

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

**OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO**

93 171

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

MKP B01k 3/08

Zgłoszono: 28.03.75 (P. 179181)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.². C25B 11/14

CZYTELNIA

Zgłoszenie ogłoszono: 10.04.76

Urząd Patentowy
ul. Dąbrowskiego 15, 00-901 Warszawa

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1977

Twórcy wynalazku: Roman Pampuch, Stanisława Dalczyńska-Jonas, Andrzej Kwatera,
Augustyn Powroźnik, Mirosław Lebiechowski, Maria Szudek

Uprawniony z patentu tymczasowego: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Kraków (Polska)

Sposób impregnowania tworzywa z węgla uszlachetnionych

Przedmiotem wynalazku jest sposób impregnowania tworzywa z węgla uszlachetnionych, które znajdują zastosowanie jako elementy urządzeń pracujących w atmosferze utleniającej i narażonych na gwałtowne zmiany temperatury.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 65050 sposób uszlachetniania elektrod grafitowych polega na pokrywaniu elektrod cienką warstwą krzemu na drodze redukcji silanów wodorem, przy temperaturze powyżej 900°C. Elektrody pokryte krzemem są wprawdzie odporne na utlenianie i korozję oraz gwałtowne zmiany temperatury lecz wykazują bardzo zróżnicowaną przewodność elektryczną i cieplną w różnych miejscach powierzchni, która uwidacznia się wówczas, gdy wyrób grafitowy pokryty cienką warstwą krzemu, ogrzeje się do temperatury topnienia krzemu. Przyczyną tego jest duża niejednorodność materiału grafitowego, powodująca wsiąkanie krzemu na różne głębokości do wnętrza wyrobu, który równocześnie reaguje z grafitem, tworząc cienką warstwę węgla krzemu. Ze względu na różne własności cieplne i elektryczne węgla krzemu i grafitu, tak otrzymany wyrób grafitowy wykazuje niejednorodne własności cieplne i elektryczne.

Celem wynalazku jest uzyskanie tworzyw grafitowych pokrytych cienką warstwą węgla krzemu wykazujących jednakowe bądź zbliżone przewodnictwo cieplne i elektryczne na całej powierzchni tworzywa.

Istotą wynalazku jest sposób impregnowania tworzywa z węgla uszlachetnionych, polegający na tym, że na uprzednio wytworzoną, znanym sposobem cienką warstwę węgla krzemu, nakłada się właściwą warstwę litego węgla krzemu. Warstwę tę otrzymuje się wskutek redukcji wodorem mieszaniny, złożonej z chlorków krzemu, lub wodorków krzemu z gazowymi związkami węgla, w temperaturze 1200–1700°C, przy czym korzystny stosunek molowy wodoru do składników mieszaniny wynosi powyżej 8 : 1 : 1.

Impregnacja tworzyw grafitowych sposobem, według wynalazku, zapewnia dobrą przyczepność warstwy węgla krzemu z podłożem, o prawie jednakowej grubości na całej powierzchni. Tak otrzymane tworzywo jest odporne na gwałtowne zmiany temperatury, posiada zbliżone własności cieplne i elektryczne na całej powierzchni oraz może pracować w atmosferze utleniającej do około 1750°C, a krótkotrwale do temperatury 2400°C. Ponadto wytworzone tworzywo jest odporne na ścieranie i erozję gazową.

Przykład I. Tworzywo grafitowe, pokryte cienką warstwą węgla krzemu, otrzymaną w wyniku redukcji czterochlorku krzemu wodorem przy temperaturze 1450°C , chłodzi się do temperatury 1250°C , po czym do reaktora wprowadza się obok czystego wodoru, pary czterochlorku krzemu i czterochlorku węgla w stosunku molowym $20 : 2,5 : 1$. Powstający w wyniku redukcji, krzem i węgiel reagują ze sobą. Wytworzona warstwa w postaci litego węgla krzemu osadza się na uprzednio wytworzonej warstwie węgla krzemu po czym wyrób chłodzi się.

Przykład II. Pręt grafitowy z uprzednio wytworzoną cienką warstwą węgla krzemu, powstałą w reakcji tróchlorosilanu i wodoru w temperaturze 1700°C pokrywa się właściwą warstwą węgla krzemu. W tym celu do reaktora obok czystego wodoru wprowadza się pary metanu i tróchlorosilanu w stosunku molowym $12 : 1 : 3,5$. Powstający w wyniku redukcji krzem i węgiel reagują, tworząc węgiel krzemu, który w postaci litej warstwy osadza się na pręcie. Następnie wyrób chłodzi się.

Przykład III. Podkładkę grafitową ze wstępnie wytworzoną cienką warstwą krzemu, za pomocą naparowania w próżni, pokrywa się cienką warstwą węgla krzemu przez ogrzewanie podkładki do temperatury 1450°C w atmosferze argonu. Na tę warstwę węgla krzemu nakłada się właściwą warstwę węgla krzemu w postaci litej, powstałą w wyniku redukcji wodorem par taluenu i czterochlorku krzemu, przy stosunku molowym $15 : 1 : 3$. Tak otrzymany wyrób chłodzi się.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób impregnowania tworzywa z węgli uszlachetnionych, pokrytych cienką warstwą węgla krzemu, powstałą w wyniku redukcji wodorem silanów w temperaturze powyżej 900°C lub przez naparowanie krzemu w próżni, znany jest, że na uprzednio wytworzonej warstwie węgla krzemu osadza się warstwę litego węgla krzemu, uzyskaną w wyniku redukcji wodorem mieszaniny, złożonej z chlorków lub wodoroków krzemu oraz lotnych związków węgla, w temperaturze $1200-1700^{\circ}\text{C}$, przy czym korzystny stosunek molowy wodoru do składników mieszaniny wynosi powyżej $8 : 1 : 1$.