



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

198 825

(11) [B1]

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 23 06 78
(21) PV 4152-78

(51) Int. Cl.⁷ C 01 B 31/00

(40) Zveřejněno 17 09 79
(45) Vydáno 30 04 82

(75)

Autor vynálezu SOUKUP LADISLAV RNDr.

a ŠKARDA VLADIMÍR ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy předmětů a tenkých vrstev ze skelného uhlíku

1

Vynález se týká způsobu přípravy předmětů a tenkých vrstev ze skelného uhlíku termickým rozkladem organických látek na povrchu teplotně odolných materiálů.

Dosud známý způsob přípravy předmětů a tenkých vrstev ze skelného uhlíku termickým rozkladem organických látek se provádí pyrolýzou fenolformaldehydových pryskyřic rezolového typu.

Tento způsob přípravy je popsán v US patentu č. 3,109,712 B. Redferna o názvu "Bodies and shapes of carbonaceous materials and processes for their production". Pyrolýza se zde provádí rychlostí 5 K/hod. do 873 K, pak rychlostí 10 K/hod. do 1273 K, pak 20 K/hod. do 1673 K, načež se teplota stabilizuje na 1673 K po dobu 24 hodin. Po této době se provádí chlazení na manipulační teplotu rychlostí 20 K/hod.

Nevýhodou přípravy předmětů a tenkých vrstev ze skelného uhlíku termickým rozkladem fenolformaldehydových pryskyřic rezolového typu je nízká tenze par výchozího pyrolýzovaného materiálu a nutnost dodržovat uvedené teplotní režimy.

Nízká tenze par způsobuje, že nelze připravit tenké separační vrstvy ze skelného uhlíku o tloušťce 0,1 mm až 10 μm na površích teplotně odolných materiálů, jako jsou kovy, křemenné sklo, porcelán, grafit a polovodičové materiály.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob přípravy předmětů a tenkých vrstev ze skelného uhlíku

termickým rozkladem organických látek na povrchu teplotně odolných materiálů podle vynálezu, jehož podstatou je, že polymery výchozích látek, obsahující ve své molekule hydroxylové a/nebo karboxylové a/nebo aldehydické a/nebo keto-skupiny v konjugaci s dvojnou vazbou se zahřejí ve vakuu a/nebo v inertní atmosféře na 873 až 2 273 K, pak se půl hodiny až 3 hodiny ponechají na této teplotě a nakonec se rychlostí 10 až 20 K/min. ochladí na pokojovou teplotu.

S výhodou se při přípravě předmětů a tenkých vrstev ze skelného uhlíku používá rychlosti zahřívání 2 až 20 K/min.

Pro přípravu tenkých vrstev se výchozí látky s výhodou nanášejí na povrch teplotně odolných materiálů ve formě alkoholického roztoku.

Pro přípravu předmětů ze skelného uhlíku se s výhodou páry výchozích látek přivádějí na povrch negativu tvaru připravovaného předmětu, rozžhaveného na 873 až 2 273 K.

Výhodou způsobu přípravy tenkých vrstev podle vynálezu je možnost přípravy tenkých vrstev ze skelného uhlíku na povrchu členitých, pro napařování těžko dostupných materiálů, pro niž se využívá rozpustnosti uvedených výchozích látek v alkoholu.

Způsob přípravy tenkých vrstev ze skelného uhlíku podle vynálezu umožňuje připravit tenké vrstvy o tloušťce 0,1 mm až 10 μ m.

Tyto tenké vrstvy se vyznačují vysokou čistotou, dobrou adhesí k povrchu a mechanickou odolností proti stírání. Chemické nádoby, opatřené vrstvou skelného uhlíku podle vynálezu, nezhoršuje teplotní gradient při pěstování monokrystalů.

Výhody způsobu přípravy tenkých vrstev ze skelného uhlíku termickým rozkladem organických látek na povrchu teplotně odolných materiálů jsou zřejmé z následujících příkladů provedení, které objasňují podstatu řešení, aniž by jej jakýmkoliv způsobem omezovaly.

Příklad 1

Do křemenné trubice, opatřené kohouty pro přívod inertního plynu se vloží prášková kyselina polyakrylová. Zahřívá se v prostředí inertního plynu na 873 K, pak se jednu hodinu ponechá na této teplotě a nakonec se rychlostí 10 K/min. ochladí na pokojovou teplotu. Na dně ampule se vytvoří vrstva skelného uhlíku o velikosti krystalických zrn 20 nm až 30 nm.

Příklad 2

Do křemenné trubice, opatřené kohouty pro přívod inertního plynu, se vloží prášková kyselina polyakrylová. Zahřívá se v prostředí inertního plynu rychlostí 2 K/min. na 873 K, pak se jednu hodinu ponechá na této teplotě a nakonec se rychlostí 10 K/min. ochladí na pokojovou teplotu. Na dně ampule se vytvoří vrstva skelného uhlíku o velikosti krystalických zrn 20 nm až 30 nm.

Příklad 3

Práškový polyvinylbutyral se rozpustí v etanolu a takto připravený roztok se nalije

do vymyté a suché ampule. Krouživým pohybem se odstraní přebytek roztoku a vzniklý film se suší na vzduchu. Po dokonalém odtěkní rozpouštědla se ampule evakuuje na 133,1 Pa. Rychlostí 10 K/min. se zahřívá na teplotu 1073 K, pak se jednu hodinu ponechá na této teplotě a nakonec se rychlostí 15 K/min. ochladí na pokojovou teplotu. Na stěnách ampule vznikne rovnoměrná tenká vrstva skelného uhlíku o tloušťce 0,1 mm až 10 μ m. Vrstva je dokonale lesklá a lnoucí k povrchu křemenného skla.

Příklad 4

Do křemenné trubice, opatřené kohouty pro přívod inertního plynu, se vloží prášková kyselina polyakrylová a negativ tvaru připravovaného předmětu, zahřátý na teplotu 873 K. Kyselinu polyakrylovou zahříváme, přičemž při teplotě 473 K se začíná odpařovat. Při styku par kyseliny polyakrylové s negativem tvaru připravovaného předmětu zahřátým na teplotu 873 K, dochází k jejímu okamžitému rozkladu a k tvorbě skelného uhlíku na povrchu tohoto rozžhaveného předmětu. Tloušťku předmětu lze regulovat změnou tenze par kyseliny polyakrylové a různě dlouhou dobou napařování. Vzniklý předmět ze skelného uhlíku se pak nechá jednu hodinu na této teplotě a nakonec se rychlostí 10 K/min ochladí na pokojovou teplotu.

Příklad 5

Do křemenné trubice, opatřené kohouty pro přívod inertního plynu se vloží práškový polyvinylbutyral a předmět, který chceme opatřit tenkou vrstvou skelného uhlíku, zahřátý na teplotu 1073 K. Práškový polyvinylbutyral zahříváme, přičemž při teplotě 473 K se začíná odpařovat. Při styku par polyvinylbutyralu s předmětem, zahřátým na 1073 K, dochází k jeho okamžitému rozkladu a k tvorbě tenké vrstvy skelného uhlíku na povrchu tohoto zahřátého předmětu. Vzniklá tenká vrstva ze skelného uhlíku se pak nechá jednu hodinu na této teplotě a nakonec se rychlostí 10 K/min ochladí na pokojovou teplotu. Tloušťku tenké vrstvy na povrchu teplotně odolného materiálu lze regulovat změnou tenze par polyvinylbutyralu a různě dlouhou dobou napařování.

Skelný uhlík a předměty opatřené tenkou vrstvou skelného uhlíku mají široké možnosti použití.

V elektrotechnickém průmyslu jako materiál pro elektrody, kontakty a pokovitelné podložky pro provádění kontaktů na teplotně odolných materiálech.

Při výrobě monokrystalů jako separačních vrstev vysoce čistých, odolných a přilnavých zejména na křemenném skle, korundu a grafitu.

V aktivační analýze pro přípravu čistých a odolných vrstev zabraňujících nežádoucímu odpařování analyzovaného materiálu.

Dále pro výrobu inertního a teplotně odolného chemického nádobí jako kelímků, lodiček, ampulí, trubice apod.

Tenké vrstvy uhlíku zabraňují korozi křemičitých materiálů v roztocích a taveninách fluoridů a zvyšují teplotní a korozní stálost technických kovů.

Kovy s vrstvou skelného uhlíku jsou určeny pro lékařské, hutnické a elektrotechnické

aplikace.

Neméně důležité je použití předmětů vyrobených podle vynálezu v oblasti vakuové fyziky pro přípravu odpařovacích lodiček, upínacích prvků apod.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Způsob přípravy předmětů a tenkých vrstev ze skelného uhlíku termickým rozkladem organických látek na povrchu teplotně odolných materiálů, vyznačený tím, že polymery výchozích látek, obsahující ve své molekule hydroxylové a/nebo karboxylové a/nebo aldehydicke a/nebo keto-skupiny v konjugaci s dvojnou vazbou se zahřívají ve vakuu a/nebo v inertní atmosféře na 873 až 2 273 K, pak se půl hodiny ponechají na této teplotě a nakonec se rychlostí 10 až 20 K/min. ochladí na pokojovou teplotu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že výchozí látky se zahřívají rychlostí 2 až 20 K/min.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačený tím, že výchozí látky se na povrch teplotně odolných materiálů nanášejí ve formě alkoholického roztoku.
4. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že páry výchozích látek se přivedou na povrch negativu tvaru připravovaného předmětu, rozžhaveného na 873 až 2273 K.