

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



URZĄD
PATENTOWY
RP

OPIS PATENTOWY

155 664

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Int. Cl.⁵ C01B 31/36

Zgłoszono: 88 06 28 /P. 273411/

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 90 01 08

Opis patentowy opublikowano: 1992 05 29

Twórcy wynalazku: Roman Pampuch, Elżbieta Ermer, Jerzy Białoskórski, Jerzy Lis,
Ludosław Stobierski, Marian Rączka

Uprawniony z patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Kraków /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA PROSZKU β WĘGLIKA KRZEMU

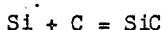
Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania proszku β węgla krzemu, który znajduje zastosowanie do wytwarzania spieków ceramicznych.

Istnieje szereg sposobów pozwalających otrzymać spiekalne proszki, są to synteza w drodze chemicznej krystalizacji z fazy gazowej, synteza plazmochemiczna i synteza laserowa. Najczęściej jednak stosowany jest sposób polegający na karbochemicznej redukcji krzemionki w wysokich temperaturach rzędu 3073 K, a następnie zmieleniu otrzymanego materiału i jego chemicznym oczyszczeniu drogą trawienia w kwasach i ługach.

Znany sposób wytwarzania proszku węgla krzemu SiC polega na ogrzewaniu w atmosferze zawierającej tlen mieszaniny krzemu, węgla i krzemionki. Produkt otrzymany w tych warunkach jest zanieczyszczony krzemionką i nie może być używany do spiekania bez uprzedniego oczyszczenia.

Celem wynalazku jest uzyskanie proszku węgla krzemu o tak wysokiej czystości, aby mógł być użyty do spiekania bez konieczności oczyszczania chemicznego.

Istota wynalazku polega na tym, że mikroproszek krzemu o czystości półprzewodnikowej oraz proszek węgla o rozwinięciu powierzchni nie mniejszym niż 10 m²/g zestawione w ilościach stechiometrycznych zgodnie z reakcją



miesza się z alkoholem, doprowadzając do ujednorodnienia w skali ziaren elementarnych. Następnie alkohol odparowuje się do zawartości alkoholu 10 %, w warunkach uniemożliwiających segregację substratów. Mieszaninę ogrzewa się w atmosferze czystego argonu do temperatury 1373 - 1573 K co inicjuje egzotermiczną reakcję syntezy, następuje samogrzanie się wsadu do temperatury rzędu 2273 K w czasie 10 - 30 sekund. W tym czasie następuje całkowite przereagowanie substratów. Po zakończeniu reakcji otrzymany węgiel krzemu chłodzi się w atmosferze beztlenowej do temperatury nie wyższej niż 773 K.

Intensywne wydzielenie ciepła i wysoka temperatura w trakcie egzotermicznej reakcji syntezy powodują oczyszczenie produktu wskutek odparowania zanieczyszczeń metalicznych oraz redukcję krzemionki, w wypadku gdyby w trakcie wstępnej preparatyki doszło do utleniania się krzemu.

Zaletą sposobu według wynalazku jest niska energochłonność, a uzyskany tym sposobem węgiel krzemu charakteryzuje się wysoką czystością, zawiera 99,5 % SiC, tlenu poniżej 0,10 % krzemu wolnego nie więcej niż 0,10 %, wolnego węgla 0,30 % oraz śladowe ilości innych zanieczyszczeń. Rozwinięcie powierzchni produktu wynosi 3 - 10 m²/g.

P r z y k ł a d I. 70 g proszku krzemowego o uziarnieniu 20 μm miesza się z 30 g sadzy pigmentowej. Mieszaninę należy rozprowadzić w 200 ml alkoholu etylowego. Mieszaninę ujednorodnia się mieszając mechanicznie, a następnie w celu zapewnienia homogeniczności w skali cząstek elementarnych mieszaninę poddaje dalszej homogenizacji w młynku koloidalnym. Mieszaninę odparowuje się, nie dopuszczając do segregacji ziaren substratów, do zawartości alkoholu nie przekraczającej 10 %. Następnie osuszoną mieszaninę ogrzewa się do temperatury 1473 K w atmosferze argonu w otwartym tyglu grafitowym. Wygrzewa się ją do momentu zainicjowania egzotermicznej reakcji syntezy, w trakcie której następuje samogrzanie się wsadu do temperatury 2273 K w ciągu 10 - 30 sek.

Po zakończeniu reakcji powstały węgiel krzemu ochładza się do temperatury 773 K, a dalsze schładzanie prowadzi się już w atmosferze powietrza.

P r z y k ł a d II. 84 g proszku krzemowego o uziarnieniu 20 μm miesza się z 36 g pylistego węgla aktywnego. Mieszaninę rozprowadza się w 300 ml spirytusu denaturowego i homogenizuje się przy użyciu homogenizatora ultradźwiękowego z jednoczesnym wymuszaniem mechanicznym ruchu masy w strefie działania dezintegratora. Następnie mieszaninę suszy się, mieszając mechanicznie w celu wykluczenia segregacji ziaren, po czym ogrzewa się ją w pojemniku grafitowym w atmosferze argonu do temperatury 1523 K do momentu zainicjowania samoogrzewania się mieszaniny, do osiągnięcia wewnętrznej temperatury 2273 K. Po zakończeniu reakcji powstały węgiel krzemu schładza się w atmosferze beztlenowej do temperatury 773 K w celu uchronienia go przed utlenieniem, a następnie w powietrzu do temperatury pokojowej.

P r z y k ł a d III. 70 g proszku krzemowego o uziarnieniu poniżej 20 μm miesza się z 30 g proszku mielonego grafitu o powierzchni właściwej powyżej 10 m²/g. Mieszaninę tę rozprowadza się w 300 ml spirytusu denaturowanego, a następnie homogenizuje się w ultradźwiękowym homogenizatorze z jednoczesnym wymuszeniem mechanicznym ruchu masy w strefie działania homogenizatora. Mieszaninę suszy się do zawartości alkoholu 10 %, jednocześnie mieszając, po czym umieszcza się w pojemniku grafitowym i ogrzewa w atmosferze argonu do temperatury 1573 K, w której inicjuje się reakcję egzotermiczną. Po zakończeniu gwałtownej reakcji powstały węgiel krzemu chłodzi się w atmosferze argonu do temperatury 773 K, a potem w powietrzu.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania proszku β węgla krzemu polegający na karbochemicznej redukcji krzemu węglem, z n a m i e n n y t y m, że mikroproszek krzemu o wysokiej czystości oraz proszek węgla o rozwinięciu powierzchni nie mniejszym niż 10 m²/g zestawione w ilościach stechiometrycznych miesza się z alkoholem, doprowadzając do ujednorodnienia w skali ziaren elementarnych, następnie alkohol odparowuje się, po czym mieszaninę ogrzewa się w atmosferze argonu do temperatury 1373 - 1573 K, po czym wsad samorzutnie ogrzewa się do temperatury 2273 K w czasie 10 - 30 sekund do całkowitego przereagowania substratów, a otrzymany węgiel krzemu chłodzi się w atmosferze beztlenowej do temperatury nie wyższej niż 773 K.