

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C04B 35/599

C04B 35/622



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 02146408.1

[45] 授权公告日 2004 年 11 月 24 日

[11] 授权公告号 CN 1176872C

[22] 申请日 2002.11.5 [21] 申请号 02146408.1

[71] 专利权人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路 30 号

[72] 发明人 洪彦若 孙加林 罗星源

审查员 赵建华

[74] 专利代理机构 北京科大华谊专利代理事务所

代理人 吕中强

权利要求书 1 页 说明书 2 页

[54] 发明名称 一种制备贝踏赛隆的方法

[57] 摘要

本发明属于耐火材料领域，用于制备高温陶瓷或高温氧氮复合陶瓷，其特征在于本发明采用煤矸石、煤粉、氮气作原料，合成工艺为：原料细磨→按要求配料→混合→加入结合剂混合→机压成型→干燥→在还原氮化气氛下烧结合成→冷却→出炉→化验；所有原料均经细磨至粒度 $\leq 0.08\text{mm}$ ，原料配比：按化学反应所需碳量过量 5% 配碳；结合剂：糖浆；气氛：氮气；烧结合成温度：1400℃ 烧 8 小时，再升至 1600℃ 保温 2 小时。成品物相：主要为赛隆相（约 95%），化学式为 $\text{Si}_3\text{Al}_3\text{O}_3\text{N}_5$ 。其余为约 4% 的 SiC 及少量玻璃相。产品：深灰色粉体。本发明产品成本低、性能好，还解决了采煤尾矿对环保的污染问题。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种制备贝踏赛隆的方法, 其特征在于本发明采用煤矸石、煤粉、氮气作原料, 煤矸石成分为: SiO_2 : 40~50%, Al_2O_3 : 35~45%, TiO_2 : 0.1~1.0%, C: 1.5~2.5%; Fe_2O_3 : 0.5~2%, 灼减: 10~16% ; 煤粉: C : 65~75%; 挥发份 : 20~30%; 灰份 5~10%; 氮气: $\text{N}_2 \geq 99\%$; 化学反应式为:



原料配比: 按化学反应所需碳量过量 5%配碳; 其合成工艺为:

原料细磨→按要求配料→混合→加入结合剂混合→机压成型→干燥→在还原氮化气氛下烧结合成→冷却→出炉→化验; 所有原料均经细磨至粒度 $\leq 0.08\text{mm}$,

结合剂: 糖浆;

气氛: 氮气;

烧结合成温度: 1400℃烧 8 小时, 再升至 1600℃保温 2 小时。

一种制备贝踏赛隆的方法

技术领域：

本发明属于耐火材料领域，用于制备高温陶瓷或高温氧氮复合陶瓷。

背景技术：

贝踏赛隆是贝踏(β)型的硅铝氧氮化合物，代表符号是 β -Sialon。是一个硅、铝、氧、氮的固溶体，其固溶范围很宽，化学式是 $\text{Si}_{6-x}\text{Al}_x\text{O}_x\text{N}_{8-x}$ ， $x=0-4.0$ 。 β -Sialon 是个优良的硅铝氮氧陶瓷，更是一类新近发展起来的、最有可能满足近代冶金工业要求的一种优良氮氧复合耐火材料。

目前冶金工业的要求：目前炼铁高炉越建越大，建设费用也越来越高，要求高炉寿命应尽可能的长，从而对耐火材料的要求更苛刻了。法国 Savoie 公司制出 β -Sialon/ Al_2O_3 耐火材料，由于其耐冲刷、抗渣侵蚀、高热稳定性等，被认为是当今最好的高炉耐火材料。赛隆是一类高技术陶瓷，陶瓷界的做法是由纯 Si_3N_4 、 Al_2O_3 及 SiO_2 或 AlN 在高温下中性气氛中合成。结果成本很高、生产效率低，难以在冶金工业使用。

发明内容

本发明所要解决的技术问题是用低价原材料制备性能优良、价格便宜的赛隆。

一种制备贝踏赛隆的方法，其特征在于本发明采用煤矸石、煤粉、氮气作原料，煤矸石成分为： SiO_2 ：40~50%， Al_2O_3 ：35~45%， TiO_2 ：0.1~1.0%，C：1.5~2.5%； Fe_2O_3 ：0.5~2%，灼减：10~16%。；煤粉：C：65~75%；挥发份：20~30%；灰份 5~10%；氮气： $\text{N}_2 \geq 99\%$ 。

贝踏赛隆合成工艺为：

原料细磨→按要求配料→混合→加入结合剂混合→机压成型→干燥→在还原氮化气氛下烧结合成→冷却→出炉→化验。

所有原料均经细磨至粒度 $\leq 0.08\text{mm}$ 。

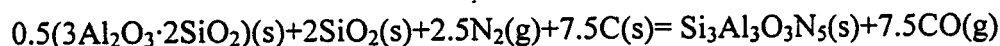
原料配比：按化学反应所需碳量过量 5%配碳。

结合剂：糖浆。

气氛：氮气。

烧结合成温度：1400℃烧 8 小时，再升至 1600℃保温 2 小时。

煤矸石合成赛隆的基本原理是利用煤矸石中的 Al_2O_3 、 SiO_2 及 C（碳）在还原气氛下合成。其代表反应式如下：



这就是利用碳还原，再用氮气氮化的工艺原理。

成品物相：主要为赛隆相（约 95%），化学式为 $\text{Si}_3\text{Al}_3\text{O}_3\text{N}_5$ 。其余为约 4% 的 SiC 及少量玻璃相。产品：深灰色粉体。

本发明产品成本低、性能好，还解决了采煤尾矿对环保的污染问题。

具体实施方式：

采用煤矸石、煤粉、氮气作原料，煤矸石成分为： $\text{SiO}_2=44.20\%$ ； $\text{Al}_2\text{O}_3=40.08\%$ ； $\text{TiO}_2=0.59\%$ ； $\text{C}=2\%$ ； $\text{Fe}_2\text{O}_3\leq 0.5$ ；灼减=13.36%。
煤粉： $\text{C}=68.53\%$ ；挥发份 =25.27%；灰份 =6.20%。

原料配比：按化学反应所需碳量过量 5%配碳。

所有原料均经细磨至粒度 $\leq 0.08\text{mm}$ ，结合剂：糖浆；气氛：氮气。

贝踏赛隆合成工艺为：

原料细磨→按要求配料→混合→加入结合剂混合→机压成型→干燥→在还原氮化气氛下烧结合成→冷却→出炉→化验。

烧结合成温度：1400℃烧 8 小时，再升至 1600℃保温 2 小时。

结果：95.83 质量%为 β -Sialon，化学式为 $\text{Si}_3\text{Al}_3\text{O}_3\text{N}_5$ ；3.57 质量%，为 SiC；其余为玻璃相。