упомянутый сплав содержит, по меньшей мере, 40% по массе кремния и, по меньшей мере, 10 об.%, по меньшей мере, одного металла, выбранного из группы, состоящей из алюминия, цинка и меди; и

материал наполнителя, содержащий, по меньшей мере, 59 об.%, по меньшей мере, одного материала наполнителя, распределенного по всей упомянутой матрице.



Фиг.1В



Фиг.2