



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

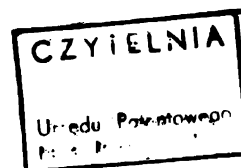
Int. Cl.² C01B 35/04
B22F 3/10

Zgłoszono 25.04.78 (P. 206380)

Pierwszeństwo

Zgłoszenie ogłoszono 26.03.79

Opis patentowy opublikowano 31.03.1982



Twórcy wynalazku: Jerzy Myrdzik, Zdzisław Kozak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej,
Lublin (Polska)

Sposób wytwarzania borku molibdenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania borku molibdenu, o składzie chemicznym odpowiadającym wzorowi Mo_2B , który jest przydatny jako odporny na ścieranie materiał do wyrobu detali urządzeń narażonych na erozję w wysokich temperaturach.

Znane są różne sposoby wytwarzania borków metali, polegające między innymi na bezpośredniej syntezie z pierwiastków przez spiekanie mieszaniny proszku metalu i boru w temperaturze 1300–2000°C w atmosferze argonu, redukcji wodorem gazowym, lotnych chlorowców związków metalu i boru lub otrzymywanie przez metalotermiczną redukcję na przykład magnezem, mieszaniny tlenków metalu i boru.

Znane jest także otrzymywanie borków metali przez redukcję tlenków metalu borem, przez elektrolizę boranów metali alkalicznych i/lub metali ziem alkalicznych zawierających tlenek metalu trudnotopliwego lub przez reakcję tlenku metalu trudnotopliwego z węglikiem boru lub mieszaniną boru z węglem.

Znane dotąd sposoby wytwarzania borków polegają na przeprowadzeniu leżącej u ich podstaw reakcji chemicznej w temperaturze niższej od temperatury topnienia substratów i produktu lub w temperaturze tylko niewiele wyższej od temperatury topnienia. W takich warunkach szybkość reakcji chemicznej jest limitowana przez szybkość dyfuzji substratów do strefy reakcji i szybkość dyfuzji z tej strefy produktu reakcji, co powoduje, że z trudnością osiąga się głębokie przereagowanie substratów, ponieważ dyfuzja zwłaszcza w ciałach stałych jest

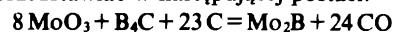
2

powolna i czas trwania reakcji bardzo się wydłuża. Nowe możliwości szybkiego wytwarzania substancji trudno-
topliwych stwarza technika zimnej plazmy.

Z opisu patentowego PRL nr 84445 znany jest sposób wytwarzania w płazmie, dwuborku cyrkonowego z węglika czteroboru, krzemianu cyrkonu i sadzy. W tym celu krzemian cyrkonu w postaci drobno zmielonego proszku miesza się z węglikiem czteroboru oraz węglanu, następnie dodaje się lepiszcza w postaci alkoholu poliwinylowego i po zmieszaniu na ciastowatą masę, całość poddaje się działaniu powyżej 2000°C na przykład w strumieniu plazmy w atmosferze gazu inertyjnego.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu doboru substratów i stosowania zimnej plazmy dla syntezy Mo_2B .

Istota wynalazku polega na wykorzystaniu do tego celu reakcji, której bilansowe równanie stechiometryczne można przedstawiać w następującej postaci:



oraz użyciu łukowego generatora plazmy pracującego na gazie inertyjnym.

Sposób otrzymywania borku molibdenu według wynalazku polega na tym, że 70–80 części wagowych MoO_3 i 3–5 części wagowych B_4C oraz 15–27 części wagowych węgla, korzystnie sadzy subtelnie rozdrobnionej, miesza się lub uciera do osiągnięcia jednorodności mieszaniny, po czym dodaje się lepiszcza, korzystnie 5% wodnego roztworu alkoholu poliwinylowego i ponownie miesza do wytworzenia ciastowatej masy, po czym masę tę pod-

daje się działaniu strumienia plazmy gazu inertnego z łukowego generatora plazmy, aż do przetopienia zawartości naczynia w temperaturze ponad 3000°C.

Otrzymywanie borku molibdenu o wzorze Mo_2B sposobem według wynalazku nie wymaga wyszukanych surowców, a najtrudniej dostępny ze stosowanych substratów węgiel czteroboru używany jest w najmniejszych ilościach, synteza przebiega szybko, przereagowanie substratów jest głębokie o czym świadczy czystość produktu i dzięki tym zaletom sposób według wynalazku technicznie przewyższa znane dotąd sposoby.

Sposób otrzymywania borku molibdenu według wynalazku jest dodatkowo wyjaśniony na przykładzie stosowania.

Przykład. Odważono 76,7 części wagowe MoO_3 o czystości odczynnikowej, zmieszano z 3,7 częściami wagowymi pylistego B_4C oraz 19,6 częściami wagowymi sadzy i całą mieszaninę przez 3 godziny ucierano w młynie kulowym, po czym do tak przygotowanej jednorodnej mieszaniny dodano 5% wagowo roztworu wodnego alkoholu poliwinylowego do nadania mieszaninie konsystencji ciastowatej, którą nadano mieszaninie przez wymieszanie i rozcieranie w moździerzu. Otrzymaną ciastowatą masę napełniono łódkę grafitową i poddano działaniu strumienia plazmy w odległości, w której jak ustalono wcześniej na podstawie pomiarów podczas ustalania diagnostyki plazmy, temperatura przekraczała 3000°C. Strumień plazmy wytwarzano z technicznego argonu. Po przetopieniu wsadu, co można było w stosowanym urządzeniu obserwować przez wziernik, otrzymano gotowy produkt, który poddano analizie chemicz-

nej, fazowym badaniom rentgenowskim i badaniom mikrotwardości.

Analiza chemiczna wykazała, że otrzymany produkt pod względem składu ilościowego odpowiada Mo_2B i jako zanieczyszczenie zawiera około 1,1% wagowo węgla.

Na derywatogramach znaleziono wszystkie i wyraźne refleksy charakterystyczne dla Mo_2B oraz dwa refleksy mogące pochodzić od Mo_2C i kilka słabych refleksów MoB .

Otrzymany preparat Mo_2B posiadał mikrotwardość 2700 kG/mm^2 co o 200 kG/mm^2 przewyższa mikrotwardość podawaną dla tego związku w literaturze. Zwiększona mikrotwardość może być skutkiem mniejszego zdefektowania struktury Mo_2B otrzymanego sposobem według wynalazku.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania borku molibdenu o składzie odpowiadającym Mo_2B , **znamienny tym**, że miesza się lub uciera 70–80 części wagowych tlenku molibdenu MoO_3 oraz 3–5 części wagowych węgla, korzystnie sadzy, subtelnie rozdrobnionej, następnie dodaje się lepiszcza, korzystnie 5% roztworu wodnego alkoholu poliwinylowego i całość ponownie miesza się na masę o konsystencji ciasta, po czym masę tę poddaje się działaniu strumienia plazmy gazu inertnego, korzystnie argonu, aż do stopienia zawartości naczynia w temperaturze ponad 3000°C.