



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2008112567/03, 03.04.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
03.04.2008

(45) Опубликовано: 27.03.2009 Бюл. № 9

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: SU 1766882 A1, 07.10.1992. JP  
2006312569 A, 16.11.2006. US 2007257595 A,  
08.11.2007. JP 2007214117 A, 23.08.2007. US  
2007128101 A, 07.06.2007. RU 2031176 C1,  
20.03.1995.

Адрес для переписки:

119991, Москва, ГСП-1, Ленинский пр-т, 31,  
Институт общей и неорганической химии им.  
Н.С. Курнакова РАН

(72) Автор(ы):

Каблов Евгений Николаевич (RU),  
Кузнецов Николай Тимофеевич (RU),  
Саркисов Павел Джibraелович (RU),  
Гращенков Денис Вячеславович (RU),  
Севастьянов Владимир Георгиевич (RU),  
Орлова Людмила Алексеевна (RU),  
Симоненко Елизавета Петровна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Институт общей и неорганической химии им.  
Н.С. Курнакова Российской академии наук  
(ИОНХ РАН) (RU)

## (54) СПОСОБ ЗАЩИТЫ УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ КАРБИДОМ КРЕМНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии нанесения керамических покрытий на углеродсодержащие материалы - углеродные волокна и нанотрубки с целью защиты изделий на их основе от окисления на воздухе при повышенных температурах эксплуатации. Способ защиты углеродсодержащих материалов карбидом кремния включает приготовление смеси углеродсодержащего соединения в органическом растворителе с растворимым кремнийсодержащим соединением, обработанным катализатором гидролиза, гидролиз. Затем этой смесью, нагретой до 40÷90°C, осуществляют пропитку углеродсодержащих материалов с использованием ультразвукового

воздействия до гелеобразования. Пропитанный материал сушат сначала при 60÷80°C в течение 10÷24 часов, затем при 100÷140°C в течение 4÷12 часов, после чего проводят термообработку сначала при 450÷1000°C и разрежении  $1 \cdot 10^{-2} \div 1 \cdot 10^{-1}$  кПа в течение 1÷4 часов, затем поднимают температуру до 1100÷1400°C и выдерживают пропитанный материал в течение 4÷20 часов при разрежении  $10^{-5} \div 10^{-2}$  кПа. Техническая задача изобретения - исключение деградации углеродсодержащих материалов и повышение стойкости к окислению. 3 з.п. ф-лы, 2 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008112567/03, 03.04.2008**(24) Effective date for property rights: **03.04.2008**(45) Date of publication: **27.03.2009 Bull. 9**

Mail address:

**119991, Moskva, GSP-1, Leninskij pr-t, 31,  
Institut obshchej i neorganicheskoj khimii  
im. N.S. Kurnakova RAN**

(72) Inventor(s):

**Kablov Evgenij Nikolaevich (RU),  
Kuznetsov Nikolaj Timofeevich (RU),  
Sarkisov Pavel Dzhibraelovich (RU),  
Grashchenkov Denis Vjacheslavovich (RU),  
Sevast'janov Vladimir Georgievich (RU),  
Orlova Ljudmila Alekseevna (RU),  
Simonenko Elizaveta Petrovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Institut obshchej i neorganicheskoj khimii  
im. N.S. Kurnakova Rossijskoj akademii nauk  
(IONKh RAN) (RU)**

(54) **PROTECTION METHOD OF CARBON-BEARING MATERIALS BY SILICON CARBIDE**

(57) Abstract:

FIELD: construction industry; chemistry.

SUBSTANCE: ceramic coating is applied on carbon-bearing material for product protection from oxidation in the air at high operation temperatures. Protection method of carbon-bearing materials by silicon carbide includes preparation of mixture from carbon-bearing compound in organic solvent with soluble silicon-bearing compound treated by hydrolysis catalyst, hydrolysis. Then this mixture heated up to 40÷90°C is used for soaking carbon-bearing materials with

the application of ultrasonic influence till gel formation. Soaked material is dried first at 60÷80°C within 10÷24 hours, then at 100÷140°C within 4÷12 hours, after that there performed is thermal treat first at 450÷1000°C and depression  $1 \cdot 10^{-2} \div 1 \cdot 10^{-1}$  kPa within 1÷4 hours, then the temperature is increased up to 1100÷1400°C and soaked material is held within 4÷20 hours at depression  $10^{-5} \div 10^{-2}$  kPa.

EFFECT: exclusion of carbon-bearing materials degradation, and increase of oxidation resistance.

4 cl, 2 tbl, 12 ex

Изобретение относится к технологии нанесения керамических покрытий на углеродсодержащие материалы - углеродные волокна и нанотрубки с целью защиты изделий на их основе от окисления на воздухе при повышенных температурах эксплуатации.

5 Известно защитное стеклообразное герметизирующее покрытие на графит в системе  $ZrB_2 - MoSi_2$ , образующееся за счет окисления компонентов композиции, характеризующееся высокой термостойкостью при температуре  $1400^\circ C$  в воздушной атмосфере и наносимое на графит по шликерно-обжиговой технологии [Жабрев В.А., Сазонова М.В., Ефименко Л.П., Плотникова А.С. «Кинетика формирования

10 стеклокерамических термостабильных покрытий  $ZrB_2 - MoSi_2$  на графите». Физика и химия стекла, т.32, №1, 2006, с.106-115]. По предлагаемому способу защитный слой формируется за счет протекания совокупности сложных химических процессов, исключающих возможность регулирования заданного состава покрытия и его толщины. Кроме того, шликерная технология при использовании исходных порошков с размером

15 частиц 30-42 мкм не обеспечивает объемную защиту углеродсодержащих волокнистых материалов.

Известно формирование защитных покрытий на графите в виде оксидных пленок методом микроискрового оксидирования, заключающегося в электрохимическом нанесении на графит оксидных пленок -  $Ta_2O_5$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $Al_2O_3$  и др. при высоких

20 напряжениях вызывающих микроискрение анода [Ефименко А.В., Семенова Т.Л., Гордиенко П. С. «Формирование защитных покрытий на графите методом микроискрового оксидирования», Электронный журнал «Исследовано в России», 2002, с.1177].

Известен способ нанесения покрытий из различных неорганических материалов ( $ZrO_x$ ,  $HfO_x$ ,  $AlO_x$ ,  $ZnO_x$ , Au) на углеродные нанотрубки методом пульсирующего лазерного

25 осаждения (PLD) [Ikumo Takashi, Yasuda Tatsuro and ets. "Coating carbon nanotubes with inorganic materials by pulsed laser deposition", J. of Applied Physics, v.98, iss.11, p.114305, 2005]. Эти способы технологически сложны в практической реализации.

Наиболее широко распространены способы нанесения карбидных покрытий из парогазовой смеси методами CVD (Chemical Vapour Deposition - метод химического

30 осаждения из пара) и пиролиза полимерных и олигомерных карбосиланов. Так, известны покрытия из карбидов металлов IV и V групп (V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Cr, Si) на углеродсодержащих материалах, таких как углеродные волокна, нанотрубки и алмаз, наносимые путем химического переноса через газовую фазу [Baklanova N.I., Kulyukin V.N., Zima T.M. "Formation of refractory coating on carbon-based materials by gas

35 phase transport reactions", Proceeding of the Seventh Applied Diamond Conference, 2003, p.367-371]. В ОАО «Композит» разработан способ осаждения SiC на углеродные волокнистые заготовки из газовой фазы монометилсилана, который при пиролизе разлагается на  $\alpha$ -карбид кремния и водород [RU 2130509, опубл. 1999.05.20].

Эти способы не обеспечивают объемной защиты волокнистых материалов, трудно

40 регулируется соотношение осаждаемых компонентов, для них характерна химическая неоднородность и разнотолщинность поверхностного защитного слоя, при этом применяемая технология взрывоопасна и процесс сопровождается выделением токсичных соединений. Кроме того, при термической обработке свыше  $900^\circ C$  происходит рекристаллизация  $\alpha$ -карбида кремния, что приводит к растрескиванию покрытия и

45 соответственно потере его защитных функций.

Известен способ покрытия углеродных нанотрубок путем их пропитки поликарбосиланом и последующего обжига в неокислительной атмосфере при  $800 \div 1600^\circ C$  для проведения его термоллиза, приводящего к образованию карбида кремния [JP 2006312569, опубл. 2006.11.30]. Для этого способа характерна химическая неоднородность покрытия,

50 отсутствие стехиометрии состава. Кроме того, достаточно высокая вязкость растворов поликарбосилана не позволяет полностью смочить межфиламентное пространство волокон, особенно этого касается сростков нанотрубок, что приводит к образованию в материале незащищенных областей.

Наиболее близким аналогом заявленного изобретения является способ защиты углеродных волокнистых материалов от окисления, включающий обработку его в растворах жаростойких соединений с использованием раствора кремнезоля, сушку и термообработку, отличающийся тем, что с целью повышения стойкости к окислению жестких и гибких  
5 волокнистых материалов, последние обрабатывают в течение 30÷60 мин в растворах кремнезоля или алюмозоля с концентрацией в пересчете на сухое вещество 4÷15 мас.% или в кремнийорганических жидкостях, разбавленных перхлорэтиленом или ацетоном в соотношении от 1:1 до 1:4, а термообработку проводят в инертной атмосфере по  
10 следующему режиму: нагрев со скоростью 1÷2 град/мин до 450÷500°C, выдержка 1÷2 ч, затем нагрев со скоростью 2÷5 град/мин до 900÷1800°C, выдержка 2÷3 ч [SU 1766882, Бюл. №37, 1992] (прототип).

Основным недостатком прототипа является то, что покрытие карбида кремния формируется за счет химического взаимодействия кремнезоля с углеродом волокнистых материалов, что приводит к их поверхностной деградации. Это особенно недопустимо в  
15 случае одно- или многослойных нанотрубок. Кроме того, для этого способа характерно образование неоднородных по составу слоев, верхней частью которых являются стекловидные непрореагировавшие оксидные реагенты, что может привести к поверхностной химической реакции с деструкцией покрытия.

Изобретение направлено на изыскание способа объемной защиты углеродсодержащих  
20 материалов, исключающего их деградацию и обладающего повышенной окислительной стойкостью.

Технический результат достигается тем, что предложен способ защиты углеродсодержащих материалов карбидом кремния, заключающийся в том, что готовят смесь углеродсодержащего соединения в органическом растворителе с растворимым  
25 кремнийсодержащим соединением, обработанным катализатором гидролиза, проводят гидролиз, затем этой смесью, нагретой до 40÷90°C, осуществляют пропитку углеродсодержащих материалов с использованием ультразвукового воздействия до гелеобразования, пропитанный материал сушат сначала при 60÷80°C в течение 10÷24  
30 часов, затем при 100÷140°C в течение 4÷12 часов, после чего проводят термообработку сначала при 450÷1000°C и разрежении  $1 \cdot 10^{-2} \div 1 \cdot 10^{-1}$  кПа в течение 1÷4 часов, затем поднимают температуру до 1100÷1400°C и выдерживают пропитанный материал в течение 4÷20 часов при разрежении  $10^{-5} \div 10^{-2}$  кПа.

Целесообразно, что в качестве углеродсодержащего соединения используют  
35 фенолформальдегидную или эпоксидную, или полиэфирную смолы, или поливинилпирролидон, или поливиниловый спирт.

Наиболее целесообразно, что в качестве кремнийсодержащего соединения используют кремнийорганическое соединение, выбранное из ряда: тетраэтоксисилан, триэтоксиметоксисилан, этилсиликат-40.

Предпочтительно, что в качестве катализатора гидролиза используют соляную кислоту или лимонную кислоту, или муравьиную кислоту, или уксусную кислоту.

В качестве органических растворителей используют ацетон или этанол, или ацетонитрил, либо ацетоуксусный эфир.

Ультразвуковое воздействие (УЗ) при пропитке углеродсодержащих материалов  
45 проводят на частоте 35-40 кГц.

Ниже приведены примеры реализации заявленного способа.

Пример 1. В 75 мл ацетона растворяли 19,5 г фенолформальдегидной смолы ЛБС-1, к раствору прибавляли разбавленную соляную кислоту с pH=2. Полученный раствор нагревали до 60°C, затем к нему по каплям при перемешивании добавляли 42 г нагретого  
50 тетраэтоксисилана, далее вводили 18 мл воды. Систему перемешивали в течение 30 мин, далее в нее вводили 7,5 г углеродной нити УКН-5000. Воздействовали ультразвуком до гелеобразования. Далее проводили сушку при 60°C в течение 5 ч и при 100°C в течение 4 ч. Карбонизацию проводили при разрежении  $1 \cdot 10^{-2}$  кПа при температуре 850°C в течение

1 ч, далее повышали температуру до 1300°C и выдерживали в течение 5 ч при разрежении  $1 \div 10^{-3}$  кПа для осуществления карботермического синтеза, при котором, согласно проведенному рентгенофазовому анализу, регистрируется образование  $\beta$ -карбида кремния.

5 Пример 2. В 50 мл ацетона растворяли 13 г фенолформальдегидной смолы ЛБС-1, к раствору прибавляли 15 г муравьиной кислоты. Полученный раствор нагревали до 70°C, затем к нему по каплям при перемешивании добавляли 28 г нагретого тетраэтоксисилана, далее вводили 12 мл воды. Систему перемешивали в течение 30 мин, далее в нее вводили 10 5 г многостенных нанотрубок. При воздействии ультразвука добивались гелеобразования. Далее проводили сушку при 60°C в течение 12 ч, при 120°C в течение 4 ч. Карбонизацию проводили при разрежении  $1 \cdot 10^{-2}$  кПа при температуре 850°C с выдержкой 1 ч, далее 15 нагревали до температуры 1300°C и выдерживали в течение 5 ч при разрежении  $10^{-3}$  кПа. Химический и рентгенофазовый анализы показали, что покрытие содержит кубический карбид кремния.

Способ по примерам 3-12 осуществляли аналогично. Данные сведены в Таблицу 1.

Выбранные сочетания углерод- и кремнийсодержащих соединений, растворителей и катализаторов и их количественных соотношений обеспечивают после их перемешивания образование однородных гомогенных растворов, в которых проходят реакции гидролиза, 20 поликонденсации, приводящие к образованию кремнезоля и далее при воздействии ультразвука к образованию геля, характеризующегося однородным распределением всех его составляющих.

Проведение термообработки в условиях разрежения позволяет существенно снизить температуры синтеза на  $300 \div 500^\circ\text{C}$  и исключить участие в процессе карботермии 25 углеродных волокон и нанотрубок.

Выбранные температурно-временные режимы сушки и термообработки обеспечивают оптимальные условия для протекания процессов карбонизации и карботермического синтеза, в результате чего образуется карбид кремния, обеспечивающий защиту углеродных волокон и одно- и многослойных нанотрубок от окисления на воздухе в интервале температур  $450 \div 1000^\circ\text{C}$ , о чем свидетельствуют результаты испытаний на 30 воздухе при температурах  $450 \div 1000^\circ\text{C}$  углеродсодержащих материалов с покрытием из карбида кремния, полученным по предлагаемому способу. В случае использования температур ниже  $1100^\circ\text{C}$  резко возрастает время проведения процесса, а ниже  $950^\circ\text{C}$  карботермический синтез при используемых разрежениях не протекают. При 35 использовании на завершающей стадии температур выше  $1400^\circ\text{C}$  высока вероятность рекристаллизации карбида кремния, что приводит к ухудшению его защитных функций.

Результаты испытаний образцов приведены в Таблице 2 и представлены в виде потерь массы образцов после окончания испытаний.

Таким образом, заявленный способ обладает следующими преимуществами:

- 40 - обеспечивает защиту углеродных волокон и нанотрубок при температурах эксплуатации в интервале  $450 \div 1000^\circ\text{C}$  в воздушной среде;
- получение защитного окислительно стойкого покрытия, состоящего из карбида кремния, осуществляется за счет компонентов раствора, который пропитывает углеродные волокна и нанотрубки, исключая их химическую деградацию;
- 45 - обеспечивает возможность регулирования толщины покрытия и его химическую однородность.

Таблица 1

№ примера	Вид C-содержащего материала	Характеристики раствора				Режим сушки		Режим термообработки
		C-содержащий компонент	Si-содержащий компонент	Растворитель	Катализатор	I степень	II степень	
50 1	Углеродная нить УКН-5000	Фенолформальдегидная смола ЛБС-1	Тетраэтоксисилан	Ацетон	Разбавленная соляная кислота (pH-2)	60°C 5 ч	100°C 4 ч	850°C, 1 ч, $1 \cdot 10^{-2}$ кПа, далее 1300°C, 5 ч, $10^{-3}$ кПа

2	Многостенные нанотрубки	Фенолформальдегидная смола ЛБС-1	Тетраэтоксисилан	Ацетон	Муравьиная кислота	60°C 12 ч	120°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1300°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
3	Углеродная нить УКН-5000	Фенолформальдегидная смола ЛБС-1	Тетраэтоксисилан	Ацетон	Муравьиная кислота	60°C 5 ч	100°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1100°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
4	Многостенные нанотрубки	Фенолформальдегидная смола ЛБС-1	Тетраэтоксисилан	Ацетон	Муравьиная кислота	60°C 12 ч	120°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1300°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
5	Многостенные нанотрубки	Фенолформальдегидная смола ЛБС-1	Тетраэтоксисилан	Этанол	Уксусная кислота	80°C 12 ч	130°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1400°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
6	Многостенные нанотрубки	Фенольное порошкообразное связующее СФП-011Л	Тетраэтоксисилан	Ацетон	Разбавленная соляная кислота (рН=2)	70°C 5 ч	100°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1200°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
7	Углеродная нить УКН-5000	Эпоксидная смола	Триэтоксисилан	Ацетон	Разбавленная соляная кислота (рН=2)	70°C 5 ч	100°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1200°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
8	Углеродная нить УКН-5000	Фенольное порошкообразное связующее СФП-011Л	Тетраэтоксисилан	Ацетоуксусный эфир	Разбавленная соляная кислота (рН=2)	60°C 5 ч	100°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1300°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
9	Углеродная нить УКН-5000	Новолачная смола СФ-01	Тетраэтоксисилан	Этанол	Уксусная кислота	60°C 5 ч	100°C, 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1300°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
10	Одностенные нанотрубки	Фенолформальдегидная смола ЛБС-1	Этилсиликат -40	Ацетон	Муравьиная кислота	70°C 12 ч	130°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1300°C, 7 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
11	Одностенные нанотрубки	Поливиниловый спирт	Тетраэтоксисилан	Ацетон	Лимонная кислота	80°C 12 ч	140°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1300°C, 7 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа
12	Многостенные нанотрубки	Резольная смола СФЖ-3012	Тетраэтоксисилан	Ацетонитрил	Разбавленная соляная кислота (рН=2)	60°C 12 ч	100°C 4 ч	850°C, 1 ч, 1.10 <sup>-2</sup> кПа, далее 1200°C, 5 ч, 10 <sup>-3</sup> кПа

Таблица 2

№ примера	Потери массы на воздухе, г/(м <sup>2</sup> .с)					
	450°C	500°C	550°C	700°C	800°C	1000°C
1	1,2.10 <sup>-8</sup>	3,5.10 <sup>-8</sup>	0,9.10 <sup>-7</sup>	1,3.10 <sup>-6</sup>	3,2.10 <sup>-6</sup>	8,9.10 <sup>-6</sup>
2	2,7.10 <sup>-8</sup>	6,4.10 <sup>-8</sup>	2,9.10 <sup>-7</sup>	1,8.10 <sup>-6</sup>	2,6.10 <sup>-6</sup>	9,0.10 <sup>-6</sup>
3	1,8.10 <sup>-8</sup>	4,7.10 <sup>-8</sup>	1,4.10 <sup>-7</sup>	1,5.10 <sup>-6</sup>	4,1.10 <sup>-6</sup>	9,7.10 <sup>-6</sup>
4	3,5.10 <sup>-8</sup>	8,3.10 <sup>-8</sup>	4,3.10 <sup>-7</sup>	2,5.10 <sup>-6</sup>	4,6.10 <sup>-6</sup>	1,1.10 <sup>-5</sup>
5	4,1.10 <sup>-8</sup>	8,7.10 <sup>-8</sup>	5,1.10 <sup>-7</sup>	3,7.10 <sup>-6</sup>	4,8.10 <sup>-6</sup>	9,8.10 <sup>-6</sup>
6	1,4.10 <sup>-8</sup>	3,9.10 <sup>-8</sup>	1,8.10 <sup>-7</sup>	2,7.10 <sup>-6</sup>	3,9.10 <sup>-6</sup>	8,7.10 <sup>-6</sup>
7	4,2.10 <sup>-8</sup>	9,3.10 <sup>-8</sup>	3,6.10 <sup>-7</sup>	2,7.10 <sup>-6</sup>	3,6.10 <sup>-6</sup>	9,6.10 <sup>-6</sup>
8	2,7.10 <sup>-8</sup>	5,1.10 <sup>-8</sup>	2,1.10 <sup>-7</sup>	3,0.10 <sup>-6</sup>	4,7.10 <sup>-6</sup>	1,5.10 <sup>-5</sup>
9	2,4.10 <sup>-8</sup>	7,5.10 <sup>-8</sup>	6,9.10 <sup>-7</sup>	3,3.10 <sup>-6</sup>	5,3.10 <sup>-6</sup>	9,1.10 <sup>-6</sup>
10	1,9.10 <sup>-7</sup>	6,3.10 <sup>-7</sup>	1,9.10 <sup>-6</sup>	6,8.10 <sup>-6</sup>	9,8.10 <sup>-6</sup>	3,5.10 <sup>-5</sup>
11	2,1.10 <sup>-7</sup>	5,7.10 <sup>-7</sup>	2,1.10 <sup>-6</sup>	7,0.10 <sup>-6</sup>	8,8.10 <sup>-6</sup>	2,7.10 <sup>-5</sup>
12	4,9.10 <sup>-8</sup>	9,3.10 <sup>-8</sup>	7,8.10 <sup>-7</sup>	5,9.10 <sup>-6</sup>	9,3.10 <sup>-6</sup>	2,4.10 <sup>-5</sup>
Прототип	-	-	-	0,033±0,077	0,049±0,095	0,085±0,112

Защита углеродных волокон и нанотрубок, осуществляемая по предлагаемому способу, обеспечивает получение покрытий на основе карбида кремния, обладающего высокой химической стойкостью и стойкостью к окислению до 1000°C, что позволит расширить область применения материалов, открывая возможность их использования при высоких температурах, при воздействии окислительных и иных агрессивных сред, что требует химическая промышленность, теплоэнергетика, авиакосмическая техника.

Формула изобретения

1. Способ защиты углеродсодержащих материалов карбидом кремния, заключающийся в

том, что готовят смесь углеродсодержащего соединения в органическом растворителе с растворимым кремнийсодержащим соединением, обработанным катализатором гидролиза, проводят гидролиз, затем этой смесью, нагретой до  $40\div 90^{\circ}\text{C}$ , осуществляют пропитку углеродсодержащих материалов с использованием ультразвукового воздействия до гелеобразования, пропитанный материал сушат сначала при  $60\div 80^{\circ}\text{C}$  в течение  $10\div 24$  ч, затем при  $100\div 140^{\circ}\text{C}$  в течение  $4\div 12$  ч, после чего проводят термообработку сначала при  $450\div 1000^{\circ}\text{C}$  и разрежении  $1\cdot 10^{-2}\div 1\cdot 10^{-1}$  кПа в течение 1-4 ч, затем поднимают температуру до  $1100\div 1400^{\circ}\text{C}$  и выдерживают пропитанный материал в течение  $4\div 20$  ч при разрежении  $10^{-5}\div 10^{-2}$  кПа.

2. Способ защиты по п.1, отличающийся тем, что в качестве углеродсодержащего соединения используют фенолформальдегидную, или эпоксидную, или полиэфирную смолу, или поливинилпирролидон, или поливиниловый спирт.

3. Способ защиты по п.1, отличающийся тем, что в качестве кремнийсодержащего соединения используют кремнийорганическое соединение, выбранное из ряда: тетраэтоксисилан, триэтоксиметоксисилан, этилсиликат-40.

4. Способ защиты по п.1, отличающийся тем, что в качестве катализатора гидролиза используют соляную кислоту, или лимонную кислоту, или муравьиную кислоту, либо уксусную кислоту.