



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(21) Numer zgłoszenia: **373747**

(51) Int.Cl.
C04B 35/565 (2006.01)
C01B 31/36 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **17.03.2005**

(54)

Sposób wytwarzania aktywowanego proszku węgla krzemu

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

18.09.2006 BUP 19/06

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

31.03.2009 WUP 03/09

(73) Uprawniony z patentu:

**Akademia Górniczo-Hutnicza
im.Stanisława Staszica,Kraków,PL**

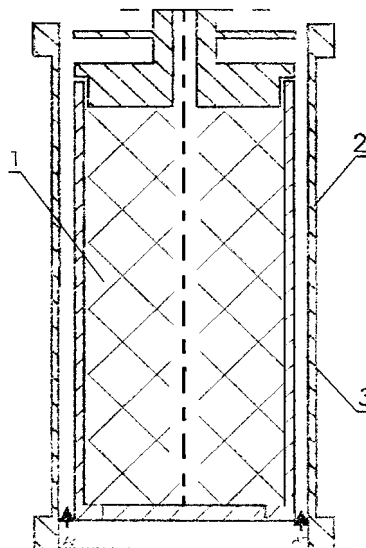
(72) Twórca(y) wynalazku:

**Ludosław Stobierski,Kraków,PL
Jerzy Lis,Kraków,PL
Agnieszka Gubernat,Kraków,PL**

(74) Pełnomocnik:

**Barbara Kopta, Akademia Górniczo-Hutnicza,
im.Stanisława Staszica**

(57) Sposób wytwarzania aktywowanego proszku węgla krzemu wykorzystujący samorozwijającą się reakcję syntezy, **znamienny tym**, że do mieszaniny surowców wprowadza się wszystkie niezbędne składniki: krzem, węgiel i bór, przy czym stosunek molowy Si/C zawiera się w przedziale 0,90 - 0,99, a ilość boru wynosi 0,3 - 0,5% masy krzemu i węgla, mieszaninę homogenizuje się i ogrzewa do temperatury zainicjowania samorozwijającej się syntezy w atmosferze nie zawierającej tlenu, a powstały w warunkach wybuchu termicznego materiał rozdrabnia się do powierzchni właściwej większej od 14 m²/g.



Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania aktywowanego proszku węgla krzemu, wykorzystywanego zwłaszcza do przygotowywania zawiesin wodnych stosowanych w formowaniu ceramiki techniką odlewania w formach gipsowych lub techniką odlewania ciśnieniowego.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 183937 sposób wytwarzania proszku węgla krzemu polega na tym, że mieszaninę proszkowych substratów Si + C w ilości odpowiadającej stosunkowi molowemu obu substratów 1:1 homogenizuje się, suszy, a następnie umieszcza się w komorze reakcyjnej w atmosferze azotu, po czym ogrzewa się punktowo złożę substratów do temperatury zapłonu, co inicjuje samorozprzestrzeniającą się sekwencyjną syntezę rozpoczynającą się od reakcji krzemu z azotem. Powstały azotek krzemu reaguje z węglem w dalszym przebiegu syntezy dając węgiel krzemu. Syntezę prowadzi się przy ciśnieniu azotu 1,2-5 MPa a temperaturę reakcji utrzymuje się powyżej 1850°C.

Proszek węgla krzemu przeznaczony do spiekania musi być aktywowany. Najczęściej stosowanym aktywatorem jest bór.

Z polskiego opisu patentowego nr 159981 znany jest sposób wytwarzania mikroproszku roztworu stałego boru w węglu krzemu, który polega na tym, że do homogenizowanej mieszaniny proszkowych substratów węgla i krzemu o składzie molowym C/Si w granicach 0,8 do 1,2 wprowadza się kwas borny w ilości 0,5 do 6,0%, ogrzewa się w atmosferze gazu obojętnego do temperatury 1573K, następuje wówczas samorozprzestrzeniająca się synteza w wyniku, której otrzymuje się proszek roztworu stałego boru w węglu krzemu o żądanym składzie chemicznym i fazowym.

Z polskiego opisu patentowego 159975 znany jest sposób sporządzania gęstwy lejnnej ze spiekalnego proszku węgla krzemu polegający na tym, że z proszku węgla krzemu o powierzchni właściwej 5 do 20 m²/g, zawierającego bór w postaci roztworu stałego lub mieszaninę SiC i B₄C, sporządza się zawiesinę z dodatkiem węglonośnej substancji organicznej, zawiesinę suszy się i wygrzewa w atmosferze gazu obojętnego, a następnie miele się do postaci proszku i sporządza gęstwą lejną rozprowadzając proszek w wodzie destylowanej z dodatkiem zasady amonowej, tak by pH gęstwy mieściło się w przedziale 7-9.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymania jednorodnego pod względem właściwości fizycznych, proszku węgla krzemu zawierającego trwale związane w jego strukturze, niezbędne do spiekania aktywatory.

Istota sposobu według wynalazku polega na tym, że do mieszaniny surowców wprowadza się wszystkie niezbędne składniki: krzem, węgiel i bór, przy czym stosunek molowy Si/C zawiera się w przedziale 0,90 - 0,99, a ilość boru wynosi 0,3 -0,5% masy krzemu i węgla. Mieszaninę homogenizuje się i ogrzewa do temperatury zainicjowania samorozwijającej się syntezy w atmosferze nie zawierającej tlenu, powstały w warunkach wybuchu termicznego materiał rozdrabnia się do powierzchni właściwej większej od 14 m²/g

Proszek zawiera zaokludowane wewnątrz ziaren SiC drobiny węgla i rozpuszczony w jego strukturze bór.

Sposób według wynalazku pozwala na uzyskanie jednorodnego proszku, w którym na trwale zdyspergowane są niezbędne do spiekania aktywatory, a właściwości powierzchni ziaren pozwalają wytwarzać z niego stabilne zawiesiny w wodne, jakie mogą być stosowane do formowania wyrobów metodami odlewania w formach gipsowych oraz odlewania pod ciśnieniem.

Przykład 1

Do proszku krzemowego o powierzchni właściwej większej od 2 m²/g odważonego w ilości X moli Si, dodaje się pylisty węgiel drzewny w ilości 1,05X moli C oraz proszek amorficznego boru w ilości 0,0185X moli B.

Zestawione wagowo surowce homogenizuje się, najlepiej z użyciem młynka kulowego w zawieszynie alkoholowej. Po ujednorodnieniu mieszaniny suszy się i umieszcza w tyglu grafitowym 3 umieszczonym w grafitowym elemencie grzejnym 2 i pozostawiając wewnętrzny kanał do ewakuacji gazów i po czym umieszcza w piecu z kontrolowaną atmosferą jak pokazano na rysunku, pozostawiając kanał ewakuacji gazów otwarty do atmosfery (synteza prowadzona jest w reaktorze otwarto-przepływowym).

Po przemyciu pieca argonem mieszaninę surowców/ogrzewa się aż do wystąpienia momentu zainicjowania samorozwijającej się syntezy (1250-1400°C), co objawia się wydzielaniem z reaktora gazu wskutek gwałtownego ogrzania złoża, którego temperatura wzrasta w momencie tzw. wybuchu

termicznego o około 1000°C. Z tego względu niezbędnym jest pozostawienie drogi ewakuacji ogrzanych gwałtownie gazów zawartych w porowatym złożu. Zanik wypływu gazów oznacza zakończenie syntezy. Po ochłodzeniu materiał uzyskany w wyniku syntezy należy rozdrobnić do uzyskania powierzchni właściwej większej od 14 m²/g. Tak przygotowany proszek można używać do przygotowania masy leejnej z SiC.

Przykład 2

Proszek krzemowy jak w przykładzie 1 miesza się z prekursorem węglowym np. żywicą fenolowo formaldehydową typu Novolak pozostawiającą po pirolizie znaną zawartość węgla. Mieszaninę krzemu i sproszkowanej żywicy zestawia się w proporcjach wagowych tak, aby stosunek molowy Si/C zawierał się w przedziale 0,99. Do odważonych surowców podstawowych dodaje się bór w ilości 0,3% wagowych w postaci proszku boru amorficznego lub 0,4% wag proszku węgla bora. Mieszaninę wstępnie miesza się na sucho przy użyciu mieszadła wolnoobrotowego, a następnie dodaje do niej, w trakcie mieszania, alkohol (denaturat lub inny alkohol np. izopropylowy) do momentu uzyskania jednorodnej pasty. Osuszając mieszaninę można uformować z niej brykiety. Brykiety należy umieścić wewnątrz otwartoprzepływowego reaktora grafitowego i ogrzewać w argonie do momentu zainicjowania samorozwijającego procesu SHS. Po ostudzeniu rozkrusza się i rozdrabnia do uzyskania rozwinięcia powierzchni właściwej większej od 14 m²/g.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania aktywowanego proszku węgla krzemu wykorzystujący samorozwijającą się reakcję syntezy, **znamienny tym**, że do mieszaniny surowców wprowadza się wszystkie niezbędne składniki: krzem, węgiel i bór, przy czym stosunek molowy Si/C zawiera się w przedziale 0,90 - 0,99, a ilość boru wynosi 0,3 - 0,5% masy krzemu i węgla, mieszaninę homogenizuje się i ogrzewa do temperatury zainicjowania samorozwijającej się syntezy w atmosferze nie zawierającej tlenu, a powstały w warunkach wybuchu termicznego materiał rozdrabnia się do powierzchni właściwej większej od 14 m²/g.

Rysunek

