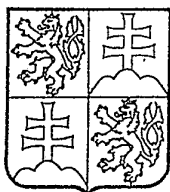


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

272 943

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.
C 04 B 35/58

(21) PV 1382-89.Q

(22) Přihlášeno 06 03 89

(40) Zveřejněno 13 06 90

(45) Vydáno 16 12 91

(75) Autor vynálezu

HUBÁČEK MILAN ing., BEROUN,
BRONEC JOSEF,
BROŽEK VLASTIMIL doc. ing. CSc.,
ŘEHÁK BORIS ing. CSc., PRAHA

(54)

Způsob přípravy práškového diboridu titanu

(57) Řešení se týká přípravy práškového diboridu titanu, představujícího důležitou komponentu kompozitní elektrovedivé keramiky, a využívá vysoké reaktivity kovového titanu s vodíkem při teplotě 400 až 1 200 °C, s nímž tvoří snadno dezintegrovatelný hydrid. Úpravou zrnitosti hydridu titanu a jeho následnou reakcí s hexagonálním nitridem boritým byl připraven diborid titanu vyhovujících chemických i fyzikálních parametrů pro účely tlakového slinování keramiky v soustavě TiB_2 -BN.

Vynález se týká způsobu přípravy práškového diboridu titanu, který slouží zejména jako výchozí prášková surovina pro výrobu kompozitní, elektricky vodivé a chemicky odolné keramiky, používané zejména pro vakuové napařování kovů jako hliníku, zinku aj., na povrch polymerových a papírových fólií.

V současné době se práškový diborid titanu připravuje zejména elektrolýzou z tavenin, obsahujících oxidicky vázaný bor a titan, méně přímou syntézou těchto prvků nebo pyrolýzou plynné fáze, obsahující těžké sloučeniny obou prvků. Nevýhodou pyrolýzy a přímé syntézy je nákladnost přípravy výchozích surovin i vlastního technologického procesu. Nevýhodou produktů elektrolýzy je zejména kontaminace produktů nezreagovaných výchozím materiálem a nevhodná morfologie částic produktu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy práškového diboridu titanu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se kusový titan nebo titanová houba hydriduje při teplotě 400 až 1 200 °C po dobu 10 minut až tří hodin, vzniklé hydridy titanu se dezintegrují na zrnitost do 10 mikrometrů a potom mísí s nitridem boritým, načež se směs žihá v inertní atmosféře například v argonu nebo ve vakuu při teplotě 1 400 až 2 600 °C po dobu 20 minut až 4 hodin.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že kovový titan, jehož kusovost by negativně ovlivnila výtěžek diboridu titanu a jeho zrnitost se v první fázi převede na křehký hydrid titanu, který lze dobře a snadno mlít s vysokým výtěžkem mikronové a submikronové fáze. Hydrid titanu ochotně reaguje s nitridem boritým za vzniku diboridu titanu za současného uvolnění dusíku a vodíku. Tímto způsobem lze zpracovat kusový titan v libovolné formě, zejména titanovou houbu nebo šrot odpadající při dělení a obrábění výrobků z kovového titanu. Další výhodou je snadné řízení zrnitosti diboridu titanu, jeho vysoká slinovací aktivita a nepřítomnost oxidických příměsí a volného boru. Pro účely výroby elektricky vodivé keramiky není na závadu přítomnost určitého množství nižších boridů titanu, nitridu titanu a nezreagovaného nitridu boritého.

Příklad 1

Do křemenné retorty bylo umístěno 500 kg titanové houby s maximální kusovostí 20 cm. Vsázka byla žihána 2 hodiny v atmosféře vodíku o průtočné rychlosti 1 cm/s při teplotě 750 °C. Po této době byl produkt pod neustálým průtokem vodíku zchlazen. Částečně rozpadlý produkt byl po dvě hodiny mlet v rotačním kulovém mlýnu. Po skončení mletí byla proséváním odstraněna frakce mající velikost částic větší než 10 mikrometrů. Do nádoby rotačního kulového mlýna byl vsypán 1,1 hmot. dílu podsítné frakce hydridu titanu a jeden hmot. díl hexagonálního nitridu boritého. Po pětihodinovém homogenizačním mletí byla tato směs vsypána do grafitového kelímku, který byl indukčně vyhřát na teplotu 1 700 °C pod ochrannou atmosférou argonu. Po hodinovém žihání byl zchladlý produkt analyzován. Chemická a rentgenstrukturální analýza ukázaly, že byl připraven diborid titanu, obsahující 10 % hmot. směsi nižších boridů titanu, nitridu titanu a nitridu boritého.

Příklad 2

Stejným způsobem jako v předchozím příkladu byl připraven hydrid titanu. Hydridovány však byly titanové špony, jejichž tloušťka činila maximálně 1 mm. Do nádoby rotačního kulového mlýna byl vsypán hydrid titanu, jehož maximální velikost částic činila 10 mikrometrů. K němu bylo přidáno stejné množství turbostratické formy hexagonálního nitridu boritého. Po šestihodinovém homogenizačním mletí byla směs vsypána do grafitového kelímku, který byl indukčně vyhřát na teplotu 1 850 °C. Tlak okolní atmosféry při žihání byl udržován na hodnotě $2 \cdot 10^{-3}$ torr. Po skončení žihání, které trvalo 90 minut, byl pecní prostor naplněn argonem na hodnotu atmosférického tlaku. Takto

připravený produkt měl šedou, kovově matnou barvu a chemická a rentgenstrukturální analýza ukázala, že byl připraven diborid titanu, obsahující 4 % hmot. příměsí tvořených zejména hexagonálním nitridem boritým a v malé míře nižšími boridy titanu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy práškového diboridu titanu pro použití v keramickém průmyslu, vyznačující se tím, že se kusový titan nebo titanová houba hydriduje při teplotě 400 až 1 200 °C po dobu 10 minut až 3 hodin, vzniklé hydridy titanu se dezintegrují na zrnitost do 10 mikrometrů a potom se smísí s nitridem boritým, načež se směs žihá v inertní atmosféře jako v argonu nebo ve vakuu při teplotě 1 400 až 2 600 °C po dobu 20 minut až 4 hodin.