



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 204

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 02 79
(21) PV 1198-79

(51) Int. Cl.³

F 27 B 1/00

(40) Zveřejněno 29 07 83
(45) Vydáno

(75)
Autor vynálezu

NOVÁK KAREL dr. ing., BENÁTKY NAD JIZEROU

(54)

Způsob a zařízení pro kontinuální výrobu karbidu křemíku

Vynález řeší způsob a zařízení ke kontinuální výrobě karbidu křemíku ve svislé šachtové peci.

Podle dosud známého způsobu kontinuální výroby karbidu křemíku, jehož příkladné provedení bylo m. j. popsáno v čs. p. č. 141460, byly v zásadě vyřešeny všechny hlavní obtíže, které se kontinuální výrobě stavěly v cestu. Bylo zabráněno srůstání obsahu pece s vnitřní vyzdívkou a umožněn plynulý pohyb obsahu pece, aniž by vyzdívka trpěla nadměrným otěrem a vysokou teplotou, jaké je třeba uvnitř pece pro daný výrobní postup, bylo zabráněno vzniku polotovarů, které při periodické výrobě musí být vytrženy od plnohodnotného produktu a recirkulovány. Odpadá jakékoliv třídění, protože v celém průřezu obsahu pece vzniká žádoucí modifikace karbidu křemíku, jaká je finálním produktem postupu. I ve využívání akumulovaného tepla obsahu pece a zvláště výtěžku, a všech druhů druhotné energie byl učiněn podstatný pokrok, ale přesto dosud nikde na světě k realizaci kontinuálního postupu v komerčním měřítku nedošlo, třebaže kontinuace v daném oboru je z hlediska současného nedostatku pracovních sil a energie a z hlediska snah o prevenci znečišťování ovzduší, dialektickým řešením celého komplexu aktuálních problémů.

Podle dosud známého způsobu se spoléhá kontinuální postup na konstantní a stejnoměrnou prodyšnost obsahu pece, kterou však nelze zaručit. Kychtové plyny jsou z obsahu pece odsávány prodyšnou vyzdívkou přehřívací části pece, na jejímž vnějším povrchu se intenzivně spalují. Spaliny pak procházejí výměníkem tepla, v němž se jejich tepelného obsahu využívá pro různé vedlejší účely výrobního postupu. Značná část těchto plynů je do pece přisávána prodyšnou vnitřní vyzdívkou pracovních a chladicích částí pece, a musí pak překonávat odpor několikametrové vrstvy obsahu pece mezi pracovními částmi a přehřívací částí pece. Při pohybu a fyzikálních i chemických

změnách, jaké v obsahu pece za provozu nastávají, dochází nevyhnutelně k nestejnomyšernému sesedání a k objemovým změnám, které ovlivňují prodyšnost, resp. odpor, který obsah pece klade průchodu kychtových plynů. Jakákoliiv nestejnomyšernost přisávání plynu vyzdívkou, způsobené například místním zhuštním obsahu pece, může způsobit místní přehřátí nebo i propálení vyzdívky pracovní části pece nebo i srůstání tvořícího se produktu s vyzdívkou, a tím znemožnění dalšího pohybu obsahu pece a pokračování výrobního postupu.

Uvedené nedostatky jsou odstraněny způsobem kontinuální výroby karbidu křemíku ve svislé šachtové peci s nuceným oběhem kychtových plynů, vyznačující^m se tím, že homogenní směs výrobních surovin se ve vstupní a předehřívací části pece heterogenizuje, přičemž větší a těžší zrna směsi se hromadí při obvodu zavážky, kdežto jemnější zůstávají blíže svislé osy zavážky, do osy zavážky výrobní směsi se zavádí kyslík nebo jiné oxidační médium, kterým se podstatná část uhlíkaté složky výrobní směsi v ose zavážky intensivně spaluje, přičemž nadbytek křemičité složky směsi sublimuje v proudu spalín a jiných plynných zplodin a zanechává v ose zavážky dutinu, která pak slouží za centrální odtah veškerých plynných zplodin a par, jakož i sublimujících substancí; do osy zavážky se kromě oxidačního média zavádí i přídavné palivo práškové nebo kapalné a spaliny spolu s veškerými plynnými zplodinami výrobního postupu se v předehřívací části pece odsávají přes vrstvu předehřívané výrobní směsi, takže za průchodu výrobní směsi se redukují na spalitelný plyn a k redukci spotřebují převážně jemné frakce uhlíkaté složky směsi, která se tím stává prodyšnější; vstupující směs výrobních surovin se v předehřívací části pece předehřívá a tepelně rafinuje protiproudem plynných zplodin při teplotě blízké reakční teplotě na karbid křemíku, zejména při 1400 až 1500°C, takže popelovina uhlíkaté složky^a nečistoty křemičité složky sublimují a v plynném stavu odcházejí až na vnější povrch prodyšné vyzdívky, kde kondenzují a zachycují se jako popílek nebo tekutá struska, kdežto páry karbidu křemíku kondenzují uvnitř obsahu pece.

Šachtová pec k provádění tohoto způsobu je vyznačena tím, že je v předehřívací části opatřena regulovaným přívodem okysličovadla 53 nebo jeho směsí s přídavným palivem 60 vyústujícím do hořáku 21 v ose pece.

Technologický postup v peci se řídí kromě rychlosti posuvu obsahu pece regulací spalování uhlíkaté složky výrobní směsi a přídavného paliva, zaváděného spolu s oxidačním médiem do osy vstupující výrobní směsi, která se tím současně upravuje podle potřeby dalšího výrobního postupu.

Vynález je zaměřen zejména na zlepšení zařízení po stránce vzduchotechnické tak, aby nucený oběh kychtových plynů byl méně závislý na proměnném odporu obsahu pece. Vzhledem k vysokým teplotám, jakých dosahuje obsah pece (přes 2000°C) není možno použít k přemostění odporu obsahu pece běžné prostředky a bylo nutno rozlišit technologický postup, který využívá přirozené vlastnosti obou hlavních výrobních složek i karbidu křemíku.

Základní předností způsobu výroby karbidu křemíku a zařízení podle tohoto vynálezu je nižší náročnost na kvalitu surovin, zejména z hlediska obsahu síry a dalších těkavých podílů a podstatně nižší potřeba energie, vztažená na jednotku produktu, oproti všem dosud známým výrobním postupům a homogenita zrnění vyráběného karbidu křemíku.

Způsob podle vynálezu umožňuje již při současné světové energetické krizi velkovýrobu kvalitních druhů karbidu křemíku z méně hodnotných surovin, a tím je umožněn i další pokrok hutního a keramického průmyslu při výrobě kvalitního karbidu křemíku, ev. jeho druhů, legovaných tak, že jejich fyzikální a chemické vlastnosti odpovídají požadavkům daných aplikací. Způsob podle vynálezu otevírá praktické využití dříve známému způsobu kontinuální výroby a odpovídá moderním požadavkům na zachování životního prostředí a hospodárné využívání surovin a energie, nahraňuje morálně, technicky i ekonomicky opotřebovaný Achesonův periodický postup a dává možnost řešit pracovní podmínky u pece; místo namáhavé a často nebezpečné manuální práce v prostoru zamořeném kysličníkem uhelnatým kolem periodické pece, bude zde jen odborný dozor u řídicího pultu v čistém, klimatizovaném prostoru. V neposlední řadě nutno se zmínit o možnosti využívat plynných zplodin postupu podle vynálezu jako zdroje surovin, místo vypouštění sirných odpadů do ovzduší, následkem kterých bývá okolí závodů na výrobu karbidu křemíku úplně mrtvé, bez jakékoliv vegetace i jiného života, nastává zde možnost nahradit dovoz deficitních surovin tím, že se budou těžit z plynných odpadů výroby karbidu křemíku .

Příklad způsobu výroby a svislé šachtové pece podle tohoto vynálezu je znázorněn schematickým vyobrazením svislým osovým řezem pecí na obrázku 1 a dalším popisem příkladného provedení.

Pec se skládá z následujících částí: vstupní 1 dolů se zužující kónická část, předehřívací část 2, pracovní 3, ve které se překrývají část reakční 8 a rekrytalizační 14, která je vybavena dvěma sadami elektrod, jejichž počet může z hlediska pece být jakékoliv celé číslo, ale pokud se počítá se spoluprací stávajícího energetického systému, doporučuje se násobek tří. Důležité je, aby obě sady byly navzájem pootočený o polovinu rozteče elektrod, aby ohřev obvodu obsahu pece byl co nejstejněmější.

Vzhledem k tomu, že chladicí a výstupní části pece se tímto vynálezem proti dosud známému způsobu v principu nemění, nejsou tyto části v obr. 1 kresleny.

Mezi předehřívací částí 2 a pracovní částí 3 pece je upraveno náhlé zvětšení vnitřního průměru vnitřní vyzdívky, takže vzniká "krček" 23, který funguje jako kalibr a určuje vnější průměr obsahu pece, který se vahou nově vstupujících surovin sune dolů z předehřívací části 2 do pracovní části 3, jejíž vnitřní průměr vnitřní vyzdívky je o několik cm větší než průměr válce vznikajícího produktu. Účel tohoto provedení vyplývá z popisu funkce celého zařízení níže.

Všechny vyjmenované části 1, 2, 3 a nekreslené části chladicí, dochlazovací a výstupní, do které je zabudováno desintegrační zařízení, kterým se posuv hmot v peci řídí, tvoří dohromady svislou šachtovou pec s nuceným oběhem kychtových plynů.

Segregátor 18 heterogenizuje vstupující suroviny 6, větší a těžší zrna 6a směsi hromadí při obvodu závážky, jemnější zrna 6b zůstávají blíže osy pece, a tak napomáhá chemické heterogenizaci směsi (část směsi obohacené na uhlík je blíže středu pece), splynování jemné frakce uhlíkaté složky výrobní směsi, tepelné rafinaci a předehřátí obsahu pece co nejblíže reakční teplotě karbidu křemíku tak, aby veškeré popeloviny a těkavé nečistoty bezpečně odcházely v plynném stavu z aktivního prostoru pece. Páry karbidu křemíku kondenzují uvnitř pece jako cenný poloprodukt.

Spodní část 20 segregátoru 18 je vytvořena jako hořák 21, do kterého se zavádí přesné množství oxidačního média a přídavného paliva.

Dávkováním oxidačního média a přídavného paliva v hořáku 21 se reguluje stupeň tepelné rafinace a předehřátí výrobní směsi tak, aby teplota obvodu, tj. těsně za vyzdívkou 7, byla co možno 1400°C , protože tato teplota se osvědčila jednak pro dokonalou tepelnou rafinaci, jednak pro žádoucí předehřátí směsi před vstupem do pracovní části 3 pece.

Použije-li se pro spalování v hořáku kyslíkem obohaceného vzduchu, snadno teplota pod hořákem přestoupí reakční teplotu karbidu křemíku. Při spalování kolem 200 až 250 g přídavného paliva na kg produktu lze pod hořákem docílit kromě hlavních účelů i reakci v 10 až 11 % výrobní směsi na mikrokryštalickou modifikaci karbidu křemíku. Tím se jednak ušetří 10 až 11 % elektrické energie, kterou hradí elektrody, jednak se sublimováním a kondenzací uvedeného množství nejnižší modifikace karbidu křemíku v obvodové vrstvě obsahu pece obvod přiměřeně upevní, ne však natolik, aby neprošel krčkem 23 jako kalibrem, protože směs surovin obsahující jen kolem 10 % "amorfu" není abrasivní a je tvárná, takže pod vahou nově vstupující výrobní směsi krčkem 23 projde. Při tom se poněkud ztlačí a zpevní obvod obsahu pece, takže po průchodu krčkem 23 do pracovní části 3 pece vstupuje válec, obsahující kolem 10 % nižších modifikací karbidu křemíku, s hladkým povrchem o průměru daném průměrem otvoru "krčku". Obvod válce je natolik zpevněn, že po průchodu krčkem drží tvar válce o vnějším průměru o několik cm menším, než vnitřní průměr vyzdívky 12, 16 pracovní části pece 3.

V pracovní části 3 pece nastává následující dění: prodýsnou vyzdívkou 12 a 16 se z prostoru 11 a 15 mezi vyzdívkou 12 a 16 a pláštěm 13 a 17 přisává inertní nebo redukční plyn o nízké teplotě, např. okolí pece. Průchodem vyzdívkou se plyn otepluje na maximální teplotu, jaká je dovolena ve vyzdívkce, např. 1500°C . Dalším průchodem závažkou se zvyšuje teplota přisávaného plynu v pracovní části 3 na průměrnou teplotu 2250 až 2300°C , s kterou plyny a páry karbidu křemíku vstupují do osově dutiny, kterou projdou proti směru pohybu hmot v peci, které pod "krčkem" 23 mají teplotu mezi 1600 až 1700°C . Teplota 1600°C až 1700°C je zde udržována spotřebou tepla na reakci karbidu křemíku. Hmotnostní teplo plynů, odpovídající ochlazení plynů ze vstupní teploty 2250 na 1700°C a množství přisávaného

plynu (1 až 1,5 kg na kg produktu) umožní zreagování dalších cca 23 % směsi. Kromě toho však plyny nesou cca 10 až 20 % par karbidu křemíku, které z dutiny difundují do neprореagované směsi a kondenzují v ní. Směs obsahuje kolem 10 % karbidu křemíku vzniklého pod hořákem 21, 23 % karbidu křemíku vzniklého v reakční části 8 fyzikálním a skupenským teplem plynů a par a kolem 10 až 20 % kondenzátu karbidu křemíku, který proti směru pohybu hmot v peci se vrací a plní funkci recirkulovaných produktů.

Do rekrytalizační části vstupuje cca 66 % nezreagované zá-
vážky a 10 až 20 % amorfního karbidu křemíku, který zde rekrytal-
je.

Osová dutina 22 umožňuje přenos spalitelného plynu (s energe-
tickým obsahem přes 2 kWh na kg produktu) do předehřívací části,
kde se spolu s ostatními kychtovými plyny odsává přes předehříva-
nou výrobní směs a prodyšnou vyzdívku 7 do vnějšího prostoru 5,
do kterého se soustřeďuje veškerá druhotná energie. Spalitelný plyn
vzniká v chladicí části pece přisáváním oxidačního média přes uhlí-
katý zásep prodyšné vyzdívky chladicí pece a závažku pece, kterou
ochlazuje.

Plyn vstupuje do osově dutiny 22 s teplotou nad 1000°C a vzhle-
dem k mnohem vyšší teplotě hmot, obklopujících osovou dutinu 22,
zejména v elektrodové části 14 ochlazuje obvod dutiny, následkem
čehož na vnějšku dutiny budou kondenzovat páry karbidu křemíku ve
velké hexagonální krystaly. V ose pece tak za průchodu hmot pecí
roste kondenzát z nejkvalitnějšího produktu, který vzniká destila-
cí poloproduktu na obvodu závažky.

K odsávání plynů z pece vyzdívkou 7, do prostoru 5 vně přede-
hřívací části 2 stačí díky osově dutině nepatrný podtlak kouřové-
ho ventilátoru v zařízení, ve kterém se využívá hmotnostního a spal-
ného tepla kychtových plynů jako vedlejšího produktu kontinuální
výroby karbidu křemíku.

Osová dutina 22 nabude průměru 10 až 15 cm. Dutinou se pře-
mostňuje celý sloupec obsahu pece mezi výstupním koncem pece a vstu-
pem, takže v celém aktivním prostoru pece nastává žádoucí podtlak,
kterým se do pece prodyšnými vyzdívkami z prostorů mezi vnitřními
vyzdívkami a pláštěm(vnější vyzdívkou) stejnoměrně přisává inertní
nebo redukční médium, které zabezpečuje, že se vnitřní vyzdívky nik-
de nepřehřejí a nepoškodí nadměrnou teplotou. Plyny, přisávané do pe-

ce prodyšnými vnitřními vyzdívkami se do pracovního prostoru pece vracejí veškeré tepelné ztráty stěnami, takže kontinuální pec na výrobu karbidu křemíku pracuje prakticky beze ztrát, resp. tak, že se veškeré tepelné obsahy hmot vně i uvnitř pece přenášejí do prostoru 2, ve kterém je možno veškerou druhotnou energii hospodárně využít ke krytí potřeby kontinuální výroby i dalším účelům.

Způsob kontinuální výroby karbidu křemíku je při tomto uspořádání po energetické stránce téměř soběstačný.

1. Způsob kontinuální výroby karbidu křemíku ve svislé šachtové peci s nuceným oběhem kychtových plynů, vyznačující se tím, že homogenní směs výrobních surovin se ve vstupní a předeřhřivací části pece heterogenizuje tak, že se větší a těžší zrna směsi hromadí při obvodu zavážky, kdežto jemnější zůstávají blíže svislé osy zavážky, přičemž se do osy zavážky výrobní směsi zavádí oxidační médium, kterým se podstatná část uhlíkaté složky výrobní směsi v ose zavážky intensivně spaluje, přičemž nadbytek křemičité složky směsi sublimuje v proudu spalin a jiných plynných zplodin a zanechává v ose zavážky dutinu, která pak slouží za centrální odtah veškerých plynných zplodin a par, jakož i sublimujících substancí.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se do osy zavážky zavádí kromě oxidačního média i přídatné palivo práškové, případně kapalné a že spaliny spolu s veškerými plynnými zplodinami výrobního postupu se v předehřívací části pece odsávají přes vrstvu předehřívané výrobní směsi, takže za průchodu výrobní směsi se redukuje na spalitelný plyn a k redukci spotřebují převážně jemné frakce uhlíkaté složky směsi, která se tím stává prodýšnější.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se vstupující směs výrobních surovin v předehřívací části pece předehřívá a tepelně rafinuje protiproudem plynných zplodin při teplotě blízké reakční teplotě na karbid křemíku, zejména při 1400 až 1500°C, přičemž popelovina uhlíkaté složky a nečistoty křemičité složky sublimují a v plynném stavu odcházejí až na vnější povrch prodyšné vyzdívky, kde kondensují a zachycují se jako popílek, případně tekutá struska, kdežto páry karbidu křemíku kondensují uvnitř obsahu pece.

4. Zařízení k provádění způsobu podle bodů 1 až 3, sestávající ze svislé šachtové pece s předehřívací částí (2) a nuceným oběhem kychtových plynů, vyznačené tím, že v předehřívací části (2) je pec opatřena regulovaným přívodem okysličovadla (53) nebo jeho směsí s přidavným palivem (60), vyústujícím do hořáku (21) v ose pece.

