

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **225001**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **410739**

(51) Int.Cl.
B22F 1/00 (2006.01)
B22F 3/00 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **22.12.2014**

(54) **Sposób konsolidacji wstępnej proszków nanoziarnistych z mikroziarnistymi,
nanoziarnistych z submikroziarnistymi oraz submikroziarnistych z mikroziarnistymi
do otrzymywania kompozytów typu *in situ***

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
04.07.2016 BUP 14/16

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
28.02.2017 WUP 02/17

(73) Uprawniony z patentu:
POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
ANITA OLSZÓWKA-MYALSKA, Wisła, PL
HANNA MYALSKA, Katowice, PL

(74) Pełnomocnik:
recz. pat. Katarzyna Borkowy

PL 225001 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób konsolidacji wstępnej proszków nanoziarnistych z mikroziarnistymi, nanoziarnistych z submikroziarnistymi oraz submikroziarnistych z mikroziarnistymi do otrzymywania kompozytów typu *in situ*.

Otrzymywanie materiałów kompozytowych lub warstw kompozytowych z mieszanin proszków reaktywnych zawierających proszki różniące się ziarnistością o rzędy wielkości nastręcza wiele problemów wynikających z konieczności zapewnienia ich homogenicznego rozmieszczenia w mieszaninie, warunkującego prawidłowe ukształtowanie się powstających nowych faz z uwzględnieniem ich składu, kształtu i wielkości.

Znane są sposoby wytwarzania takich mieszanin metodami mechanicznymi przy użyciu młynów wysokoenergetycznych, ale w procesach tych wyeliminowanie aglomeratów o wielkości mikrometrycznej utworzonych przez cząstki proszku nanoziarnistego lub submikroziarnistego, lokujących się między ziarnami proszku bazowego o większej ziarnistości nie jest skuteczne. Ponadto aglomeraty proszku o mniejszej ziarnistości mają tendencję do segregacji lub sedymentacji podczas mieszania, wynikającej z różnicy gęstości komponentów tworzących mieszaninę, a proces ten jest czasochłonny, mało wydajny i energochłonny. Aplikacja techniki ultradźwiękowego mieszania proszków różniących się ziarnistością o rzędy wielkości, tworzących reaktywne mieszaniny aktywowane cieplnie, z których powstają nowe silnie zdyspergowane fazy otoczone osnową powstałą z proszku bazowego o większej ziarnistości nie jest dotychczas znana.

Celem wynalazku jest uzyskanie w mieszaninie cząstek proszków, różniących się składem fazowym i wielkością ziarna o rzędy, uporządkowanego ich rozmieszczenia polegającego na równomiernym otoczeniu cząstek większych mniejszymi, co umożliwi kontrolę morfologii faz tworzących się w mieszaninie podczas procesów aktywowanych cieplnie, wykorzystywanych w technologii kompozytów masywnych i warstw kompozytowych.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że aglomeraty cząstek nanoziarnistych lub submikroziarnistych ulegają rozbiciu w zawiesinie z cieczą technologiczną mieszanej ultradźwiękowo, a po wprowadzeniu do takiej zawiesiny cząstek o granulacji rzędu większej osadzają się na nich w postaci zdyspergowanych ziaren, tworząc sukcesywnie ciekłą warstwę o grubości zależnej od udziału objętościowego komponentów proszkowych.

Sposób przygotowania dwuskładnikowych uporządkowanych mieszanin proszków nanoziarnistych (<100 nm), submikroziarnistych (100–1000 nm) i mikroziarnistych (>1000 nm), do wytwarzania *in situ* kompozytów monolitycznych lub warstw kompozytowych, polega na tym, że proszki miesza się ultradźwiękowo, przy czym do mieszanej ultradźwiękowo zawiesiny proszku o mniejszej ziarnistości, korzystnie nanoziarnistego proszku metaloidu lub metalu, dodaje się sukcesywnie proszek o ziarnistości rzędu większej, korzystnie granule metalu ~200 μm , a udział objętościowy frakcji mniejszej nie może przekraczać 10% w docelowej mieszaninie proszków, korzystnie 2–6% objętości. Mieszanie odbywa się w cieczy technologicznej o dużej prężności par, korzystnie w alkoholach, i wspomagane jest mieszaniem mechanicznym. Zapewnia to adhezyjne osadzenia cząstek mniejszych na powierzchni cząstek większych, a uzyskana konfiguracja proszków ułatwia sterowanie morfologią produktów reakcji tworzących się na granicy pomiędzy nimi, podczas ich konsolidacji w wyniku procesów aktywowanych cieplnie, korzystnie spiekania pod ciśnieniem. Sposób według wynalazku umożliwia kontrolę dyspersji powstających faz.

P r z y k ł a d

Do pojemnika szklanego lub polimerowego umieszczonego w płuczce ultradźwiękowej obojętnej chemicznie wypełnionej w 1/3 objętości cieczą technologiczną, którą stanowi alkohol etylowy o temperaturze pokojowej, wsypuje się nanoziarnisty proszek krzemu o uziarnieniu ~50 nm i udziale masowym 5,3% i poddaje się mieszaniu ultradźwiękami przez 30 minut, następnie cały czas mieszając wprowadza się sukcesywnie mikroziarnisty proszek magnezu o uziarnieniu 200 μm i udziale masowym 94,7% i dodatkowo miesza się mechanicznie z prędkością 10 obr./min, mieszadłem ze szkła lub polimeru o zaokrąglonych krawędziach. Udział objętościowy nanoziarnistego proszku krzemu w docelowej mieszaninie wynosi ok. 4%. Po 30 minutach od wprowadzenia całości mikroziarnistego proszku magnezu mieszanie przerywa się, następnie po opadnięciu mieszaniny na dno pojemnika odlewa się ciecz technologiczną, a powstały półprodukt stanowiący mikroziarnisty magnez otoczony nanoziarnistą warstwą krzemu o grubości do kilku średnic nanoziaren proszku Si (100–500 nm), połączoną adhezyjnie z podłożem suszy się przez 5 godzin w suszarce w temp. 120°C. Tak otrzymaną mieszaninę mikroziarnistego prosz-

ku magnezu z nanoziarnistym proszkiem krzemu rozmieszczonym regularnie wokół ziaren magnezu, poddaje się prasowaniu na gorąco w warunkach generujących powstanie nanoziarnistej i submikroziarnistej fazy Mg_2Si , i otrzymuje *in situ* kompozyt typu Mg- Mg_2Si .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób przygotowania dwuskładnikowych uporządkowanych mieszanin proszków nanoziarnistych (<100 nm), submikroziarnistych (100–1000 nm) i mikroziarnistych (>1000 nm), do wytwarzania *in situ* kompozytów monolitycznych lub warstw kompozytowych, **znamienny tym**, że proszki miesza się ultradźwiękowo, przy czym do mieszanej ultradźwiękowo zawiesiny proszku o mniejszej ziarnistości, korzystnie nanoziarnistego proszku metaloidu lub metalu, dodaje się sukcesywnie proszek o ziarnistości rzędu większej, korzystnie granule metalu ~200 μm , a udział objętościowy frakcji mniejszej nie może przekraczać 10% w docelowej mieszaninie proszków, korzystnie 2–6% objętości, dokonuje się kontroli dyspersji faz.

