



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

258943

(41)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 04 B 35/58

(22) Přihlášeno 24 02 87

(21) PV 1228-87.S

(40) Zveřejněno 15 01 88

(45) Vydáno 14 04 89

(75)

Autor vynálezu

BROŽEK VLASTIMIL doc. ing. CSc., PRAHA, HUBÁČEK MILAN ing., BEROUN,
BALÁŽ MILAN ing., OBORIL JÁN ing., POPRAD, TESÁŘÍK BOHUMIL dr. ing.,
NÁGR JINDŘICH ing., KAZNĚJOV

(54) Topné keramické elementy pro elektrický odporový a indukční ohřev
a způsob jejich výroby

Topné keramické elementy pro elektrický odporový a indukční ohřev s teplotní odolností do 2 300 °C a odolností vůči teplotnímu šoku 1 500, obsahují 25 až 74 % hmot. nitridu boritého, 25 až 74 % hmot. boridu titanu a/nebo zirkonia a 1 až 5 % hmot. halogenidu kovu I.A nebo II.A skupiny, s výhodou fluorid lithný. Způsob výroby keramických elementů spočívá v tom, že se prášková homogenní směs turbostratického nitridu boritého a boridů titanu a/nebo zirkonia a halogenidu kovu I.A nebo II.A skupiny se zahřívá při teplotě 1 700 až 1 900 °C a lisuje při tlaku 5 až 40 MPa.

Vynález se týká topných keramických elementů pro elektrický odporový a indukční ohřev.

V současné době se jako topné elementy pro ohřev elektrickým proudem na teploty vyšší než 1 500 °C používají vysokotavitelné kovy (wolfram, molybden), grafit nebo keramika na bázi karbidu křemíku a silicidu molybdenu (silit, superkanthal). Často však tyto materiály vykazují nízkou chemickou stálost vůči oxidační atmosféře, vůči zahřívání nebo tavenému materiálu. Rovněž na závadu je pórovitost materiálů na bázi nitridu boritého a boridu titanu určených pro styk s roztavenými kovy. Materiál topného elementu musí dále vykazovat dobrou odolnost vůči náhlým změnám teploty a snadnou strojní obrobitelnost.

Výše uvedeným podmínkám vyhovují topné keramické elementy pro elektrický odporový a/nebo indukční ohřev s teplotní odolností do 2 300 °C a odolností vůči teplotnímu šoku 1 500 na bázi nitridu boritého a boridů titanu nebo zirkonia, podle vynálezu, který spočívá v tom, že obsahují 25 až 74 % hmot. nitridu boritého a 25 až 74 % hmot. boridu titanu a/nebo zirkonia a 1 až 5 % hmot. halogenidu kovu I.A nebo II.A skupiny, například fluorid lithný.

Způsob výroby topných keramických elementů podle vynálezu spočívá v tom, že se prášková homogenní směs turbostratického nitridu boritého, boridu titanu a/nebo zirkonia a halogenidu kovu I.A nebo II.A skupiny současně zahřívá při teplotě 1 700 až 1 900 °C a lisuje při tlaku 5 až 40 MPa. Turbostratický práškový nitrid boritý se stupněm neuspořádanosti daným hodnotou poměru intenzit difrakčních reflexí

$$= \frac{I(100) + I(101)}{I(102)} = 30,$$

se připraví zahříváním směsi kyseliny borité a močoviny v proudu dusíku a/nebo amoniaku na teplotu 900 až 1 400 °C tak, aby výsledný produkt podle rtg. analýzy vykazoval nízký stupeň hexagonality, charakterizovaný maximálně 5 % intenzity difrakční linie hkl 112.

Nitrid boritý ve směsi pro přípravu elektricky vodivé keramiky zastává funkci pojiva, vodivost materiálu zajišťují boridy titanu a zirkonia. Halogenidy kovů alkalických zemin nebo alkalických kovů, s výhodou fluorid lithný zvyšují hutnost, respektive snižují pórovitost keramického materiálu. Keramika připravená podle vynálezu obsahuje maximálně 5 % obj. pórů. Vyšší pórovitost je pro aplikace s roztavenými kovy nepřijatelná.

Způsob výroby a vlastnosti jsou objasněny na následujících příkladech.

P ř í k l a d 1

Směs 69 % nitridu boritého o zrnitosti 1 až 20 μm, 30 % diboridu titanu TiB_2 o zrnitosti 10 až 60 μm a 1 % fluoridu lithného LiF se mícháním v kulovém mlýnu zhomogenizuje a vpraví do grafitové lisovací formy s oboustranným pístem (razníkem) a lisuje tlakem 10 MPa při teplotě 1 800 °C po dobu 60 minut. Výsledná analýza kompaktního produktu:

rtg. fázová analýza: heterogenní směs hexagonálního BN se stupněm neuspořádanosti
 $\alpha_{\text{HEX}} = 1,90$ a TiB_2 se strukturou typu H 20 a mřížkovými parametry
 $a = 0,3032 \text{ nm}$, $c = 0,3222 \text{ nm}$.
 modul pružnosti: 10 GPa
 elektrická vodivost (rezistivita) $\rho = 1,7 \cdot 10^{-5} \text{ Ohm.m}$
 koeficient odolnosti vůči termickému šoku TST = 1 500
 měrná hmotnost: 3 588 g/cm³
 porozita: 4,9 %
 rozložení pórů: viz kopie záznamu z porozimetru obr. 1

P ř í k l a d 2

Směs 29 % BN, 50 % TiB_2 , 17 % ZrB_2 a 4 % LiF se homogenizuje v kulovém mlýnu a potom žárově lisuje v grafitové lisovací formě při teplotě 1 850 °C tlakem 20 MPa po dobu 2 hodin. Výsledná analýza kompaktního produktu:

rtg. fázová analýza: směs tří fází krystalograficky dokonale vyvinutého hexagonálního nitridu boritého se stupněm neuspořádanosti α HEX = 1,8 dále TiB_2 a ZrB_2 s mřížkovými parametry odpovídajícími tabelovaným hodnotám
 ASTM $a_{\text{TiB}_2} = 0,383 \text{ nm}$, $c_{\text{TiB}_2} = 0,322 \text{ nm}$, $a_{\text{ZrB}_2} = 0,3156 \text{ nm}$, $c_{\text{ZrB}_2} = 0,3536 \text{ nm}$.
 modul pružnosti: 0,6 GPa
 rezistivita: $\rho = 1,02 \cdot 10^{-6} \text{ Ohm.m}$
 koeficient odolnosti vůči termickému šoku TSR = 900
 měrná hmotnost: $3,588 \text{ g/cm}^3$
 porozita: 5,5 %
 rozložení pórů: viz záznam z porozimetru obr. 2

Pro svou vysokou odolnost vůči změnám teploty, charakterizovanou hodnotou TSR = 900 až 1 500, teplotní i chemickou stabilitu vůči oxidační atmosféře a roztaveným kovům (hliníku, zinku, stříbru, mědi, oceli) a snadnou obrobitelnost (řezání a broušení) lze topné keramické elementy podle vynálezu použít jako:

- odporově nebo indukčně topné články pro ohřev až do teploty 2 000 °C (dlouhodobě) a 2 300 °C (krátkodobě),
- kelímky nebo retorty pro tavení kovů, skel a strusek,
- součásti krystalizátorů kovů
- držáky targetů v plazmové-ionizačních komorách.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Topné keramické elementy pro elektrický odporový a indukční ohřev, s teplotní odolností do 2 300 °C a odolností vůči teplotnímu šoku 1 500 na bázi nitridu boritého a boridů titanu nebo zirkonia, vyznačující se tím, že obsahují 25 až 74 % hmot. nitridu boritého, 25 až 74 % hmot. boridu titanu a/nebo zirkonia a 1 až 5 % hmot. halogenidu kovu I.A nebo II.A skupiny, zejména fluorid lithný.

2. Způsob výroby keramických elementů podle bodu 1, vyznačující se tím, že se prášková homogenní směs turbostratického nitridu boritého a boritu titanu a/nebo zirkonia a halogenidu kovu I.A nebo II.A skupina například fluorid lithný, současně zahřívá při teplotě 1 700 až 1 900 °C a lisuje při tlaku 5 až 40 MPa.