

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **046668**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2024.04.08

(21) Номер заявки
201990099

(22) Дата подачи заявки
2017.06.23

(51) Int. Cl. **C04B 35/58** (2006.01)
C04B 35/52 (2006.01)
C04B 35/83 (2006.01)
C04B 35/634 (2006.01)

(54) СИСТЕМЫ И СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ И КЕРАМИЧЕСКИХ ПРОДУКТОВ

(31) 62/353,880

(32) 2016.06.23

(33) US

(43) 2019.05.31

(86) PCT/US2017/039048

(87) WO 2017/223481 2017.12.28

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
АЛКОА ЮЭсЭй КОРП. (US)

(72) Изобретатель:
МакМиллен Джеймс К., Суортс
Ланс М., Моссер Бенджамин Д. (US)

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(56) US-A1-20110104033
US-A-4275026
WO-A1-1996014268
US-A-3013862

(57) Предлагаются системы и способы получения керамических порошков. В некоторых вариантах осуществления способ получения керамического порошка включает: добавление достаточного количества добавок к совокупности реагентов, чтобы образовать смесь-предшественник, которая, если ее привести в карботермическую реакцию, образует керамический порошок, причем добавка включает по меньшей мере одно из следующих веществ: оксид, соль, чистый металл или сплав элементов с атомными номерами от 21 до 30, от 39 до 51 и от 57 до 77 и их комбинации; и карботермическую реакцию смеси-предшественника с образованием керамического порошка, причем керамический порошок имеет: а) морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и б) гранулометрический состав, выбранный из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций.

B1

046668

046668

B1

Перекрестная ссылка на родственную заявку

Настоящая заявка испрашивает приоритет предварительной заявки на патент США, рег. номер 62/353880 от 23 июня 2016, содержание которой введено в настоящий документ ссылкой во всей полноте.

Область техники, к которой относится изобретение

В широком смысле изобретение относится к системам и способам получения керамических материалов. Более конкретно, настоящее изобретение относится к различным синтезированным карботермическим способом керамическим порошкам на основе боридов различных металлов для целенаправленного установления конкретных характеристик и/или свойств порошкового продукта (т.е. форма частиц, гранулометрический состав).

Предпосылки создания изобретения

Способ карботермического синтеза позволяет получать керамические порошки из различных боридов металлов. Порошок может применяться в качестве конечного продукта или перерабатываться в конечные керамические продукты для широкого круга применений.

Сущность изобретения

В некоторых вариантах осуществления предлагается способ, включающий: добавление достаточного количества добавок к совокупности реагентов, чтобы образовать такую смесь-предшественник, которая, если ее привести в карботермическую реакцию, образует керамический порошок, причем добавка включает по меньшей мере одно из следующих веществ: оксид, соль, чистый металл или сплав элементов с атомными номерами от 21 до 30, от 39 до 51 и от 57 до 77 и их комбинации; и карботермическую реакцию смеси-предшественника с образованием керамического порошка, причем керамический порошок имеет: а) морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и б) гранулометрический состав, выбранный из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций.

В некоторых вариантах осуществления достаточное количество добавки составляет менее 0,75 вес.% от полного веса керамического порошка.

В некоторых вариантах осуществления способ дополнительно включает: удаление нежелательного побочного продукта карботермической реакции путем воздействия на смесь-предшественник потока технологического газа на стадии карботермической реакции.

В некоторых вариантах осуществления воздействие на смесь-предшественник включает, кроме того: направление потока технологического газа через смесь-предшественник на стадии карботермической реакции.

В некоторых вариантах осуществления технологический газ выбран из группы, состоящей из благородного газа, водорода и их комбинации.

В некоторых вариантах осуществления керамический порошок содержит металл-боридную керамику.

В некоторых вариантах осуществления смесь-предшественник содержит некоторое количество оксида, содержащего источник титана, некоторое количество источника углерода и некоторое количество источника бора.

В некоторых вариантах осуществления оксид составляет от 20 весовых процентов (вес.%) до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления источник углерода присутствует в смеси-предшественнике в количестве от 10 вес.% до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления источник углерода содержит графит.

В некоторых вариантах осуществления источник бора присутствует в смеси-предшественнике в количестве от 30 вес.% до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления керамический порошок содержит диборид титана.

В некоторых вариантах осуществления достаточное количество добавки в 0,7 вес.%, включая 0,2 вес.% Fe и 0,5 вес.% Cr, обеспечивает морфологию TiB_2 с тонкозернистым гранулометрическим составом равноосных зерен.

В некоторых вариантах осуществления достаточное количество добавки в 0,4 вес.%, включая 0,2 вес.% Fe и 0,2 вес.% S, обеспечивает морфологию TiB_2 с крупнозернистым гранулометрическим составом пластинчатых зерен.

В некоторых вариантах осуществления достаточное количество добавки в 0,26 вес.%, включающей Fe, Ni, Co и W, обеспечивает морфологию TiB_2 с тонкозернистым гранулометрическим составом зерен неправильной формы.

В некоторых вариантах осуществления достаточное количество добавки с 4 вес.% S обеспечивает морфологию TiB_2 с крупнозернистым гранулометрическим составом равноосных зерен.

В некоторых вариантах осуществления предлагается способ, включающий: добавление достаточного количества добавок к совокупности реагентов, чтобы образовать такую смесь-предшественник, чтобы когда смесь-предшественник приводят в карботермическую реакцию, она образовывала порошок керамики, причем совокупность реагентов содержит первое количество восстановителя; второе количество реагента, и причем добавка включает по меньшей мере одно из следующих веществ: оксид, соль, чистый металл или сплав элементов с атомными номерами от 21 до 30, от 39 до 51 и от 57 до 77 и их комбинации.

ции; и карботермическую реакцию смеси-предшественника с образованием керамического порошка, причем керамический порошок имеет: а) морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и б) гранулометрический состав, выбранный из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций.

В некоторых вариантах осуществления достаточное количество добавки составляет менее 0,75 вес.% от полного веса керамического порошка.

В некоторых вариантах осуществления способ дополнительно включает: удаление нежелательного побочного продукта карботермической реакции путем воздействия на смесь-предшественник потока технологического газа на стадии карботермической реакции.

В некоторых вариантах осуществления воздействия на смесь-предшественник включает, кроме того: направление потока технологического газа через смесь-предшественник на стадии карботермической реакции.

Краткое описание чертежей

Варианты осуществления настоящего изобретения, кратко охарактеризованные выше и подробнее обсуждаемое далее, легче понять, если обратиться к иллюстративным вариантам осуществления изобретения, изображенным на прилагаемых чертежах. Однако следует отметить, что прилагаемые чертежи иллюстрируют только типичные варианты осуществления изобретения и, таким образом, не должны рассматриваться как ограничивающие его объем, поскольку изобретение допускает и другие, в равной степени эффективные, варианты осуществления.

Фиг. 1 показывает вариант осуществления керамического порошка, имеющего нерегулярную морфологию в соответствии с одним вариантом осуществления настоящего изобретения. Фиг. 1 является снимком в сканирующий электронный микроскоп ("СЭМ"), снятым при увеличении 2500X на приборе Aspx Instruments, модель PSEM II, в режиме обратного рассеяния электронов.

Фиг. 2 показывает вариант осуществления керамического порошка, имеющего морфологию равноосного порошка в соответствии с одним вариантом осуществления настоящего изобретения. Фиг. 2 является СЭМ-снимком, снятым при увеличении 2500X на приборе Aspx Instruments, модель PSEM II, в режиме обратного рассеяния электронов.

Фиг. 3 показывает вариант осуществления керамического порошка, имеющего морфологию пластинчатого порошка согласно настоящему изобретению. Фиг. 3 является СЭМ-снимком, снятым при увеличении 2500X на приборе Aspx Instruments, модель PSEM II, в режиме обратного рассеяния электронов.

Фиг. 3А является схематическим изображением одного варианта осуществления настоящего изобретения, показывающим количественное определение характеристического коэффициента формы керамического порошка или коэффициентов формы, связанных с частицей (например, керамического порошкового продукта), означающих отношение нескольких размеров частицы. Как показано на фиг. 3А, коэффициенты формы, относящиеся к показанной частице, включают отношение размеров частицы по оси x, y и z.

Фиг. 4 является графиком, показывающим зависимость объемной доли (об.%) от размера (микронметры) для трех разных гранулометрических составов согласно настоящему изобретению: мелкие, промежуточные и крупные частицы. Из графика и прилагаемой таблицы видно, что каждый гранулометрический состав содержит точки, нанесенные на графике для значений D10, D50 и D90, так что каждый гранулометрический состав изображен в виде кривых, причем на фигуре 4 легко видно разное расположение кривых, высоту и ширину соответствующих кривых для разных гранулометрических составов согласно настоящему изобретению.

На фиг. 5 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав содержит преимущественно мелкие зерна неправильной формы с включением небольшой доли крупных пластинчатых зерен. Фиг. 5 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 10", приведенного в табл. 2.

На фиг. 6 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с мелкими зернами неправильной формы. Фиг. 6 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 7", указанному в табл. 2.

На фиг. 7 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с пластинчатыми зернами малого и промежуточного размера. Фиг. 7 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 13", указанному в табл. 2.

На фиг. 8 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав содержит преимущественно мелкие зерна неправильной формы с включением небольшой доли пластинчатых зерен промежуточного размера. Фиг. 8 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 5", указанному в табл. 2.

На фиг. 9 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно

настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с крупными равноосными зёрнами. Фиг. 9 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 24", указанному в табл. 2.

На фиг. 10 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с крупными пластинчатыми зёрнами. Фиг. 10 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 28", указанному в табл. 2.

На фиг. 11 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав содержит преимущественно мелкие зёрна неправильной формы с включение небольшой доли крупных пластинчатых зёрен. Фиг. 11 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 16", указанному в табл. 2.

На фиг. 12 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с равноосными зёрнами промежуточного размера и пластинчатые зёрна промежуточного размера. Фиг. 12 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 22", указанному в табл. 2.

На фиг. 13 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с крупными пластинчатыми зёрнами. Фиг. 13 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 29", указанному в табл. 2.

На фиг. 14 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с преимущественно мелкими зёрнами неправильной формы и небольшой концентрацией мелких равноосных и крупных пластинчатых зёрен. Фиг. 14 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 16", указанному в табл. 2.

На фиг. 15 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с мелкими равноосными зёрнами и пластинчатыми зёрнами промежуточного размера. Фиг. 15 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 20", указанному в табл. 2.

На фиг. 16 приведен СЭМ-снимок одного варианта осуществления керамического порошка согласно настоящему изобретению: порошок из керамики TiB_2 , имеющий следующую морфологию: гранулометрический состав с крупными пластинчатыми зёрнами. Фиг. 16 соответствует керамическому порошковому материалу, полученному по примеру " TiB_2 тип 29", указанному в табл. 2.

Фиг. 17 показывает схему различных технологических маршрутов для получения керамического порошка из TiB_2 с разными морфологиями, в соответствии с различными вариантами осуществления настоящего изобретения, базирующихся на данных, полученных в настольной печи и сведенных в табл. 2.

Фиг. 18 показывает схему одного варианта осуществления способа по настоящему изобретению, включающему: приготовление керамического порошкового продукта, имеющего особую морфологию, в целях создания керамической детали из керамического порошка с применением технологий производства керамики (например, горячее прессование, спекание без приложения давления и/или горячее изостатическое прессование). В некоторых вариантах осуществления керамический порошок сразу после реакции еще имеет монолитную и/или полумонолитную форму в зависимости от конфигурации смеси-предшественника, так что на керамическом порошковом продукте перед его дальнейшей обработкой осуществляют стадию деагломерации. В некоторых вариантах осуществления формование включает формование неспеченной формы (которую, например, затем обрабатывают дальше, чтобы получить конечный керамический продукт).

Фиг. 19 показывает блок-схему способа получения керамических порошков в соответствии с некоторыми вариантами осуществления настоящего изобретения.

Чтобы облегчить понимание, для обозначения идентичных элементов, которые являются общими для фигур, по возможности использовали одинаковые численные позиции. Фигуры выполнены без соблюдения масштаба и могли быть упрощены для ясности. Предполагается, что элементы и признаки одного варианта осуществления можно с успехом ввести в другие варианты осуществления без повторного перечисления.

Подробное описание

Далее настоящее изобретение будет описано подробнее с обращением к прилагаемым чертежам, на которых близкие структуры снабжены одинаковыми числовыми позициями на нескольких видах. Чертежи не обязательно выполнены в масштабе, вместо этого упор сделан на иллюстрации принципов настоящего изобретения. Кроме того, некоторые признаки могут быть преувеличены, чтобы показать детали конкретных компонентов.

Фигуры являются частью настоящего описания и включают иллюстративные варианты осуществ-

ления настоящего изобретения и показывают его различные объекты и их особенности. Далее, фигуры не обязательно выполнены в масштабе, некоторые признаки могут быть преувеличены, чтобы показать детали конкретных компонентов. Кроме того, любые измерения, спецификации и т.п., показанные на фигурах, предназначены для иллюстрации, но не ограничения. Таким образом, раскрытые в настоящем документе конкретные структурные и функциональные детали следует интерпретировать не как ограничивающие, а просто как репрезентативный базис, чтобы научить специалиста по-разному применять настоящее изобретение.

Помимо описанных преимуществ и усовершенствований, из следующего описания в сочетании с прилагаемыми фигурами выявятся и другие объекты и преимущества настоящего изобретения. В настоящем документе подробно описываются варианты осуществления настоящего изобретения, однако, следует понимать, что описанные варианты просто иллюстрируют изобретение, которое может быть воплощено в различных формах. Кроме того, каждый из примеров дается в связи с различными вариантами осуществления изобретения, которые предназначены для иллюстрации, но не ограничения.

Во всем описании и формуле следующие выражения, если контекст явно не диктует иное, имеют значения, однозначно связанные с настоящим документом. Используемые здесь выражения "в одном варианте осуществления" и "в некоторых вариантах осуществления" не обязательно относятся к одним и тем же вариантам, хотя могут. Кроме того, выражения "в другом варианте осуществления" и "в некоторых других вариантах осуществления", как они используются здесь, не обязательно относятся к разным вариантам осуществления, хотя могут. Таким образом, как описывается ниже, различные варианты осуществления изобретения можно легко комбинировать, не выходя за объем или сущность изобретения.

Кроме того, используемое здесь слово "или" является логическим элементом "включающее или" и, если контекст явно не диктует иное, эквивалентно выражению "и/или". Термин "на основе" не является исключительным и допускает, если контекст явно не диктует иное, наличие в основе дополнительных, не описанных факторов. Кроме того, во всем описании форма единственного числа не исключает множественность. Предлог "в" включает значения "в" и "на".

Использующийся в настоящем документе термин "нерегулярная" морфология порошка означает, что зерна порошка являются угловатыми и не имеют конкретной формы. Снимок в сканирующий электронный микроскоп ("СЭМ") "нерегулярной" морфологии порошка, снятый при увеличении 2500X на приборе Aspx Instruments, модель PSEM II, в режиме обратного рассеяния электронов, показан на фиг. 1.

Использующийся в настоящем документе термин "равноосная" морфология порошка означает, что зерна порошка имеют форму с толщиной, равно или почти равной ширине и длине. В некоторых вариантах осуществления зерна порошка равноосной морфологии имеют аспектное отношение примерно 1:1:1. СЭМ-снимок "равноосной" морфологии порошка, снятый при увеличении 2500X на приборе Aspx Instruments, модель PSEM II, в режиме обратного рассеяния электронов, показан на фиг. 2.

Использующийся в настоящем документе термин "пластинчатая" морфология порошка означает, что зерна порошка имеют форму, в которой один размер намного меньше, чем другие размеры зерен порошка. СЭМ-снимок "пластинчатой" морфологии порошка, снятый при увеличении 2500X на приборе Aspx Instruments, модель PSEM II, в режиме обратного рассеяния электронов, показан на фиг. 3.

Использующийся в настоящем документе термин "коэффициенты формы" в сочетании с частицей означает отношение нескольких размеров частицы. Например, коэффициенты формы, связанные с частицей, показанной на фиг. 3А, включают отношение размеров частицы по оси x, y и z. Коэффициенты формы, связанные с СЭМ-снимками, показанными на фиг. 1, 2, и 3, детализируются ниже.

фигура	X	Y	Z
1	1	1	1
2	10	1	1
3	5	5	3
3	10	10	1

Как видно из табл. 1, порошок может содержать частицы с целым рядом коэффициентов формы.

Используемое здесь выражение "тонкозернистый" гранулометрический состав означает, что медианный размер зерен порошка (D50) меньше 3 микрон. Один неограничивающий пример "тонкозернистого" гранулометрического состава показан на фиг. 4.

Используемое здесь выражение "промежуточный" гранулометрический состав означает, что медианный размер зерен порошка (D50) составляет от 3 до 10 микрон. Один неограничивающий пример "промежуточного" гранулометрического состава показан на фиг. 4.

Используемое здесь выражение "крупнозернистый" гранулометрический состав означает, что медианный размер зерен порошка (D50) превышает 10 микрон. Один неограничивающий пример "крупнозернистого" гранулометрического состава показан на фиг. 4.

Используемые здесь термин "карботермическая реакция" означает реакцию, которая включает вос-

становление веществ с использованием углерода в качестве восстановителя при повышенных температурах, которые типично лежат в интервале от примерно 500°C до примерно 2500°C.

На фиг. 19 показана блок-схема способа 1900 получения керамических порошков. В некоторых вариантах осуществления способ 1900 начинается со стадии 1902 добавления достаточного количества добавок в совокупность реагентов, чтобы образовать смесь-предшественник.

В некоторых вариантах осуществления реагенты содержат первое количество диоксида титана, второе количество источника углерода, третье количество источника бора (например, борной кислоты (H_3BO_3), оксида бора (B_2O_3)) и достаточное количество добавки (например, тип и количество, позволяющие получить керамический порошковый продукт с заданной морфологией (коэффициент формы и размер частиц)). В некоторых вариантах осуществления добавка включает по меньшей мере одно вещество из оксида, соли, чистого металла или сплава элементов с атомными номерами от 21 до 30, от 39 до 51 и от 57 до 77 и их комбинации. В некоторых вариантах осуществления добавка включает железо (Fe), никель (Ni), кобальт (Co), вольфрам (W), хром (Cr), марганец (Mn), молибден (Mo), палладий (Pd), серу (S) или их комбинации. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Fe. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Ni. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Co. В некоторых вариантах осуществления добавка включает W. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Cr. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Mn. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Mo. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Pd. В некоторых вариантах осуществления добавка включает S.

В некоторых вариантах осуществления добавка включает Fe и Ni. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Fe, Ni и Co. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Fe, Ni, Co и W. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Fe, Ni, Co, W и S. В некоторых вариантах осуществления добавка включает Fe, Co, W. В некоторых вариантах осуществления добавка включает S и Co. В некоторых вариантах осуществления добавка включает S и Fe.

В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 20 весовых процентов (вес.%) до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 25 до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 30 до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 35 до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 40 до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 45 до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 20 до 45 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 20 до 40 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 20 до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 20 до 30 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 20 до 25 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 25 до 45 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления первое количество диоксида титана составляет от 30 до 40 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления источник углерода является графитом и/или углеродсодержащим газом, таким, как метан, этан, пропан и т.п. В некоторых вариантах осуществления источник углерода является графитом. В некоторых вариантах осуществления источник углерода является углеродсодержащим газом.

В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 10 до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 15 до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 20 до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 25 до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 30 до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления количество углеродсодержащих газов достаточно, чтобы удовлетворить потребности реакции синтеза в углероде.

В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 10 до 30 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 10 до 25 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 10 до 20 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источ-

ника углерода составляет от 10 до 15 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 15 до 30 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 15 до 25 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления второе количество источника углерода составляет от 20 до 25 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

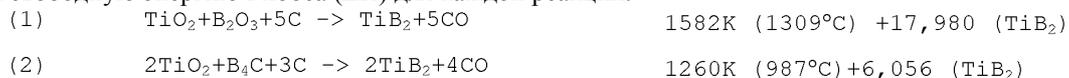
В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 65 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 60 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 55 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 50 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 45 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 40 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 30 до 35 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 35 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 40 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 45 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 50 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 55 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 60 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 65 до 70 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 35 до 65 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 40 до 60 вес.% от полного веса смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления третье количество источника бора составляет от 45 до 55 вес.% от полного веса смеси-предшественника.

Далее, в пункте 1904 способ 1900 включает также карботермическую реакцию смеси-предшественника с образованием керамического порошка, характеризуемого морфологией и

гранулометрическим составом. В некоторых вариантах осуществления морфология частиц может контролироваться свойства полученного керамического порошка, в том числе, в том числе, но без ограничений, абразивную способность, трибологические свойства, термическую активность, химическую активность, хемосорбцию, массоперенос, уплотнение, кристаллографическую ориентация, электрическую проводимость и распыляемость. Неограничивающие примеры карботермических реакций, образующих керамические порошки TiB_2 , приведены в следующих уравнениях, указывающих также реакцию температуру и свободную энергию Гиббса (ΔH) для каждой реакции:



В некоторых вариантах осуществления керамический порошок представляет собой диборид титана. В некоторых вариантах осуществления достаточное количество добавки приводит к порошку диборида титана, имеющему морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и гранулометрическому составу, выбранному из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций.

В некоторых вариантах осуществления способ дополнительно включает воздействие на смесь-предшественник технологического газа. В некоторых вариантах осуществления технологический газ является инертным газом. В некоторых вариантах осуществления технологический газ выбран из группы, состоящей из любого благородного газа, водорода и их комбинаций. В некоторых вариантах осуществления добавление достаточного количества добавки приводит к порошку, имеющему морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и гранулометрическому составу, выбранному из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций.

В некоторых вариантах осуществления морфология является нерегулярной, а гранулометрический состав тонкозернистым. В некоторых вариантах осуществления морфология является равноосной, а гранулометрический состав тонкозернистым. В некоторых вариантах осуществления морфология является пластинчатой, а гранулометрический состав тонкозернистым. В некоторых вариантах осуществления

путем карботермической реакции реагентов и смеси-предшественника. В некоторых вариантах осуществления эта достаточная температура зависит от типа реагентов и порошка. В некоторых вариантах осуществления достаточная температура составляет от 950 до 1800°C. В некоторых вариантах осуществления достаточная температура составляет от 1000 до 1400°C. В некоторых вариантах осуществления достаточная температура составляет от 1100 до 1300°C.

В некоторых вариантах осуществления достаточное время зависит от типа реагентов и порошка и от достаточной температуры. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет 0,5 ч до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 11 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 10 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 9 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 8 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 7 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 6 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 5 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 4 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 3 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 2 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 0,5 до 1 ч.

В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 1 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 2 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 3 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 4 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 5 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 6 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 7 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 8 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 9 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 10 до 12 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 11 до 12 ч.

В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 1 до 8 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 1 до 6 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 1 до 4 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 1 до 2 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 2 до 11 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 3 до 10 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 4 до 9 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 5 до 8 ч. В некоторых вариантах осуществления достаточное время составляет от 6 до 7 ч.

В некоторых вариантах осуществления достаточная температура и достаточное время являются комбинациями подробно описанных выше температуры и времени.

В некоторых вариантах осуществления нагревание смеси-предшественника в реакторе можно осуществить, используя любое подходящее нагревательное устройство. В некоторых вариантах осуществления нагревание смеси-предшественника в реакторе осуществляют с использованием печи. В некоторых вариантах осуществления нагревательное устройство находится снаружи реактора. В некоторых вариантах осуществления нагревательное устройство находится внутри реактора.

В некоторых вариантах осуществления способ приводит к керамическому порошку, имеющему морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и гранулометрическому составу, выбранному из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций. В некоторых вариантах осуществления способ приводит к керамическому порошку, имеющему морфологию и гранулометрический состав, описанные в настоящем документе.

В некоторых вариантах осуществления настоящее изобретение относится к способу, включающему: смешение реагентов, чтобы образовать смесь-предшественник, причем реагенты содержат диоксид титана, источник углерода, источник бора (например, борную кислоту, оксид бора) и достаточное количество добавки, и причем добавка включает по меньшей мере одно из следующих веществ: оксид, соль, чистый металл или сплав элементов с атомными номерами от 21 до 30, от 39 до 51 и от 57 до 77 и их комбинации; и карботермическую реакцию смеси-предшественника с образованием порошка диборида титана, характеризующегося морфологией и гранулометрическим составом, причем достаточное количество добавки приводит к порошку диборида титана, имеющему морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и гранулометрическому составу, выбранному из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций; и причем достаточное количество добавки составляет от 0,001 до 0,75 вес.% от полного веса порошка диборида титана.

В некоторых вариантах осуществления настоящее изобретение относится к способу, включающему: смешение реагентов, чтобы образовать смесь-предшественник, причем реагенты содержат диоксид титана, восстановитель, борную кислоту и достаточное количество добавки, причем добавка включает по меньшей мере одно из следующих веществ: оксид, соль, чистый металл или сплав элементов с атомными

номерами от 21 до 30, от 39 до 51 и от 57 до 77 и их комбинации; и реакцию смеси-предшественника с образованием порошка диборида титана, характеризующегося морфологией и гранулометрическим составом, причем достаточное количество добавки приводит к порошку диборида титана, имеющему морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и гранулометрическому составу, выбранному из группы, состоящей из тонкозернистого, промежуточного, крупнозернистого гранулометрического состава и их комбинаций; и причем достаточное количество добавки составляет от 0,001 до 0,75 вес.% от полного веса порошка диборида титана.

В некоторых вариантах осуществления керамические порошки, подробно описанные в настоящем документе, могут применяться во многих областях. В некоторых вариантах осуществления керамические порошки специально адаптированы к обработке методами обработки керамики, чтобы получить керамические продукты (причем керамические продукты адаптированы для их применения на основе морфологии керамического порошкового продукта). Фиг. 18 показывает схему одного варианта осуществления способа согласно настоящему изобретению, включающего: получение керамического порошкового продукта, имеющего особую морфологию, в целях создания керамической детали из керамического порошка с применением технологий производства керамики (например, горячее прессование, спекание без приложения давления и/или горячее изостатическое прессование). В некоторых вариантах осуществления керамический порошок сразу после реакции еще имеет монолитную и/или полумонолитную форму в зависимости от конфигурации смеси-предшественника, так что на керамическом порошковом продукте перед его дальнейшей обработкой осуществляют стадию деагломерации. В некоторых вариантах осуществления формование включает формование неспеченной формы (которую, например, затем обрабатывают дальше, чтобы получить конечный керамический продукт). Неограничивающие примеры

Следующие примеры предназначены для иллюстрации изобретения и не должны рассматриваться как каким-либо образом ограничивающие изобретение.

Неограничивающие примеры керамических соединений, полученных с использованием варианта осуществления способа согласно настоящему изобретению, приведены в табл. 2, в этих примерах смесь-предшественник приводили в реакцию в трубной печи (например, лабораторном реакторе вместимостью около 25 г). Примеры "TiB₂ тип 1", "TiB₂ тип 2" являются сравнительными примерами. Примеры в табл. 2 осуществляли следующим образом:

Смеси, содержащие стехиометрические и почти стехиометрические мольные отношения диоксида титана, борной кислоты и углерода и конкретные содержания (вес.%) добавок, указанные в табл. 2, подавали в графитовый реактор и подвергали действию температуры 1500°C. В некоторых примерах диоксид титана, борную кислоту, углерод и добавку, если таковая имелась, подвергали также воздействию газообразного азота в графитовом реакторе, как указано в табл. 2. СЭМ-снимки полученного порошка были сняты при увеличении 2500X на приборе Aspex Instruments, модель PSEM II, в режиме обратного рассеяния электронов. На основе каждого СЭМ-снимка были определены морфология и гранулометрический состав порошка, какие приведены в табл. 2. Выбранные СЭМ-снимки примеров показаны на фиг. 5-16.

Таблица 2

Известная примесь	Тип умышленной добавки	Уровень умышленной добавки	Пример	Поток азота в тигле	Равноосные зерна	Пластинчатые зерна	Зерна неправильной формы
0,2 вес.% Fe	нет	-	TiB ₂ тип 1	да	тонкозернистый	промежуточный	
			TiB ₂ тип 2	нет	тонкозернистый		
высокочистая	нет	-	TiB ₂ тип 3	да		крупнозернистый	
			TiB ₂ тип 4	нет	промежуточный	крупнозернистый	
высокочистая	Co	0,25-0,5 вес.%	TiB ₂ тип 5	да		промежуточный	тонкозернистый
			TiB ₂ тип 6	нет		крупнозернистый	тонкозернистый
высокочистая	Co	0,1125 вес.%	TiB ₂ тип 7	да			тонкозернистый
			TiB ₂ тип 8	нет		промежуточный	тонкозернистый
0,2% Fe	Co	0,0625-0,5 вес.%	TiB ₂ тип 9	да			тонкозернистый
высокочистая	Fe	0,1125 вес.%	TiB ₂ тип 10	да		крупнозернистый	тонкозернистый
			TiB ₂ тип 11	нет		промежуточный	тонкозернистый
0,2 вес.% Fe	Fe	0,0625-0,5 вес.%	TiB ₂ тип 12	да			тонкозернистый
высокочистая	Ni	0,1125 вес.%	TiB ₂ тип 13	да		промежуточный	
			TiB ₂ тип 14	нет		промежуточный	
0,2 вес.% Fe	Ni	0,0625-0,5 вес.%	TiB ₂ тип 15	да		промежуточный	тонкозернистый
высокочистая	Fe-Ni-Co-W	0,2625 вес.% (0,1125% Fe-Ni-Co, 0,15% W)	TiB ₂ тип 16	да			тонкозернистый
			TiB ₂ тип 17	нет		промежуточный	тонкозернистый
высокочистая	Fe-Ni-Co	0,1125 вес.%	TiB ₂ тип 18	да		промежуточный	тонкозернистый
			TiB ₂ тип 19	нет		промежуточный	тонкозернистый
0,2 вес.% Fe	Cr	0,0625-0,5 вес.%	TiB ₂ тип 20	да	тонкозернистый	промежуточный	
высокочистая	S	10-100 ppm	TiB ₂ тип 21	да	промежуточный	промежуточный	
			TiB ₂ тип 22	нет	промежуточный	промежуточный	

высокочистая	S	4 вес. %	TiB ₂ тип 23	да	тонкозернистый	
			TiB ₂ тип 24	нет	крупнозернистый	
высокочистая	S/Co	10-100ppm/0,25вес. %	TiB ₂ тип 25	да		тонкозернистый
			TiB ₂ тип 26	нет		промежуточный тонкозернистый
высокочистая	S/Co	4 вес. %/0,25 вес. %	TiB ₂ тип 27	да		промежуточный тонкозернистый
			TiB ₂ тип 28	нет		крупнозернистый
высокочистая	S/Fe	0,2 вес. % S/0,2вес. %Fe	TiB ₂ тип 29	да		крупнозернистый

Фиг. 17 показывает схему различных технологических маршрутов для получения керамического порошка из TiB₂ с разными морфологиями, в соответствии с различными вариантами осуществления настоящего изобретения, на основе данных, полученных в настольной печи.

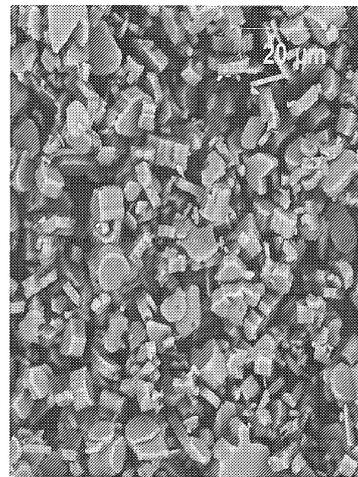
Хотя был описан ряд вариантов осуществления настоящего изобретения, понятно, что эти варианты являются только иллюстративными, а не ограничивающими, и что многие модификации могут стать очевидными для специалистов в данной области. Кроме того, разные стадии могут быть осуществлены в любом желаемом порядке (и можно добавить любую желаемую стадию и/или исключить любую желаемую стадию).

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

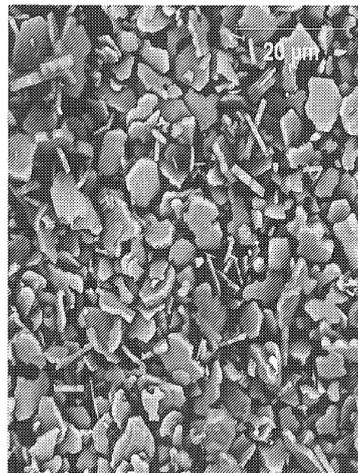
- Способ получения керамического порошка, включающий стадии, на которых
 - получают смесь-предшественник, при этом получение смеси-предшественника включает
 - добавление одной или более добавок к совокупности реагентов, при этом указанная совокупность реагентов включает диоксид титана, источник бора и источник углерода;
 - при этом указанные одну или более добавок выбирают из группы, состоящей из
 - оксида элемента W;
 - соли элементов Co, W или Cr и их комбинаций;
 - чистого металла элементов Ni, Co, W или Cr и их комбинаций;
 - сплава элементов Fe, W или Cr и их комбинаций; и
 - комбинаций (A)-(D); и
 - осуществляют карботермическую реакцию смеси-предшественника с образованием частиц диборида титана, образующих порошок диборида титана;
 - при этом, по меньшей мере частично, благодаря указанным одной или более добавкам частицы диборида титана реализуют морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной, пластинчатой морфологии и их комбинаций, и
 - при этом, по меньшей мере частично, благодаря указанным одной или более добавкам порошок диборида титана реализует тонкозернистый гранулометрический состав, в котором D₅₀ частиц диборида титана составляет менее 3 мкм;
 - при этом указанные одна или более добавок составляют от 0,001 до 0,75 вес.% смеси-предшественника, в пересчете на полный вес порошка диборида титана.
- Способ по п.1, дополнительно включающий стадию, на которой удаляют нежелательный побочный продукт карботермической реакции путем воздействия на смесь-предшественник потока технологического газа на стадии карботермической реакции.
- Способ по п.2, в котором указанное воздействие на смесь-предшественник включает в себя направление потока технологического газа через смесь-предшественник на стадии карботермической реакции.
- Способ по п.2 или 3, в котором технологический газ выбирают из группы, состоящей из благородного газа, водорода и их комбинации.
- Способ по п.1, в котором смесь-предшественник включает от 20 до 50 вес.% диоксида титана.
- Способ по любому из пп.1-5, в котором смесь-предшественник включает от 10 до 35 вес.% источника углерода.
- Способ по любому из пп.1-6, в котором источник углерода содержит графит.
- Способ по п.1, в котором смесь-предшественник содержит от 30 до 70 вес.% источника бора.
- Способ по любому из пп.1-8, в котором указанные одна или более добавок составляют от 0,001 до 0,45 вес.% смеси-предшественника, в пересчете на полный вес порошка диборида титана.
- Способ по любому из пп.1-9, в котором большая часть частиц диборида титана реализует нерегулярную морфологию.
- Способ по любому из пп.1-9, в котором частицы диборида титана реализуют морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, равноосной и их комбинаций.
- Способ по любому из пп.1-9, в котором частицы диборида титана реализуют морфологию, выбранную из группы, состоящей из нерегулярной, пластинчатой и их комбинаций.
- Способ по п.1, в котором указанные одна или более добавок составляют 0,0625-0,5 вес.% смеси-предшественника в пересчете на полный вес порошка диборида титана.



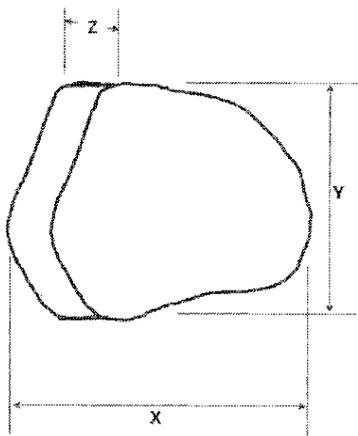
Фиг. 1



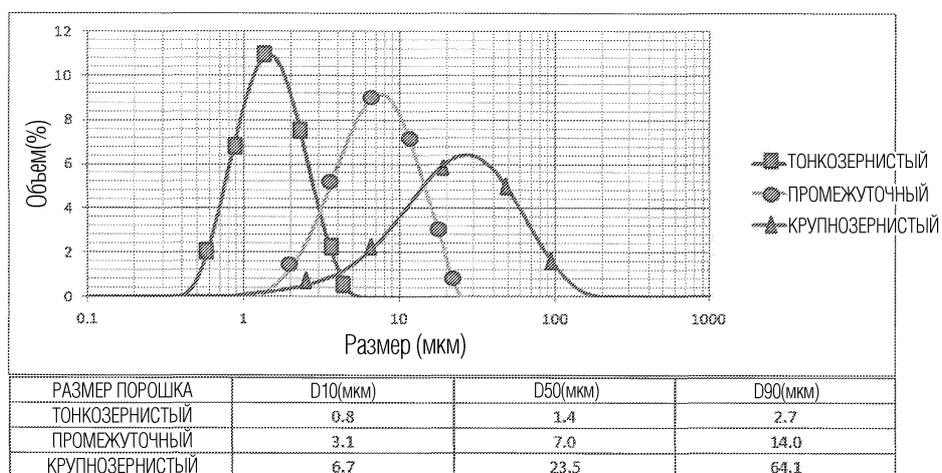
Фиг. 2



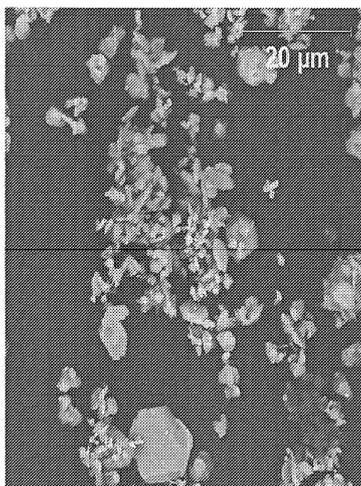
Фиг. 3



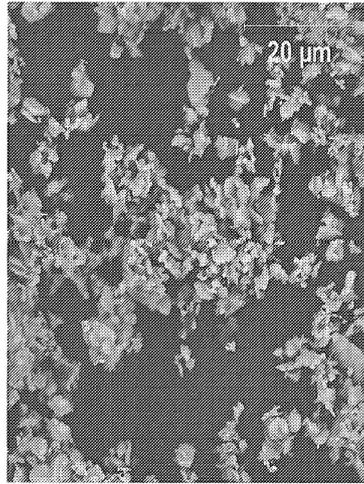
Фиг. 3А



Фиг. 4



Фиг. 5



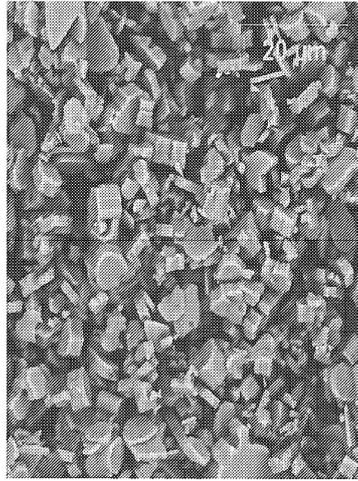
Фиг. 6



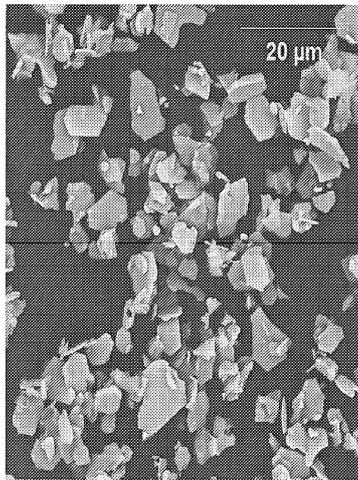
Фиг. 7



Фиг. 8



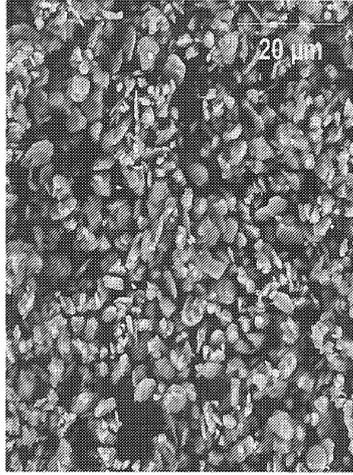
Фиг. 9



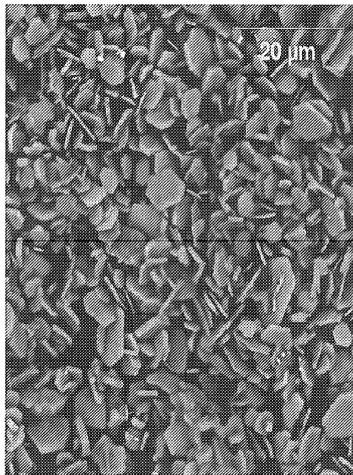
Фиг. 10



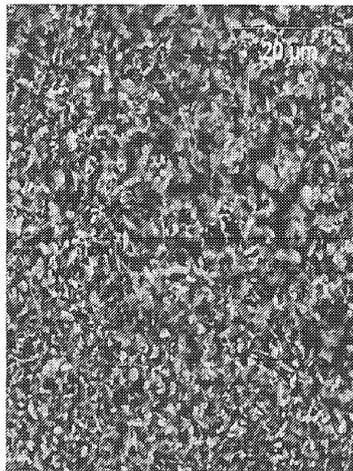
Фиг. 11



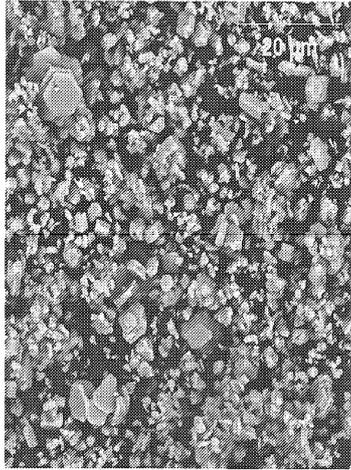
Фиг. 12



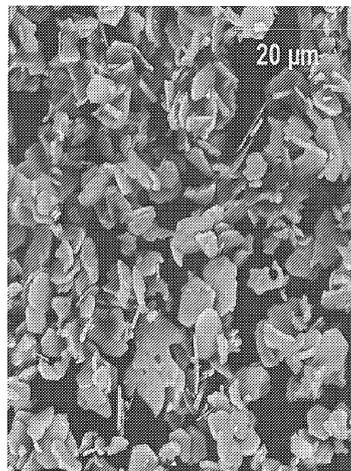
Фиг. 13



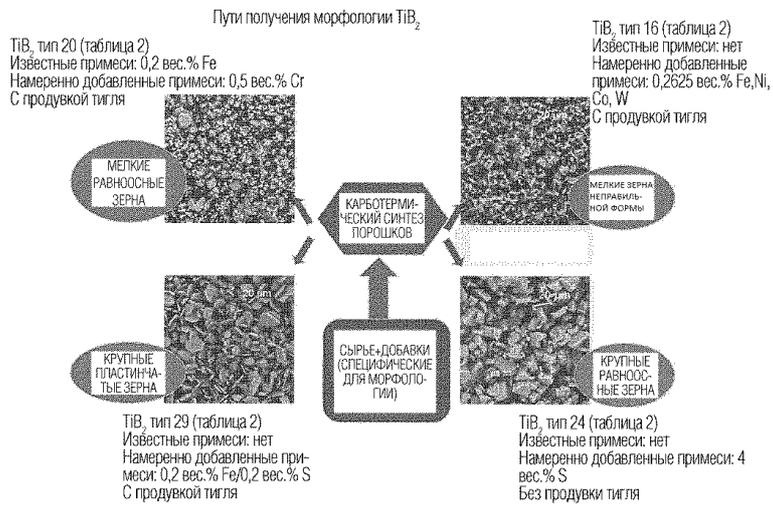
Фиг. 14



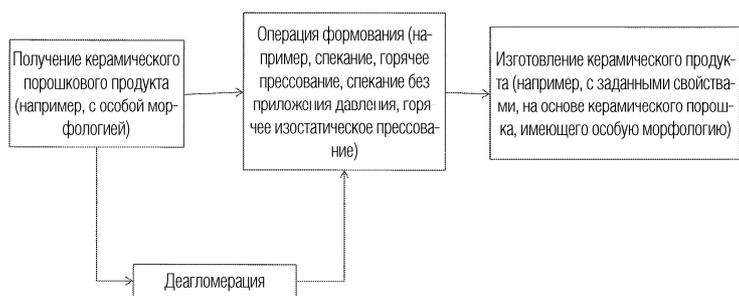
Фиг. 15



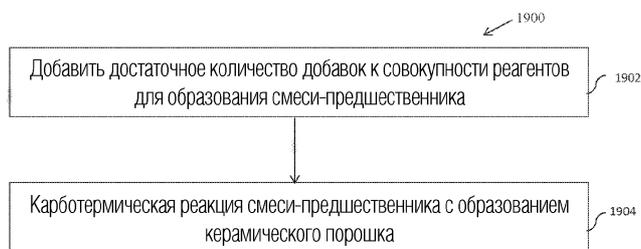
Фиг. 16



Фиг. 17



Фиг. 18



Фиг. 19

