

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 101608

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 02.04.76 (P. 188448)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 07.11.77

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1979

**Int. Cl.² . C04B 35/10
H01M 8/02**



Twórcy wynalazku: Jerzy Raabe, Andrzej Szymański, Witold Tomassi,
Władysław Włosiński

Uprawniony z patentu: Ośrodek Naukowo-Produkcyjny Materiałów Półprzewodnikowych,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania spieku β - Al_2O_3

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania spieku β - Al_2O_3 . Spiek ten stosowany jest między innymi w ogniwie paliwowym jako element transportu jonów. Materiał do tego celu powinien posiadać dobrą przewodność jonów i dobre własności mechaniczne. Ogniwa z przegrodami wykonanymi z czystego β - Al_2O_3 mają korzystne parametry i mniej się wyczerpują.

Znany jest sposób (opis patentowy Wielkiej Brytanii nr 1185725) polegający na mieszaniu proszku α - Al_2O_3 z węglanem sodu z dodatkami SiO_2 i MgO . Mieszanina poddawana jest prasowaniu, wstępnemu spiekaniu w temperaturze 600°C , a następnie spiekaniu końcowemu w zasypce z tlenku glinu i węgla sodu w temperaturze 1600°C . Gęstość tak wytworzonego spieku wynosi około $2,53 \text{ g/cm}^3$, a zawartość fazy β - Al_2O_3 wynosi zaledwie 80%. Znany jest również sposób otrzymywania spieku β - Al_2O_3 na drodze syntezy z α - Al_2O_3 i Na_2O . W sposobie tym stosowane są dwa zabiegi termiczne: wstępne spiekanie w zakresie temperatur 1200 – 1500°C , w trakcie którego następuje synteza oraz spiekanie ostateczne w zakresie temperatur 1600 – 1800°C . Konieczność uciążliwego technologicznie, dwustopniowego spiekania wynika przede wszystkim stąd, że przemiana α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \beta$ - Al_2O_3 zachodzi z dużym przyrostem objętości (około 28%). W związku z tym należy rozdzielić proces wytwarzania spieku β - Al_2O_3 na proces syntezy i spiekania. Wadą tego procesu jest również to, że Na_2O zaczyna sublimować w temperaturze 1275°C , co uniemożliwia otrzymywanie stałego składu procentowego koniecznego do uzyskania czystego β - Al_2O_3 . Dodatkową wadą tego sposobu jest osadzanie się Na_2O na elementach grzejnych przez co obniża się ich żywotność.

Sposób wytwarzania spieku β - Al_2O_3 według wynalazku polega na tym, że proszek α - Al_2O_3 z wprowadzonymi naprężeniami do sieci krystalograficznej, miesza się z proszkiem NaAl_2O_3 , zawierającym dodatek soli sodu. Następnie mieszaniną tą prasuje się w kształtki pod ciśnieniem 1000 – 3000 kG/cm^2 , które następnie wypala się w temperaturze 400°C , po czym po pokryciu kształtek zasypką NaAl_2O_3 spieka się je w temperaturze 1600 – 1700°C w ciągu 2 godzin.

W innym wariantcie wykonania wynalazku, kształtki z α - Al_2O_3 , wykonane jak powyżej, umieszcza się bezpośrednio w zasypce NaAl_2O_3 i wygrzewa pod naciskiem około 300 kG/cm^2 w temperaturze 1550 – 1650°C w ciągu czterech godzin.

Opisanym sposobem wytworzono kształtki w postaci krążków o średnicy 30 mm i wysokości 8 mm, stanowiące przegrody jonowe w ogniwie sodowo-siarkowym. Tworzywo posiadało strukturę krystalograficzną $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$, wielkość ziaren (rozrost) $<8\mu\text{m}$ oraz gęstość $2,61\text{ G/cm}^3$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania spieku $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ z proszku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, z n a m i e n n y t y m, że proszek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ z wprowadzonymi naprężeniami do sieci krystalograficznej miesza się z proszkiem NaAl_2O_3 z dodatkiem soli sodu, prasuje w kształtki pod ciśnieniem $1000\text{--}3000\text{ kG/cm}^2$, które poddaje się wypalaniu w temperaturze 400°C , a następnie po pokryciu zasypką NaAl_2O_3 spieka w temperaturze $1600\text{--}1700^\circ\text{C}$ w ciągu 2 godzin.

2. Sposób wytwarzania spieku $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ z proszku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, z n a m i e n n y t y m, że proszek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ z wprowadzonymi naprężeniami do sieci krystalograficznej miesza się z proszkiem NaAl_2O_3 z dodatkiem soli sodu, prasuje kształtki pod ciśnieniem $1000\text{--}3000\text{ kG/cm}^2$, które umieszcza się w zasypce NaAl_2O_3 i wygrzewa się pod naciskiem około 300 kG/cm^2 w temperaturze $1550\text{--}1650^\circ\text{C}$ przez około cztery godziny.