



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106927802 A

(43)申请公布日 2017. 07. 07

(21)申请号 201710161949.3

(22)申请日 2017.03.17

(71)申请人 邹亚静

地址 400000 重庆市江北区野水沟125号附
20号

(72)发明人 邹亚静

(74)专利代理机构 北京冠和权律师事务所
11399

代理人 朱健 陈国军

(51) Int. Cl.

C04B 35/14(2006.01)

C04B 35/622(2006.01)

C30B 28/06(2006.01)

C30B 29/06(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法

(57)摘要

本发明提供了一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,包括以下步骤:步骤S1、将熔融石英砂、水、丙烯酰胺和交联剂混合并充分搅拌,得到料浆;步骤S2、在不锈钢模具的内表面上涂覆粒度在30微米以内的熔融石英砂,再向所述不锈钢模具内浇注所述浆料;步骤S3、将浇注后的不锈钢模具置于烘箱中进行保温固化,并脱模得到坩埚坯体;步骤S4、对所得坩埚坯体依次进行干燥和烧成,得到注凝成型熔融石英坩埚。所涂覆熔融石英砂会烧结形成更加致密的一层熔融石英砂陶瓷层,从而提高了坩埚外表面的致密度和强度,减少了坩埚外表面容易发生开裂直至碎裂的几率。

1. 一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤S1、将熔融石英砂、水、丙烯酰胺和交联剂混合并充分搅拌,得到料浆;

步骤S2、在不锈钢模具的内表面上涂覆粒度在30微米以内的熔融石英砂,再向所述不锈钢模具内浇注所述浆料;

步骤S3、将浇注后的不锈钢模具置于烘箱中进行保温固化,并脱模得到坩埚坯体;

步骤S4、对所得坩埚坯体依次进行干燥和烧成,得到注凝成型熔融石英坩埚。

2. 根据权利要求1所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,步骤S1包括:

将40-50份块状熔融石英砂投入研磨机中加水研磨,粒度控制在30微米以内;上述浆料陈化10天后,再向料浆中加入20-25份粒度50~100微米、25-35份粒度为250~350微米的熔融石英砂,然后加入丙烯酰胺、交联剂充分搅拌直至料浆温度达到30~45摄氏度。

3. 根据权利要求2所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,步骤S2中,先对料浆进行真空除泡,再压力注入不锈钢模具,同时辅以震动,震动频率为20~40次/分钟,振幅~3毫米,浇注完成后静止15~30分钟。

4. 根据权利要求3所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,步骤S3中,把浇注后的不锈钢模具至于40~100度的烘箱中,保温1~5小时。

5. 根据权利要求4所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,步骤S4中,脱模后先在湿度大于80%的环境下干燥1~12小时,然后在100~200度的烘箱中干燥20~30小时;

将干燥后的生坯放入窑炉烧成,先在氧化气氛中保护6~10小时、而后在还原气氛中保护5~50小时,烧成温度1000~1300度,烧成时间为15~56小时,所得坩埚即为熔融石英陶瓷坩埚。

6. 根据权利要求1至5中任一项所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,在不锈钢模具的内表面上涂覆粒度在30微米以内的熔融石英砂的步骤包括:

将粒度在30微米以内的熔融石英砂和有机涂覆溶剂混合均匀,得到涂覆浆料;

将涂覆浆料涂覆至不锈钢模具的内表面上。

7. 根据权利要求6所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,在不锈钢模具的内表面上涂覆所形成熔融石英砂层的厚度为5-30mm。

8. 根据权利要求6所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,粒度在30微米以内的熔融石英砂和有机涂覆溶剂按照体积比1:5-1:15混合。

9. 根据权利要求6所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,所述有机涂覆溶剂为聚氨酯涂覆剂或丙烯酸酯胶粘剂。

10. 根据权利要求6所述的一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,其特征在于,得到涂覆浆料的步骤中,将粒度在30微米以内的熔融石英砂、有机涂覆溶剂和有机减水剂按照体积比1:5-15:0.1-0.5混合均匀。

一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及熔融石英坩埚的制造技术领域,具体涉及一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法。

背景技术

[0002] 熔融石英陶瓷坩埚是多晶硅铸锭过程中的易耗品,每台多晶炉每年需要陶瓷方坩埚约120支。07年国内坩埚需求~12万支每年,如今年最近两年又呈爆发式增长。目前市场上熔融石英坩埚的主流技术注浆成型(slipcasting)。注浆成型是传统的成型工艺,其特点是产品密度高($1.89\sim 2.0\text{g}/\text{cm}^3$),强度较高。但注浆成型工艺有无法克服的诸多缺点:1,注浆用的石膏模质量不稳定,时有波动以致影响坩埚质量;2,注浆成型的生坯强度低,生产大尺寸坩埚难度很大;3,注浆成型结构不均匀,甚至有夹层,强度较低;4模具使用次数有限,模具成本很高;5,烧成后坩埚底部需要打磨,成本大幅度提高;6,成型温度湿度等的要求很高。目前880坩埚是市场主流,但1024坩埚甚至更大的坩埚是日后发展的方向。注浆成型成型做这样大型坩埚难度很大,凸显注浆法的局限性。

[0003] 注凝成型(gelcasting)是新型的陶瓷制备工艺,该工艺具有生坯强度高、生产周期短、可一次成型等显著优点,生产大型熔融石英坩埚具有无可比拟的优势。国内很少厂家用注凝成型制备石英陶瓷坩埚,并且与注浆成型生产的坩埚相比,注凝成型的坩埚密度偏低(约 $1.80\text{g}/\text{cm}^3$),过低的密度对坩埚的性能有严重影响。特别是在使用过程中,坩埚外表面因接触高温作用,使得坩埚外表面容易发生开裂,直至碎裂。

发明内容

[0004] 因此,本发明要解决的技术问题在于克服现有技术中坩埚外表面容易发生开裂直至碎裂的缺陷。

[0005] 为此,本发明提供了一种注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,包括以下步骤:步骤S1、将熔融石英砂、水、丙烯酰胺和交联剂混合并充分搅拌,得到料浆;步骤S2、在不锈钢模具的内表面上涂覆粒度在30微米以内的熔融石英砂,再向所述不锈钢模具内浇注所述浆料;步骤S3、将浇注后的不锈钢模具置于烘箱中进行保温固化,并脱模得到坩埚坯体;步骤S4、对所得坩埚坯体依次进行干燥和烧成,得到注凝成型熔融石英坩埚。

[0006] 优选的,步骤S1包括:将40~50份块状熔融石英砂投入研磨机中加水研磨,粒度控制在30微米以内;上述浆料陈化10天后,再向料浆中加入20~25份粒度50~100微米、25~35份粒度为250~350微米的熔融石英砂,然后加入丙烯酰胺、交联剂充分搅拌直至料浆温度达到30~45摄氏度。

[0007] 优选的,步骤S2中,先对料浆进行真空除泡,再压力注入不锈钢模具,同时辅以震动,震动频率为20~40次/分钟,振幅~3毫米,浇注完成后静止15~30分钟。

[0008] 优选的,步骤S3中,把浇注后的不锈钢模具至于40~100度的烘箱中,保温1~5小时。

[0009] 优选的,步骤S4中,脱模后先在湿度大于80%的环境下干燥1~12小时,然后在100~200度的烘箱中干燥20~30小时;将干燥后的生坯放入窑炉烧成,先在氧化气氛中保护6~10小时、而后在还原气氛中保护5~50小时,烧成温度1000~1300度,烧成时间为15~56小时,所得坩埚即为熔融石英陶瓷坩埚。

[0010] 优选的,在不锈钢模具的内表面上涂覆粒度在30微米以内的熔融石英砂的步骤包括:将粒度在30微米以内的熔融石英砂和有机涂覆溶剂混合均匀,得到涂覆浆料;将涂覆浆料涂覆至不锈钢模具的内表面上。

[0011] 优选的,在不锈钢模具的内表面上涂覆所形成熔融石英砂层的厚度为5-30mm。

[0012] 优选的,粒度在30微米以内的熔融石英砂和有机涂覆溶剂按照体积比1:5-1:15混合。

[0013] 优选的,所述有机涂覆溶剂为聚氨酯涂覆剂或丙烯酸酯胶粘剂。

[0014] 优选的,得到涂覆浆料的步骤中,将粒度在30微米以内的熔融石英砂、有机涂覆溶剂和有机减水剂按照体积比1:5-15:0.1-0.5混合均匀。

[0015] 本发明技术方案,具有如下优点:

[0016] 本发明提供的注凝成型熔融石英坩埚的制造方法,在不锈钢模具的内表面上涂覆粒度在30微米以内的熔融石英砂,再向所述不锈钢模具内浇注浆料,浆料中水、丙烯酰胺和交联剂会向所涂覆熔融石英砂扩散及分散,再经过后续浇注、保温固化、干燥和烧成后,所涂覆熔融石英砂会烧结形成更加致密的一层熔融石英砂陶瓷层,从而提高了坩埚外表面的致密度和强度,减少了坩埚外表面容易发生开裂直至碎裂的几率。

[0017] 本工艺攻克了注凝成型制备石英陶瓷坩埚密度偏低的难题,所得产品的密度 $1.88-1.99\text{g}/\text{cm}^3$,与注浆成型所得坩埚的密度一致。综合而言工艺具有如下特点:1、生坯强度高,合格率高;2、坩埚的密度高,与注浆成型所得坩埚密度一致;3、浇注方便、成型周期短;4、一次成型,无需过多加工,故成本远低于注浆成型;5、结构均匀、强度高;6、生产大型坩埚(1024mm及以上尺寸)具有无可比拟的优势;7、投入少、见效快、风险低,与注浆成型相比,无论是场地还是设备都少很多。

具体实施方式

[0018] 下面将对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0019] 案例1

[0020] 将粒度在25微米以内的熔融石英砂和聚氨酯涂覆剂按照体积比1:5混合,将涂覆浆料涂覆至不锈钢模具的内表面上,所形成熔融石英砂层的厚度为30mm。

[0021] 将50份块状高纯石英砂(其组份的质量百分比为:二氧化硅>99.75%,氧化铁<38ppm,氧化铝<950ppm,其他为不可避免的杂质,如钾氧化物、钠氧化物、镁氧化物或钙氧化物等)投入球磨机中进行湿法球磨,粒径控制在10微米以内,陈化8天后再加入60微米、220微米的高纯熔融石英砂各25份,然后加入丙烯酰胺单体、过氧化二异丙苯交联剂充分搅拌,充分搅拌直至料浆温度达到35摄氏度,理化指标检测合格后,真空除泡后压力注入涂覆有粒度在25微米以内的熔融石英砂的不锈钢模具,同时辅以轻微震动,震动频率30次/分

钟,振幅3毫米。浇注完成后静止20分钟。在50摄氏度的烘房放置5小时后,取出脱模,生坯在湿度大于80%的环境下干燥10小时,而后在200摄氏度的环境下干燥25小时。将干燥后的生坯放入窑炉烧成,先在氧化气氛保护8小时、而后还原气氛保护45小时。烧成温度1100度,烧成时间为55小时,所得坩埚即为熔融石英陶瓷坩埚样品1。

[0022] 实施例2

[0023] 将粒度在25微米以内的熔融石英砂和聚氨酯涂覆剂按照体积比1:15混合,将涂覆浆料涂覆至不锈钢模具的内表面上,所形成熔融石英砂层的厚度为5mm。

[0024] 将45份块状高纯石英砂(其组份的质量百分比为:二氧化硅>99.8%,氧化铁<25ppm,氧化铝<400ppm,其他为不可避免的杂质,如钾氧化物、钠氧化物、镁氧化物或钙氧化物等)投入球磨机中进行湿法球磨,粒径控制在20微米以内,陈化10天后加入20份80微米的高纯熔融石英砂、35份300微米的高纯熔融石英砂,然后加入丙烯酰胺单体、过氧化二异丙苯交联剂充分搅拌,充分搅拌直至料浆温度达到40摄氏度,理化指标检测合格后,真空除泡后压力注入涂覆有粒度在25微米以内的熔融石英砂有不锈钢模具,同时辅以轻微震动,震动频率38次/分钟,振幅5毫米。浇注完成后静止25分钟。然后在80摄氏度的烘房放置3小时后,取出脱模,生坯在湿度大于80%的环境下干燥6小时,而后在180摄氏度的环境下干燥21小时。将干燥后的生坯放入窑炉烧成,先在氧化气氛保护10小时、而后还原气氛保护30小时。烧成温度1200度,烧成时间为30小时,所得坩埚即为熔融石英陶瓷坩埚样品2。

[0025] 案例3

[0026] 将粒度在25微米以内的熔融石英砂、聚氨酯涂覆剂、聚丙烯酰胺减水剂按照体积比1:10:0.1混合,将涂覆浆料涂覆至不锈钢模具的内表面上,所形成熔融石英砂层的厚度为20mm。

[0027] 将40份块状高纯石英砂(其组份的质量百分比为:二氧化硅>99.95%,氧化铝<10ppm,其他为不可避免的杂质,如钾氧化物、钠氧化物、镁氧化物或钙氧化物等)投入球磨机中进行湿法球磨,粒径控制在25微米以内,陈化12天后加入25份90微米的高纯熔融石英砂、35份330微米的高纯熔融石英砂,然后加入丙烯酰胺单体、过氧化二异丙苯交联剂充分搅拌,充分搅拌直至料浆温度达到45摄氏度,理化指标检测合格后,真空除泡后压力注入涂覆有粒度在25微米以内的熔融石英砂有不锈钢模具,同时辅以轻微震动,震动频率25次/分钟,振幅2毫米。浇注完成后静止15分钟。然后在100摄氏度的烘房放置2小时后,取出脱模,生坯在湿度大于80%的环境下干燥3小时,而后在120摄氏度的环境下干燥28小时。将干燥后的生坯放入窑炉烧成,先在氧化气氛保护6小时、而后还原气氛保护10小时。烧成温度1200度,烧成时间为30小时,所得坩埚即为熔融石英陶瓷坩埚样品3。

[0028] 案例4

[0029] 将粒度在25微米以内的熔融石英砂、聚氨酯涂覆剂、聚丙烯酰胺减水剂按照体积比1:10:0.5混合,将涂覆浆料涂覆至不锈钢模具的内表面上,所形成熔融石英砂层的厚度为20mm。

[0030] 将40份块状高纯石英砂(其组份的质量百分比为:二氧化硅>99.95%,氧化铝<10ppm,其他为不可避免的杂质,如钾氧化物、钠氧化物、镁氧化物或钙氧化物等)投入球磨机中进行湿法球磨,粒径控制在25微米以内,陈化12天后加入25份90微米的高纯熔融石英砂、35份330微米的高纯熔融石英砂,然后加入丙烯酰胺单体、过氧化二异丙苯交联剂充分

搅拌,充分搅拌直至料浆温度达到45摄氏度,理化指标检测合格后,真空除泡后压力注入涂覆有粒度在25微米以内的熔融石英砂的不锈钢模具,同时辅以轻微震动,震动频率25次/分钟,振幅2毫米。浇注完成后静止15分钟。然后在100摄氏度的烘房放置2小时后,取出脱模,生坯在湿度大于80%的环境下干燥3小时,而后在120摄氏度的环境下干燥28小时。将干燥后的生坯放入窑炉烧成,先在氧化气氛保护6小时、而后还原气氛保护10小时。烧成温度1200度,烧成时间为30小时,所得坩埚即为熔融石英陶瓷坩埚样品4。

[0031] 对比例

[0032] 将40份块状高纯石英砂(其组份的质量百分比为:二氧化硅>99.95%,氧化铝<10ppm,其他为不可避免的杂质,如钾氧化物、钠氧化物、镁氧化物或钙氧化物等)投入球磨机中进行湿法球磨,粒径控制在25 微米以内,陈化12天后加入25份90微米的高纯熔融石英砂、35份330微米的高纯熔融石英砂,然后加入丙烯酰胺单体、过氧化二异丙苯交联剂充分搅拌,充分搅拌直至料浆温度达到45摄氏度,理化指标检测合格后,真空除泡后压力注入不锈钢模具(未涂覆有粒度在25微米以内的熔融石英砂),同时辅以轻微震动,震动频率25次/分钟,振幅2毫米。浇注完成后静止15分钟。然后在100摄氏度的烘房放置2小时后,取出脱模,生坯在湿度大于80%的环境下干燥3小时,而后在120摄氏度的环境下干燥28小时。将干燥后的生坯放入窑炉烧成,先在氧化气氛保护6小时、而后还原气氛保护10小时。烧成温度1200度,烧成时间为30小时,所得坩埚即为熔融石英陶瓷坩埚样品5。

[0033] 对上述石英坩埚产品进行性能检测,其主要性能指标见表1。

[0034] 表1

[0035]

检测项目	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5
抗弯强度(MPa)	32.9	36.4	35.5	35.2	26.7
体 积 密 度 (g/cm ³)	1.99	1.97	2.01	2.02	1.86
表面气孔率(%)	11.3	11.1	11.2	11.2	12.8
线性膨胀系数 (10 ⁻⁶ /°C)	0.51	0.49	0.48	0.48	0.6

[0036] 显然,上述实施例仅仅是为清楚地说明所作的举例,而并非对实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动。这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。而由此所引伸出的显而易见的变化或变动仍处于本发明创造的保护范围之内。