



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 198 809

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 06 78
(21) PV 3870 - 78

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³ C 01 B 31/36

(40) Zveřejněno 17 09 79
(45) Vydáno 30 04 82

(75)

Autor vynálezu

K O T E K Vladimír ing., H R A D E C K R Á L O V Ě

(54)

Způsob výroby samovazného hutného karbidu křemíku

1

Vynález se týká způsobu výroby samovazného hutného karbidu křemíku (SiC) lisováním výchozí kompozice tlakem 100 až 140 MPa k získání výlisků a výpalem těchto výlisků v přítomnosti drceného křemíku při teplotě 2 000 až 2 200 °C.

Hutný polykrystalický karbid křemíku je v oblasti hmot na bázi karbidu křemíku materiálem špičkových vlastností. V současné době jednou z cest, které vedou k jeho přípravě, je metoda reakčního slinování, kdy vazná složka střeptu vzniká chemickou reakcí během výpalu. Tepelným zpracováním vhodně volené výchozí kompozice vzniká sekundární karbid křemíku, který spojuje primární zrna výchozí směsi v hutný celek. Vysoký obsah karbidu křemíku, malé množství příměsí dávají výrobku špičkové vlastnosti. Důležitou roli v procesu reakčního slinování představuje v současné době vhodné složení výchozí směsi. Do směsi karbidu křemíku různého granulometrického složení se vnáší kromě pojiva ještě látky, které slouží jako zdroj uhlíku pro reakci s křemíkem na sekundární karbid křemíku, tvořící vaznou složku.

Charakter těchto látek a způsob, jakým jsou do směsi vnášeny určuje další postup při zpracování polotovarů. Některé zdroje uhlíku vyžadují chemickou úpravu (polykondenzace furfuralu) nebo rekrystalizační výpal (dávkuje-li se uhlikatá látka do polotovaru v kapalném stavu), který předchází vlastnímu vysokoteplotnímu reakčnímu slinování, což zvyšuje náklady na výrobu hutného karbidu křemíku. Jsou známy i postupy, které se těmito komplikacím

vyhýbají. Ty však používají dosti vysoké procento látky, která slouží jako zdroj uhlíku (grafit, furfural, naftový koks), což má za následek vyšší obsah zbytkového uhlíku ve střepu a často vede k povrchovým vadám, zejména k praskání výrobku. Další nevýhodou je i okolnost, že dávkují-li se uhlikaté látky v kapalném stavu, je nutno použít dvojího výpalu na vysokou teplotu, až 2 200 °C, čímž se výroba prodražuje.

Uvedené nedostatky známého stavu techniky odstraňuje vynález, jehož podstatou je, že se jako výchozí kompozice použije směsi, sestávající ze 47 až 53 hmotnostních % karbidu křemíku o měrné velikosti zrna 630 až 800 μm a/nebo karbidu křemíku o měrné velikosti zrna 60 až 400 μm a 33 až 35 hmotnostních % karbidu křemíku mletého, jehož zbytek na síti 0,063 je menší než 5 %, a dále 8 až 11 hmotnostních % grafitu krystalického, jehož alespoň 50 % částic je menší než 5 μm a 100 % částic je menší než 12 μm , a 4 až 9 hmotnostních % pětiprocentního vodného roztoku sulfitového louhu nebo osmiprocentního vodného roztoku polyvinylalkoholu.

Výhodou vynálezu je, že hmota, obsahující relativně malé množství uhlikaté látky (do 15 % grafitu), má menší procento povrchových vad a vyžaduje pouze jednorázové tepelné zpracování, přičemž získaný materiál má stejné špičkové vlastnosti jako materiály získané výše uvedenými postupy.

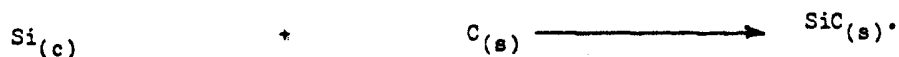
Vynález bude blíže popsán a vysvětlen na dvou příkladech možného provedení.

Příklad 1

V konkrétním příkladu provedení podle vynálezu byla připravena základní směs ve složení :

karbid křemíku o měrné velikosti zrna 630 až 800 μm	47,4 hmotnostních %
karbid křemíku o měrné velikosti zrna 250 až 315 μm	4,3 hmotnostních %
karbid křemíku mletý	34,5 hmotnostních %
grafit CR - 5 (tj. 100 % částic $\leq 12 \mu\text{m}$)	
obsah uhlíku minimálně 99,5 %, a	
obsah popele maximálně 0,5 %)	8,6 hmotnostních %
5%ní vodný roztok sulfitového louhu	5,2 hmotnostních %

Polotovary ve tvaru válečku o poloměru 15 mm a výšce 15 mm a trámečky 7 x 7 x 70 mm byly vytvářeny lisováním shora uvedené kompozice tlakem 140 MPa, uloženy do grafitových pouzder a zasypány vrstvou drceného křemíku dostatečné čistoty (minimálně 98 %) tak, že výška vrstvy křemíku přesahovala minimálně o 5 mm výšku výlisků. Křemík se pak v průběhu výpalu stal druhou komponentou reakce



Vlastní výpal se prováděl v inertní dusíkové atmosféře (může být též argonová) na teplotu 2 000 °C vhodně voleným režimem s výdrží na konečné teplotě 30 až 60 minut. Tímto postupem byl získán hutný polykrytalický karbid křemíku s vysokými fyzikálně - chemickými a mechanickými vlastnostmi, které jsou dále uvedeny :

objemová hmotnost	3,1 g/cm ³
nasákavost	0 %
mechanická pevnost v ohybu	110MPa
mechanická pevnost v tlaku	490MPa
tepelná vodivost	42 W/m.K
měrné teplo	590 J/kg.K
odolnost proti náhlým změnám	1 300 °C → 20 °C
teploty 10 cyklů	1 500 °C → 20 °C
střední součinitel teplotní délkové roztažnosti	4,03 °C ⁻¹ · 10 ⁻⁶

Příklad 2

V konkrétním příkladu podle vynálezu byla připravena základní směs o složení :

karbid křemíku o měrné velikosti zrna 200 až 250/μm	51,2 hmotnostních %
karbid křemíku o měrné velikosti zrna 63 až 80/μm	12,8 hmotnostních %
karbid mletý	21,3 hmotnostních %
grafit CR - 5 (viz příklad 1)	7,7 hmotnostních %
8%ní vodný roztok polyvinylalkoholu	7 hmotnostních %

Další postup byl stejný jako v prvním příkladu. Výsledný materiál měl tyto vlastnosti :

objemová hmotnost	3,02 g/cm ³
nasákavost	0 %
mechanická pevnost v ohybu	90MPa
mechanická pevnost v tlaku	795MPa
tepelná vodivost	30 W/m.K
měrné teplo	690 J/kg.K

Hutný samovazný karbid křemíku nachází použití v řadě aplikací, které využívají jeho vysokou pevnost, tepelnou vodivost, odolnost proti teplotnímu rázu a korozi. Jedná se o součásti tepelných výměníků, sálové topné trubky, formy pro odlévání kovu, ochranná pouzdra pro pyrometry, různé otěruvzdorné součásti, jako trysky, písty čerpadel a kuličková ložiska. Jako perspektivní se jeví využití hutného karbidu křemíku v generátorech.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby samovazného hutného karbidu křemíku lisováním výchozí kompozice tlakem 100 až 140MPa k získání výlisků a výpalem těchto výlisků v přítomnosti drceného křemíku při teplotě 2 000 až 2 200 °C, vyznačený tím, že se jako výchozí kompozice použije směsi, sestávající ze 47 až 53 hmotnostních % karbidu křemíku o měrné velikosti zrna 630 až 800/μm a/nebo karbidu křemíku o měrné velikosti zrna 60 až 400/μm, 33 až 35 hmotnostních % karbidu křemíku mletého, jehož zbytek na síti 0,063 je menší než 5 %, 8 až 11 hmotnostních % grafitu krystalického, jehož alespoň 50 % částic je menší než 5/μm

a 100 % částic je menší než 12,um, a 4 až 9 hmotnostních % pětiprocentního vodného roztoku sulfitového louhu nebo osmiprocentního vodného roztoku polyvinylalkoholu.