

388121

-1



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>B01</u>
SUBCLASE <u>J</u>

P.- 46.916

7191/70

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de LONZA S.A.

entidad suiza

con domicilio en Gampel (Canton de Wallis), domicilio
de la dirección: Munchensteinerstr. 38,
Basilea, Suiza

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE CRISTALITOS
FILAMENTOSOS DE CARBURO DE SILICIO"
(Clase Internacional C09j)

388121

10 FEB



5 El invento concierne a un procedimiento para la producción de cristalitas filamentosas por crecimiento de los cristalitas filamentosos sobre un substrato a partir de una fase gaseosa que contiene los componentes de los cristalitas filamentosos, a temperatura elevada.

10 Es sabido que monocristales de carburo de silicio de forma acicular, los llamados cristalitas filamentosos, pueden ser producidos por descomposición térmica de alcoholclorosilanos a partir de arena de cuarzo y carbón o a partir de silicio y carbón. En "Physical Review" 143, 526 (1966) se describió la reducción de un metilclorosilano con hidrógeno a 1350 hasta 4300C, depositándose sobre un substrato de grafito cristales a base de carburo de silicio hexagonal. Por aplicación localizada de sustancias favorecedoras de la cristalización, tales como metales, -
15 por ejemplo Cr, Al, Fe, Co, Cu, Si, sobre el substrato se pudo elevar el rendimiento. Sin embargo, en este caso no se debe tratar de un crecimiento de cristales de carburo de silicio por el llamado mecanismo de vapor-líquido-sólido (VLS).
20

Por el contrario, otros autores ("Trans. Met. Soc. A.I.M.E." 233, 1055 (1955) sustentan la opinión de - que el crecimiento de los cristalitas filamentosos pueden tener lugar por un mecanismo de V.L.S.

25 Como disolvente para la sustancia que ha de ser hecha cristalizar sirve en este caso una gota fundida de un metal, la cual absorbe la sustancia a partir de la fase gaseosa y después de saturación de esta sustancia la depositada sobre el cristal de substrato que se encuentra por debajo de ella. En calidad de metal se utilizó silicio
30

388121



y de acuerdo con las Memorias de Publicación Holandesas 66.17544 y 67.03609 se utilizó hierro, que era aplicado con pincel o por rociado sobre el substrato. Sin embargo, este modo de trabajo tiene la desventaja de que el metal a aplicar no debe sobrepasar un determinado tamaño de partículas. De este modo resultan cristalitas filamentosas - con diámetro muy pequeño. Para la mayor parte de los sectores de utilización, sin embargo, los cristalitas filamentosos deben tener un diámetro mayor. Además de ello, es extraordinariamente difícil mantener constante la concentración del hierro metálico a aplicar sobre la superficie de substrato, tanto localmente como también de una carga a otra.

Es sabido además, a partir de la memoria de - patente francesa número 1.563.415, utilizar substratos que contienen hierro en forma elemental o hierro en forma de óxido de hierro. Uno de tales substratos es por ejemplo mullita (un silicato de aluminio) que contiene óxido de hierro como impureza. Este procedimiento lleva aparejada la desventaja de que los substratos, después de tiempo relativamente corto, se hacen inactivos para el crecimiento de los cristalitas filamentosos a causa del empobrecimiento en hierro.

Si la fase gaseosa contiene además cloro, tal como está provisto como convenientemente de acuerdo con la memoria de patente francesa, éste reacciona con el hierro formando cloruro de hierro y los substratos se hacen inactivos todavía con mayor rapidez.

La misión del presente invento es evitar las desventajas de los procedimientos conocidos.

388121



10 FEB 1951

De acuerdo con el invento esto se logra utilizando un substrato sobre el que se aplica una capa consistente en al menos una sustancia que favorece el crecimiento de los cristales, carbono y barniz.

5 En calidad de sustancias que favorecen el crecimiento de los cristales entran en consideración metales y/o compuestos metálicos, utilizados incluso en combinaciones. Tales sustancias son por ejemplo hierro, níquel, manganeso, cromo, cloruro de hierro, sulfato de hierro, carbonato de hierro, óxido de hierro, óxido de níquel, óxido de manganeso. Preferiblemente, se utilizan hierro o compuestos de hierro.

10 En calidad de carbono se utiliza convenientemente carbón activo.

15 Los dos componentes pueden ser utilizados en una proporción cualquiera. No obstante, se utilizan de modo ventajoso en la proporción ponderal de 1 a 0,5 hasta 1 a 2.

20 En calidad de barniz se puede utilizar cualquier barniz natural o sintético. A modo de ejemplo, se pueden utilizar barniz de resina alquídica, barniz de poli (acetato de vinilo), barniz de nitrocelulosa, barniz de poliéster, barniz de aceite, barniz Zapon, alquitrán.

25 La cantidad de barniz a utilizar no es crítica y se ajusta a la consistencia con que se deba aplicar la capa. Convenientemente, se emplea una cantidad de barniz tal que resulta una masa bien susceptible de ser aplicada con pincel.

30 Los substratos son pintados con la masa. Al calentarse carboniza el barniz y las partículas inorgánicas



son embebidas en una delgada capa de carbono. Esto hace que las sustancias que favorecen el crecimiento de los cristales sean cedidas a la fase gaseosa sólo con lentitud por acción del halógeno. De este modo se logra que durante toda la reacción esté presente en el espacio de reacción siempre suficiente cantidad de sustancias que favorecen el crecimiento de los cristales.

Las cantidades que ha de ser aplicada sobre el substrato de sustancia que favorece el crecimiento de los cristales, es decir de sustancia inorgánica, asciende ventajosamente a 0,1 hasta 10 mg/cm², preferiblemente a 0,5 hasta 5 mg/cm² de substrato.

En calidad de substrato entran en consideración por ejemplo carbono, corindón, mullita, cerámica, etc., y preferiblemente se utilizan placas de grafito.

Ejemplos.

1.- 5 g de óxido de hierro fueron mezclados con 5 g de carbón activo en forma de polvo y a continuación se añadieron 50 g de barniz Zapón (barniz de resina natural). De este modo se obtuvo una masa bien susceptible de ser aplicada con pincel, la cual fue aplicada con un pincel sobre las placas de substrato a base de grafito. Después de evaporación del disolvente, se obtuvo una delgada película.

2.- 2,5 g de óxido de hierro y 2,5 g de óxido de manganeso fueron mezclados con 5 g de carbón activo y a continuación fueron dispersados en un barniz de poliéster. La masa bien susceptible de ser aplicada con pincel fue aplicada sobre placas de substrato a base de grafito.

388121



Los substratos producidos de acuerdo con los ejemplos 1 y 2 fueron introducidos en un horno de reacción, siendo de aproximadamente 5 cm la distancia vertical. Sobre el substrato se aplicaron polvo de silicio (pureza mayor de 99,8%) y carbón activo. El reactor fue puesto bajo vacío y se hizo pasar a través del reactor gas de reacción que consistía en 72% de H₂, 20% de N₂ y 8% de CH₄. Las sustancias de partida fueron calentadas a 1400-1450°C. Después de aproximadamente 8 horas se enfrió y se abrió el reactor. Se obtuvieron cristallitos filamentosos de SiC con un diámetro medio de 2 u y una longitud de varios mm.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suiza el 14 de Mayo de 1970 bajo el N° 7191/70 se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud

25

29-5-83

- 6 -



de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

5 1ª.- Procedimiento para la producción de cristali-
talitos filamentosos de carburo de silicio por creci-
miento de los cristaliitos filamentosos sobre un sustra-
to a partir de una fase gaseosa que contiene los com-
ponentes silicio y carbono de los cristaliitos monofi-
lamentosos a temperatura elevada, caracterizado porque
10 se utiliza un sustrato sobre el que se aplica una ca-
pa de al menos un metal y/o al menos un compuesto me-
tálico en calidad de sustancia favorecedora del cre-
cimiento de los cristales, así como carbono y barniz.

15 2ª.- Procedimiento según la reivindicación
1ª, caracterizado porque en calidad de carbono se uti-
liza carbón activo.

3ª.- Procedimiento según las reivindicacio-
nes 1ª y 2ª, caracterizado porque la sustancia que fa-
vorece el crecimiento de los cristales y el carbono se
20 utilizan en la proporción ponderal de 1 a 0,5 hasta 1
a 2.

4ª.- Procedimiento según las reivindicacio-
nes 1ª a 3ª, caracterizado porque se aplican 0,1 hasta
10 mg de sustancia que favorece el crecimiento de los
25 cristales por cada centímetro cuadrado de sustrato.

388121



5a.- Procedimiento para la producción de
cristalitos filamentosos de carburo de silicio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede y con los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de ocho hojas escritas
a máquina por una sola cara.

- 1 JUN. 1973

Madrid,

P.A.

Alfredo de Lizasoain
Fe. Forgas

29-5-73
JAR.

- 8 -