



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 11 05 76  
(21) (PV 3144-76)

(40) Zveřejněno 31 07 79  
(45) Vydáno 30 06 82

# 196600

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 C 3/22

(75)

Autor vynálezu

ŽEMLIČKA JAN Ing.,  
BARTA ČESTMÍR Ing. CSc., PRAHA  
JELEN JIŘÍ Ing. a  
KÁLA KAREL, ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Materiál pro výrobu transparentní korundové keramiky

1

Vynález se týká materiálu pro výrobu transparentní keramiky, kterým se kladně ovlivňuje vytvoření mikrostruktury keramického střepu.

Jak je známo, hutně vypálené bezbarvé silikátové materiály propouštějí do určité míry světelné i tepelné záření, pokud tomu nebrání drobné krystalky křemene a mullitu nacházející se ve sklovité fázi keramiky a působící jako rozptylová centra světelného záření o vlnové délce stejné nebo kratší nežli je průměr krystalků. Nevýhodou silikátové keramiky je, že ani poměrně vysoká teplota měknutí a chemická odolnost silikátových keramik s vysokým obsahem kyslíčnicku hlinitého nestačí některým technickým účelům. Proto se používá keramiky v podstatě sestávající z vysokotavitelného krystalitu korundu.

Při výrobě keramických těles se práškový korund lisuje, například izostaticky ve formách částečně zhotovených z pryže. Hotové výlisky se pak vypalují v pecích s vodíkovou atmosférou, přičemž malé korundové krystalky výchozí suroviny vytváří větší shluky. V důsledku přehřátí, na který mají vliv i roztavené částečky korundu, dojde k jistému ztmelení hmoty, a při dostatečně vysokých teplotách i ke změně objemu vnitřní pórovitosti. V důsledku toho se celkový obsah plynových vměstků o průměru 1 až 2 mikrometry obsažených v krystalech sníží až na 2 až 4 objemová % (W. Espe: *Technologie hmot vakuové techniky VSAV Bratislava (1960) 600–601, 682*).

Mikrostrukturu čistých korundových materiálů lze při tom regulovat v širokých mezích za předpokladu, že sa výlisk výchozího práškového korundu o vhodné velikosti krystalků dostatečně zhutní před vlastním slinováním. Při slinování v pevné fázi na bázi difuzního postupu v nepřítomnosti kapalné fáze je kinetika zhutňování významně ovlivňována velikostí slinujících částic, takže úbytek pórovitosti v pokročilých stupních slinování je nepřímo úměrný druhé odmocnině průměru částic. Pro snadnější zhutňování slinováním je účelné a výhodné, aby výchozí surovina sestávala z částic co nejmenších (Bruch C. A.: *Sintering Kinetics for high Alumina process. Bulletin Amer. Cer. Soc. 41 (1962) 12, 799–806*), což má příznivý vliv na současně probíhající rekrystalisaci, při níž se vytvoří podstatně menší krystalky nežli při použití hrubozrnějších surovin. Za stejných pracovních podmínek materiály málo zhutněné slinují pomaleji nežli materiály o vyšší hutnosti. Rychlost zhutnění a specifický tlak, který při zhutňování výlisků keramických těles je nutno vyvinout, jsou přímo závislé na velikosti částic, na jejich tvaru, stejnorodosti a stejnoměrnosti. Konečná struktura se může upravit s ohledem na parametry výpalu, čímž se mohou získat slinuté mikrostruktury s isometrickými krystaly o velikosti od 0,6 mikrometrů.

Diskontinuální nárůst zrn má být omezen tím, že mineralizátor se přidá ke zpracovávanému materiálu před vlastním tvářením, čímž se zamezí náhlému zvětšení počtu slinujících částic. Velmi vhodným mineralizátorem jest například kysličník hořečnatý v množství kolem 0,2 % hmotnostních (S. Chýlek a další: „Korundové materiály s řízenou mikrostrukturou“. Sklář a keramik XXV. (1975) 369–370). Tato přísada má však nevýhodu, že promísení výchozí gamma-modifikace kysličníku hlinitého s potřebným množstvím mineralizátoru není dokonalé a mineralizátor proto není stejnoměrně rozptýlen v celém objemu zpracovávaného materiálu. Mimoto je nutné, aby do výrobního proudu byl zařazen další technologický mezičlánek, čímž se výrobní postup podstatně prodlouží.

Výše zmíněné problémy, související s požadavkem, aby částice kysličníků byly co nejmenší a měly přibližně stejný tvar, byly studovány při výrobě syntetických kyslíkatých leštiv pro úpravu povrchu monokrystalů (Č. Barta a další: CS pat. č. 148.565 (1970). CS pat. č. 148565 (1970), přičemž kulové nebo elipsoidní částice určitých kysličníků byly získány rozstříkáním nebo rozprašováním odpovídajících vodných suspenzí hydroxidu do horkého plynného prostředí.

Nyní bylo neočekávaně zjištěno, že takto vyrobené částice kysličníků, které až do tohoto vynálezu byly používány a známy pouze jako složky leštiv krystalů, lze s výhodou použít i ve zcela odlišném oboru průmyslové výroby při výrobě lisovaných keramických těles, kde navíc při stejných pracovních podmínkách lze buď za stejnou dobu vyrobit hutnější keramické výlisky, anebo výlisky o stejné hutnotě lze vyrobit za kratší dobu nežli tomu bylo při zpracování dosud známých korundových prášků, které neměly stejnoměrnou velikost nebo měly jiný kulovitý nebo elipsoidní tvar.

Uvedené poznatky jsou předmětem tohoto vynálezu, jehož podstatou jest použití vyžíhané práškové gamma-modifikace kysličníku hlinitého, který nejméně ze 60 % hmot. sestává z částic kruhového nebo elipsovitého průřezu a je vytvořen ze suspence nebo gelu kysličníku nebo hydroxidu hlinitého nebo ze směsi sestávající z 95 až 99,95 % hmot. kysličníku nebo hydroxidu hlinitého přepočteno na kysličník hlinitý a z 0,05 až 5 % hmot. mineralizátoru ve formě hydroxidu počítáno jako oxid, rozstříkané nebo rozprášené do plynného prostředí o teplotě v rozmezí 100 až 300 °C, popřípadě dodatečně vyžíhané při teplotě v rozmezí 300 až 1000 °C, jako materiálu pro výrobu transparentní korundové keramiky s řízenou mikrostrukturou. Částice gamma-modifikace kysličníku hlinitého mají velikost 1 až 15 mikrometrů, přičemž mohou být tvořeny shlukem zrn o velikosti 0,1 až 1 mikrometru.

Vynález využívá dosud neznámého a nevyužívaného poznatku, že mikrostrukturu čistých korundových materiálů lze regulovat v poměrně širokém rozmezí hodnot, jestliže se použije výchozího práškového korundu, jehož částičky mají převážně kruhový nebo elipsovitý průřez o dostatečně malé velikosti, například 0,1 až 0,4 mikrometrů, a jestliže se výlisk před vlastním slisováním dostatečně zhutní v redukční atmosféře, například vodíkové. Výpalem při teplotách v rozmezí 1750 až 2000 °C se vytvoří slinuté mikrokrnné materiály s isometrickými krystaly, které prakticky neobsahují póry a vyznačují se relativně velkou propustností světla.

Jako mineralizátoru se používá látek, které umožňují dokonalou slisovatelnost, dosažení malé pórovitosti a se zřetelem na propustnost světelného záření zajišťují vznik zrn o optimální velikosti. Mohou to být například látky zvolené ze skupiny zahrnující kysličník hořečnatý, kysličník vápenatý, fluorid lithný, kysličník titaničitý a další.

#### Příklad 1.

8,9 g síranu hořečnatého se rozpustí ve 100 ml destilované vody, načež se takto připravený roztok vlije do 100 litrů vodné suspenze hydroxidu hlinitého o koncentraci 3,5 % hmot. hydroxidu hlinitého. Suspenze se promíchá míchadlem po dobu 15 minut a potom vysuší na rozprašovací sušárně při teplotě vzduchu na vstupu 350 °C a na výstupu 110 °C. Suchý hydroxid hlinitý se dále dehydratuje v sušárně při teplotě 470 °C. Z takto připravené suroviny se obecně známým postupem připraví transparentní korundové trubice, jejichž optická propustnost je vyšší než 95 %.

#### Příklad 2.

8 g síranu hořečnatého a 1,5 g chloridu vápenatého se rozpustí v destilované vodě a přidá do suspenze hydroxidu hlinitého o koncentraci 4 % hmot. Po vysušení této suspenze se získá suchý hydroxid hlinitý, který se dále tepelně zpracuje až na teplotu 700 °C. Obecně známým technologickým postupem se z této suroviny připraví průsvitné korundové trubičky, jejichž optická propustnost je vyšší než 95 %.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Int. Cl<sup>2</sup>.

Použití vyžíhané práškové gamma-modifikace kysličníku hlinitého, který nejméně z 60 % hmot. sestává z částic kruhového nebo elipsovitého průřezu, a je vytvořen ze suspense nebo gelu kysličníku nebo hydroxidu hlinitého nebo ze směsi sestávající z 95 až 99,5 % hmot. kysličníku nebo hydroxidu hlinitého, přepočteno na kysličník hlinitý a z 0,05 až 5 % hmot. mineralizátoru ve formě hydroxidu počítáno jako oxid, rozstříkané nebo rozprášené do plynného prostředí o teplotě v rozmezí 100 až 300 °C, popřípadě dodatečně vyžíhané při teplotě v rozmezí 300 až 1000 °C, jako materiálu pro výrobu transparentní korundové keramiky s řízením mikrostrukturou.