



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 746

(21) PV 1845-89.E
(22) Přihlášeno 24 03 89

(40) Zveřejněno 12 09 89
(45) Vydáno 06 02 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 21/064

(75) Autor vynálezu MATÚS EDUARD ing., ŠUMPERK

(54) Způsob přípravy směsi pro syntézu kubického
nitridu boru

(57) Podstata řešení spočívá v tom, že před syntézou se žárově dohutní směs v poměru 90 : 10 až 10 : 90 % hmot. prášků hexagonálního nitridu boru a katalyzátoru, jako nitridu lithno-boritého Li_3BN_2 nebo nitridu lithno-hořečnato-boritého LiMgBN_2 nebo nitridu lithno-vápenato-boritého LiCaBN_2 nebo nitridu lithno-barnato-boritého LiBaBN_2 , za teploty 600 až 1000 °C a na hustotu směsi vyšší než 65 % hustoty teoretické.

Vynález se týká způsobu přípravy směsi pro syntézu kubického nitridu boru.

V současné době se směsi pro syntézu kubického nitridu boru připravují a zhutňují dvěma základními způsoby. V prvním případě se základní surovina, to je prášek hexagonálního nitridu boru, mechanicky smíchá s práškem katalyzátoru a vylisuje za pokojové teploty v lisovacím nástroji, nejčastěji do tvaru válečku nebo válcové tablety. V druhém případě se pro syntézu kubického nitridu boru používá vrstevnatá směs, složená střídavě z vrstev hutných tablet hexagonálního nitridu boru a z vrstev tablet katalyzátoru.

Nevýhodou prvního způsobu přípravy a zhutňování směsi pro syntézu kubického nitridu boru je, že operace lisování neumožňuje dosáhnout víc než 65 % teoretické hustoty směsi. Tato okolnost je dána fyzikálně-mechanickými vlastnostmi prášků hexagonálního nitridu boru, zejména jeho pružností. Nevýhodou druhého způsobu přípravy a zhutňování směsi pro syntézu kubického nitridu boru je náročná příprava hutných tablet hexagonálního nitridu boru, jejichž příprava vyžaduje zpracování při teplotách 1 800 až 2 200 °C.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy směsi pro syntézu kubického nitridu boru podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že před syntézou kubického nitridu boru se zároveň dohutní směs v poměru 90 : 10 až 10 : 90 % hmot. prášků hexagonálního nitridu boru a katalyzátoru jako nitridu lithno-boritého Li_3BN_2 nebo nitridu lithno-hořečnato-boritého LiMgBN_2 nebo nitridu lithno-vápenato-boritého LiCaBN_2 nebo nitridu lithno-barnato-boritého LiBaBN_2 za teploty 600 až 1 000 °C a na hustotu směsi vyšší než 65 % hustoty teoretické.

Výhoda způsobu přípravy a zhutňování směsi pro syntézu kubického nitridu boru podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že žárovým dohutněním lze dosáhnout hustoty směsi vyšší než 65 % hustoty teoretické. Tím lze podstatně zvýšit vstupní navážku reakční směsi pro syntézu kubického nitridu boru a následně výtěžek syntézy, což je v případě syntéz za vysokého tlaku a teploty, při omezené životnosti technicky náročných vysokotlakých nástrojů, možno považovat za ekonomicky významnou skutečnost.

Na výkresu je graficky znázorněn vliv tlaku a teploty na hustotu vylisku dohutněného ze směsi pro syntézu kubického nitridu boru.

Výlisky ze směsi pro syntézu kubického nitridu boru podle výkresu lze dohutnit například v grafitových válcových lisovacích nástrojích na žárových lisech. Reakční směs tvoří prášky hexagonálního nitridu boru a bornitridu lithia v poměru 65 : 35 % hmot. Dohutňování je prováděno v grafitových lisovacích nástrojích za teplot nižších než 870 °C, což je teplota tání bornitridu lithia, a za normálního tlaku. Teoretická měrná hmotnost směsi je $2,06 \text{ gcm}^{-3}$. Rentgenová analýza hutného vylisku ze směsi potvrzuje výskyt hexagonálního nitridu boru, bornitridu lithia a velmi malého množství hydroxidu lithného, který vznikne v procesu dohutňování a neovlivňuje stálost a aktivitu reakční směsi, což umožňuje použít tyto vylisky přímo pro syntézu kubického nitridu boru. Při lisování stejné směsi v ocelovém lisovacím nástroji za pokojové teploty, za tlaku 120 MPa se dosahuje hustoty pouze $1,23 \text{ gcm}^{-3}$, což je 59,4 % teoretické hustoty. Při zhutňování reakční směsi dochází za teplot blízkých bodu tání katalyzátoru ke slinování směsi hexagonálního nitridu boru a katalyzátoru a dále k postupnému vyplnění pórů a dohutnění až na hustotu směsi 90 až 95 % hustoty teoretické. Výsledkem zhutňování je vylisek obsahující současně hexagonální nitrid boru i katalyzátor. Jako katalyzátor lze použít nitridy boru nebo směsné nitridy boru a lithia, hořečíku, vápníku, barya, jako jsou nitrid lithno-boritý Li_3BN_2 , nitrid lithno-hořečnato-boritý LiMgBN_2 , nitrid lithno-vápenato boritý LiCaBN_2 a nitrid lithno-barnato boritý LiBaBN_2 .

Příklad

Směs prášků hexagonálního nitridu boru a nitridu lithno boritého Li_3BN_2 jako katalyzátoru v poměru 65 : 35 % hmot. byla žárově vylisována v jednoduchém grafitovém lisovacím nástroji na žárovém lisu za plošného tlaku 20 MPa, teploty 800°C a při době výdrže na teplotě 3 min. Válcový grafitový lisovací nástroj plnil rovněž funkci topného článku. Hutný výlisek tvaru válečku vykazoval hmotnost $1,87\text{ gcm}^{-3}$, což představuje 90,3 % teoretické hustoty. Hutný váleček takto připravený byl dále použit přímo pro vysokotlakou syntézu kubického nitridu boru.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy směsi pro syntézu kubického nitridu boru, vyznačující se tím, že před syntézou se žárově dohutní směs v poměru 90 : 10 až 10 : 90 % hmot. prášků hexagonálního nitridu boru a katalyzátoru, jako nitridu lithno-boritého Li_3BN_2 nebo nitridu lithno-hořečnato-boritého LiMgBN_2 nebo nitridu lithno-vápenato-boritého LiCaBN_2 , za teploty 600 až $1\ 000^\circ\text{C}$ a na hustotu směsi vyšší než 65 % hustoty teoretické.

1 výkres

