

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

⑫ OPIS PATENTOWY ⑰ PL ⑪ 183937

⑬ B1

⑳ Numer zgłoszenia: 322340

⑸ IntCl⁷

B22F 9/04
C01B 31/36

㉑ Data zgłoszenia: 26.09.1997

⑤④

Sposób wytwarzania proszku węgla krzemu

④③ Zgłoszenie ogłoszono:
29.03.1999 BUP 07/99

④⑤ O udzieleniu patentu ogłoszono:
30.08.2002 WUP 08/02

⑦③ Uprawniony z patentu:
Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica,
Kraków, PL

⑦② Twórcy wynalazku:
Jerzy Lis, Kraków, PL
Dariusz Kata, Przemyśl, PL
Tomasz Rudnik, Krasnystaw, PL
Ludostaw Stobierski, Kraków, PL

⑦④ Pełnomocnik:
Kopta Barbara, Akademia Górniczo-Hutnicza
im. St. Staszica

⑤⑦ Sposób wytwarzania proszku węgla krzemu wykorzystujący samopropagującą syntezę wysokotemperaturową **znamienny tym**, że mieszaninę proszkowych substratów Si + C w ilości odpowiadającej stosunkowi molowemu obu substratów 1:1 homogenizuje się, suszy, a następnie umieszcza się w komorze reakcyjnej w atmosferze azotu, po czym ogrzewa się punktowo złożę substratów do temperatury zapłonu i prowadzi się sekwencyjną syntezę przy ciśnieniu azotu 1,2 – 5 MPa, a temperatura reakcji utrzymuje się powyżej 1850°C.

PL 183937 B1

Sposób wytwarzania proszku węgla krzemu

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania proszku węgla krzemu wykorzystujący samopropagującą syntezę wysokotemperaturową **znamienny tym**, że mieszaninę proszkowych substratów Si + C w ilości odpowiadającej stosunkowi molowemu obu substratów 1:1 homogenizuje się, suszy, a następnie umieszcza się w komorze reakcyjnej w atmosferze azotu, po czym ogrzewa się punktowo złożę substratów do temperatury zapłonu i prowadzi się sekwencyjną syntezę przy ciśnieniu azotu 1,2 – 5 MPa, a temperatura reakcji utrzymuje się powyżej 1850°C.

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania proszku węgla krzemu, znajdującego zastosowanie do produkcji gęstych spieków.

Otrzymywanie węgla krzemu na drodze samorozprzestrzeniającej syntezy wysokotemperaturowej ogranicza się do zastosowania techniki wybuchu termicznego. Wymaga ona znacznego nakładu energetycznego potrzebnego do ogrzania całego złoża substratów do temperatury 600 – 800°C celem podtrzymania samopropagacji frontu reakcji.

Z polskiego opisu patentowego nr 155 664 znany jest sposób wytwarzania proszku β węgla krzemu, polegający na tym, że mikroproszek krzemu o czystości półprzewodnikowej oraz proszek węgla o rozwinięciu powierzchni nie mniejszym niż 10 m²/g zestawione w ilościach stechiometrycznych, miesza się z alkoholem, doprowadzając do ujednorodnienia w skali ziaren elementarnych. Następnie alkohol odparowuje się do zawartości alkoholu 10%, w warunkach uniemożliwiających segregację substratów. Mieszaninę ogrzewa się w atmosferze czystego argonu do temperatury 1373 - 1573 K co inicjuje egzotermiczną reakcję syntezy, następuje samoogrzanie się wsadu do temperatury rzędu 2273 K w czasie 10-30 sec. w tym czasie następuje całkowite przereagowanie substratów. Po zakończeniu reakcji otrzymany węgiel krzemu chłodzi się w atmosferze beztlenowej do temperatury nie wyższej niż 773K.

Z innego polskiego opisu patentowego nr 155 662 znany jest również sposób wytwarzania mikroproszku B węgla krzemu polegający na wytrąceniu koloidalnej krzemionki na cząstkach silnie zdyspergowanego węgla, o dużym rozwinięciu powierzchni, otrzymany żel suszy się aż do samorzutnego rozkruszenia się na kilkumilimetrowe ziarna, po czym ogrzewa się w atmosferze gazu obojętnego w temperaturze 1473 - 1773K przez 0,5 - 3 godzin.

Istotę wynalazku stanowi sposób wytwarzania proszku węgla krzemu polegający na tym, że mieszaninę proszkowych substratów Si + C w ilości odpowiadającej stosunkowi molowemu obu substratów 1:1 homogenizuje się, suszy, a następnie umieszcza się w komorze reakcyjnej w atmosferze azotu, po czym ogrzewa się punktowo złożę substratów do temperatury zapłonu co inicjuje samorozprzestrzeniającą się sekwencyjną syntezę rozpoczynającą się od reakcji krzemu z azotem. Powstały azotek krzemu reaguje z węglem w dalszym przebiegu syntezy dając węgiel krzemu. Syntezę prowadzi się przy ciśnieniu azotu 1,2-5 MPa, a temperatura reakcji utrzymuje się powyżej 1850°C. Produktem sekwencyjnej reakcji jest czysty i jednorodny fazowo proszek węgla krzemu.

Zaletą sposobu według wynalazku jest minimalny nakład energetyczny potrzebny do punktowej inicjacji procesu, a także samopropagacja spalania przy utrzymywaniu pokojowej temperatury otoczenia reaktora.

P r z y k ł a d

Węgiel w postaci sadzy i proszek krzemu naważa się w ilości odpowiadającej stosunkowi molowemu obu substratów 1;1. Następnie mieszaninę homogenizuje się w zawieszinie alkoholowej izopropanolu w młynie kulowym mielnikami z SiC, po czym suszy się w warunkach uniemożliwiających ponowną segregację.

W komorze reakcyjnej umieszcza się łódkę molibdenową izolowaną materiałem o możliwie niskim współczynniku przewodzenia ciepła np. włókniną korundową lub węglową. Wewnątrz łódki umieszcza się homogeniczną mieszaninę substratów w postaci luźno usypanego złoża. Z komory usuwa się powietrze i pompuje się azot do uzyskania ciśnienia 3 MPa. Proces samorozprzestrzeniającej syntezy wysokotemperaturowej inicjuje się przy użyciu źródła ciepła w postaci spirali grzejnej lub płytki grafitowej umieszczonej w jednym punkcie złoża. Po punktowym podgrzaniu złoża substratów do temperatury zapłonu umożliwiającym filtracyjne spalanie mieszaniny proszkowych substratów Si + C w atmosferze azotu, reakcja syntezy zachodzi w wyniku sekwencyjnych reakcji chemicznych, a proces inicjowany jest przez reakcję krzemu z azotem. W wyniku powstaje azotek krzemu reagujący w dalszym przebiegu syntezy z węglem, w konsekwencji powstaje węglik krzemu, a temperatura reakcji utrzymuje się samorzutnie powyżej 1850°C, produktem sekwencyjnej reakcji jest czysty i jednorodny fazowo proszek węglika krzemu.

Otrzymany węglik krzemu poddaje się następnie procesowi deglomeracji w młynie kulowym, mielnikami z SiC przez okres 2 godzin. Otrzymany proszek SiC po dodaniu aktywatorów spiekania służy do wytwarzania gęstych spieków.