



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243893

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 21/064

(22) Přihlášeno 31 01 85

(21) PV 670-85

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 06 87

(75)

Autor vynálezu

DUFEK VLADIMÍR ing. CSc., PRAHA; HUBÁČEK MILAN ing., BEROUN

(54) Způsob výroby práškového nitridu boritého

Řešení se týká způsobu výroby práškového nitridu boritého s vysokou povrchovou aktivitou částic, dobrou slinovatelností, při vysokém stupni strukturního uspořádání částic. Způsob se provádí ve dvou stupních, z nichž v prvním stupni se do směsi přidá 5 až 20 % hmotnosti hexagonální modifikace práškového nitridu boritého a směs se v tomto stupni žihá bez přístupu vzduchu při teplotě 80 až 240 °C po dobu 1 až 6 hodin, načež se směs rozmělní na zrnitost 15 až 150 μm. Ve druhém stupni se do směsi přidá 0,5 až 15 % hmotnosti práškového kovu skupiny železa nebo platiny nebo jejich směsi nebo kyslíčnicků těchto kovů, např. kyslíčnicku nikelnatého. Potom se směs žihá při teplotě 750 až 1350° Celsia po dobu 1 až 6 hodin v atmosféře čpavku.

Vynález se týká způsobu výroby práškového nitridu boritého s vysokou povrchovou aktivitou částic, dobrou slinovatelností, při vysokém stupni strukturního uspořádání částic.

Současná výroba práškového nitridu boritého se provádí ve dvou alternativách, z nichž jedna spočívá v ohřevu surovin na vysoké teploty kolem 1 800 °C, a druhá spočívá v ohřevu na nízké teploty 700 až 1 200 °C. Ohřev surovin na vysoké teploty vede k získání nitridu boritého s vysokým stupněm strukturního uspořádání, s relativně malým měrným povrchem, tedy i s malou povrchovou aktivitou. Při ohřevu surovin na nízké reakční teploty se získá nitrid boritý sice se žádoucím vysokým měrným povrchem, a tím i velkou povrchovou aktivitou, avšak s nízkým stupněm strukturního uspořádání, označovaným jako turbostratická forma. Navíc získaný nitrid boritý obsahuje určité množství zbytkového kyslíku, který snižuje jeho užité parametry.

Podle převažujících nároků na výsledné vlastnosti se pak volí vhodný způsob výroby nitridu boritého ze surovin, jako je kyselina boritá, oxid boritý, boritany a boridy, výjimečně elementární bór, popřípadě halogenid boritý, resp. jeho deriváty, na něž se působí dusíkem, amoniakem, kyanidy, amonnými solemi nebo jinými sloučeninami dusíku, včetně některých organických sloučenin, jako je močovina, melamin a jiné. Ke zlepšení slinovatelnosti jsou do surovinové směsi přidávána malá množství přísad, nezbytná zejména při výrobě hutní keramiky.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby práškového nitridu boritého ke zpracování na hutnické keramické výrobky, z výchozí suroviny tvořené krystalickou kyselinou boritou, organickou látkou s obsahem dusíku, např. močovinou, a z přísady, podle vynálezu.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že se způsob výroby provádí ve dvou stupních, z nichž v prvním stupni se do směsi přidá 5 až 20 % hmotnosti hexagonální modifikace práškového nitridu boritého a směs se v tomto stupni žihá bez přístupu vzduchu při teplotě 80 až 240 °C po dobu 1 až 6 hodin. Potom se směs rozmělní na zrnitost 15 µm až 150 µm a ve druhém stupni se do směsi přidá 0,5 až 15 % hmotnosti práškového kovu skupiny železa nebo platiny nebo jejich směsi nebo kysličníku těchto kovů, např. kysličníku nikelnatého. Tato směs se potom žihá při teplotě 750 až 1 350 °C po dobu 1 až 6 hodin v atmosféře čpavku.

Výhodou způsobu výroby nitridu boritého podle vynálezu je, že částice hexagonálního nitridu boritého jsou rovnoměrně rozptýlené v celém objemu reagujících látek, v němž tvoří krystalizační zárodky meziproductu při výrobě s dvoustupňovým žiháním, kdy konečný produkt se vyznačuje vysokým měrným povrchem, charakterizujícím slinovatelnost nitridu boritého. Vedle předností technických, spočívajících zejména ve vysokém stupni strukturního uspořádání částic při velkém měrném povrchu produktu, způsob podle vynálezu přináší i přednosti ekonomické, především ve snížení energetické náročnosti výroby nitridu boritého.

P ř í k l a d

Podle příkladného provedení byl vyroben odtrhovací kroužek pro použití při horizontálním kontinuálním lití oceli. Jako surovina byla použita krystalická kyselina boritá ve směsi s močovinou v poměru 1:2. Přísada močoviny příznivě působí na zklidnění průběhu vzniku meziproductu. Po přidání 8 % hmotnosti hexagonální modifikace práškového nitridu boritého se směs ohřála na 80 °C a tato teplota se během 2 hodin zvýšila na 240 °C. Při tomto ohřevu se povrch hexagonální modifikace nitridu boritého obalil meziproductem typu ureoborátu. Potom byla směs rozmělněna na převažující frakci se zrny o velikosti 100 µm v množství nad 90 %.

Ve druhém stupni se přidala 3 % hmotnosti práškového niklu o zrnitosti pod 0,045 mm, načež se směs žihala při teplotě 1 150 °C po dobu 2 hodin v prostředí štěpeného čpavku. Došlo k epitaxnímu růstu nové fáze na povrchu hexagonálního nitridu boritého a k výraznému zvětšení měrného povrchu vzniklého produktu až na 10 m²g⁻¹. Docílený produkt byl tvořen práškovým nitridem boritým obsahujícím 42 % dusíku, 66 % boru a pouze 2 % kyslíku a vykazoval dobrou

slinovatelnost. Z uvedeného nitridu boritého vyrobený odtrhovací kroužek měl velmi dobrou odolnost proti náhlým změnám teploty, vysoký stupeň strukturního uspořádání. Při výrobě se používá dostupných surovin a při aplikaci pro odtrhovací kroužky se docílilo bezporuchové výroby, což mělo příznivý vliv na produktivitu práce při horizontálním kontinuálním lití oceli.

Způsob výroby práškového nitridu boritého podle vynálezu je vhodný pro výrobu suroviny pro zhotovení kompaktních těles jako jsou tavicí kelímky, odtrhovací kroužky pro kontinuální lití ale i pro získání suroviny příhodné k fázovým transformacím na krystalické modifikace s vysokou tvrdostí. Dále nitrid boritý vyrobený způsobem podle vynálezu je vhodný pro přímé použití jako vysokoteplotní mazivo i jako dielektrikum apod.

P Ř E - D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby práškového nitridu boritého ke zpracování na hutnické keramické výrobky, z výchozí suroviny tvořené krystalickou kyselinou boritou, organickou látkou s obsahem dusíku, např. močovinou, a z přísady, vyznačený tím, že se provádí ve dvou stupních, z nichž v prvním stupni se do směsi přidá 5 až 20 % hmotnosti hexagonální modifikace práškového nitridu boritého a směs se v tomto stupni žíhá bez přístupu vzduchu při teplotě 80 až 240 °C po dobu 1 až 6 hodin, načež se směs rozmělní na zrnitost 15 až 150 μm a ve druhém stupni se do směsi přidá 0,5 až 15 % hmotnosti práškového kovu skupiny železa nebo platiny nebo jejich směsi nebo kysličníku těchto kovů, např. kysličníku nikelnatého, načež se směs žíhá při teplotě 750 až 1 350 °C po dobu 1 až 6 hodin v atmosféře čpavku.