

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C04B 35/565

C25C 3/08 F27D 1/00



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410030786.8

[43] 公开日 2005年1月12日

[11] 公开号 CN 1562883A

[22] 申请日 2004.4.9

[21] 申请号 200410030786.8

[71] 申请人 清华大学

地址 100084 北京市 100084-82 信箱

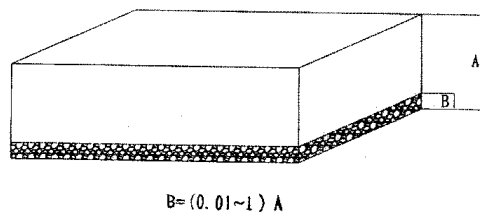
[72] 发明人 黄朝晖 潘伟 齐龙浩 苗赫濯

权利要求书 2 页 说明书 7 页 附图 1 页

[54] 发明名称 铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖及其制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖及其制备方法，属于耐火材料制备技术领域。其特征是在氮化硅结合碳化硅砖的配料过程中把 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料伴随碳化硅颗粒及细粉、硅粉和外加常温结合剂一起加入强制搅拌混砂机中混合；所述碳化硅的总加入量的质量百分比为 60~80%，所述硅粉加入量为 10~25%，所述添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的数量为总配料质量的 0.1%~20%，所述烧结添加剂为稀土氧化物，加入量为总配料质量的 0.2~10%。由于在耐火砖体中添加含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料，可大大提高氮化硅结合碳化硅耐火砖抗冰晶石电解质溶液侵蚀和渗透的能力及有效减缓侵蚀的速度，从而延长含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅耐火砖的使用寿命。



1、铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖，其特征在于：所述耐火砖是含有 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的 Si_3N_4 结合 SiC 砖；添加含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅砖的实施方式是在配料过程中把 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料伴随碳化硅颗粒和细粉、硅细粉、外加烧结添加剂和外加常温结合剂一起加入强制搅拌混砂机中混合；所述碳化硅的加入量的质量百分比为 55~89%，所述硅细粉加入量为 10~25%，所述添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的数量为总配料质量的 0.1%~20%，所述外加烧结添加剂为总配料质量的 0.2~10%，所述外加常温结合剂的加入量为总配料质量的 0.2~10%。

2、根据权利要求 1 所述的铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖，其特征在于：所述耐火砖中外加烧结添加剂为各种稀土氧化物和其盐类的一种或一种以上，烧结添加剂的总加入量一般在 6% 以内。

3、根据权利要求 1 所述的铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖，其特征在于：所述含 ZrB_2 材料的质量要求为： ZrB_2 含量大于 90%， Fe_2O_3 含量小于 0.3%，粒度在 1.5mm 至 0.1 μm 之间；所述 TiB_2 材料的质量要求为： TiB_2 含量大于 90%， Fe_2O_3 含量小于 0.3%，粒度在 1.5mm 至 0.1 μm 之间。

4、根据权利要求 1 所述的铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖，其特征在于：所述耐火砖中碳化硅的质量要求为： SiC 含量大于 96%， Fe_2O_3 含量小于 1.5%，颗粒大小为 5.0mm ~0.1mm，碳化硅细粉小于 0.08mm。

5、根据权利要求 1 所述的铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖，其特征在于：所述耐火砖中硅粉的质量要求为： Si 含量大于 96%， Fe_2O_3 小于 1.5%，硅细粉粒度为小于 0.08mm 的。

6、根据权利要求 1 所述的铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖，其特征在于：所述耐火砖中外加常温结合剂采用工业糊精溶液或木质素磺酸钙溶液或聚乙烯醇溶液。

7、制备如权利要求 1 所述的铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖的方法，其特征在于：所述方法依次为：

a) 将 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料、碳化硅颗粒和细粉、硅细粉、烧结添加剂和外加常温结合剂一起加入混合机械中混合，混合好后的物料在压砖机中压制成砖坯；

b) 将上述成型好的砖坯干燥，并使得干燥后水分小于 0.4%；

c) 将上述干燥好的砖坯置于氮化炉中加热烧成，在加热升温的过程中同时通入高纯氮气，氮气纯度应大于 99.90%。加热升温的过程为连续升温的过程，升温速度控制在 $10^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}/\text{小时}$ ，至 $1370^{\circ}\text{C}\sim 1450^{\circ}\text{C}$ 温度范围时并在该温度范围下保温 3~50 小时；

d) 冷却至 $900\sim 500^{\circ}\text{C}$ 时可停止通氮气，冷却至室温后即可得到含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅耐火砖。

铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖及其制备方法

技术领域

本发明涉及一种高温炉体——铝电解槽侧墙用含有 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅耐火砖及其制备方法，属于耐火材料制备技术领域。

背景技术

高温耐火材料是高温炉体内使用的具有保温和隔热功能的结构材料。几乎所有的高温容器和设备内部都需要配套耐火材料来实现高温的技术工艺条件和保护炉体钢结构的长期稳定的工作。高温设备内配套耐火材料抗高温熔体侵蚀的能力直接影响着耐火材料的寿命和高温设备的工作寿命。

铝电解槽侧墙目前使用的耐火材料是碳质耐火砖、氮化硅结合碳化硅耐火砖、氮化硅结合碳化硅耐火砖和碳质耐火砖复合的复合砖结构。碳质耐火砖很容易被高温氧化损坏造成铝电解槽槽体寿命短的问题，而氮化硅结合碳化硅耐火砖抗冰晶石电解质熔液侵蚀能力不是非常令人满意，国内的铝电解槽槽体的设计寿命一般为 5 年左右，与国外铝电解槽槽体的实际使用寿命一般超过 7 年，有的达到 12 年以上的先进水平存在较大的差距，该差距主要表现在氮化硅结合碳化硅耐火砖抗冰晶石电解质熔液侵蚀能力较差。通常采取方法是增加氮化硅结合碳化硅耐火砖的厚度来延长氮化硅结合碳化硅耐火砖的工作寿命。但是，增加氮化硅结合碳化硅耐火砖的厚度除了增加电解铝槽侧墙的用砖成本外，还给氮化硅结合碳化硅耐火砖的制造工艺增加了很多困难。例如，氮化硅结合碳化硅耐火砖厚度的增加，在砖体烧结过程中氮气不能有效地渗透到砖体内部并与硅粉发生氮化反应生成氮化硅结合相，容易造成氮化硅结合碳化硅耐火砖内部硅粉氮化不完全、砖体分层、砖体夹心、砖体强度低等质量问题，从而直接影响氮化硅结合碳化硅耐火砖的质量和使用效果。

ZrB_2 材料和 TiB_2 材料具有优良的抗冰晶石电解质熔液侵蚀能力，同时具有熔点高、热导率良好、抗冰晶石腐蚀能力强等优点，在 1100°C 以下时有较好的抗氧化能力，非常适合用于铝电解槽侧墙内衬耐高温耐冰晶石腐蚀材料。但 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料为共价键化合物，很难烧结为大型致密材料砖体。

发明内容

本发明的目的就是针对现有铝电解槽侧墙目前使用的碳质耐火砖和氮化硅结合碳化硅耐火砖存在的上述问题，提供一种含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖。本发明将 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料加入到氮化硅结合碳化硅材料中，通过反应产生的氮化硅来将 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料结合起来并获取强度，形成一种含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖，用于要求抗冰晶石电解质熔液侵蚀能力优良的电解铝槽侧墙。

本发明提出的铝电解槽侧墙用新型氮化硅结合碳化硅耐火砖，其特征在于：添加含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅砖的实施方式是在氮化硅结合碳化硅砖的配料过程中把 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料伴随碳化硅颗粒及细粉、硅粉和外加常温结合剂一起加入强制搅拌混砂机中混合；所述碳化硅的总加入量的质量百分比为 60~80%，所述硅粉加入量为 10~25%，所述添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的数量为总配料质量的 0.1%~20%，所述在含有 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的 Si_3N_4 结合 SiC 砖中添加烧结添加剂为——稀土氧化物，如氧化钇、氧化铈等，采用外加的方式加入，加入量为总配料质量的 0.2~10%。所述常温结合剂为工业糊精溶液或木质素磺酸钙溶液或聚乙烯醇溶液，采用外加的方式加入，加入量为总配料质量的 0.2~10%。

在上述铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖中，所述含 ZrB_2 材料中 ZrB_2 大于 90%， Fe_2O_3 小于 0.3%，粒度在 1mm 至 0.1 μm 之间；所述含 TiB_2 材料中 TiB_2 大于 90%， Fe_2O_3 小于 0.3%，粒度在 1mm 至 0.1 μm 之间。

在上述铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖中，所述碳化硅颗粒为 SiC 含量大于 97.5%， Fe_2O_3 含量小于 0.5%，颗粒粒度为 5.0mm ~0.5 μm ，碳化硅细粉小于 0.08mm。

在上述铝电解槽侧墙用新型氮化硅结合碳化硅耐火砖中，所述硅粉为 Si 含量大于 97.5%， Fe_2O_3 含量小于 0.5%，颗粒粒度小于 0.08mm 的硅细粉。

本发明提出的铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖的制备方法，其特征在于：所述方法依次为：

(1) 将 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料、碳化硅细粉、硅细粉、烧结添加剂和外加常温结合剂一起加入混合机械中混合，混合好后的物料在压砖机中压制成砖坯；压砖机可采用摩擦压砖机和振动加压成型机。

(2) 将上述成型好的砖坯干燥。干燥可采用蒸汽加热烘干、远红外加热烘干等，最终使得烘干砖坯的水分小于 0.4%。

(3) 将上述干燥好的砖坯置于氮化炉中加热烧成, 在加热升温的过程中同时通入高纯氮气, 加热升温的过程为连续升温的过程, 升温速度控制在 $20^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}/\text{小时}$, 至 $1370^{\circ}\text{C}\sim 1450^{\circ}\text{C}$ 温度范围时并在该温度范围下保温 $3\sim 50$ 小时;

(4) 冷却至 $900\sim 500^{\circ}\text{C}$ 时可停止通氮气, 冷却至室温后即可得到含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖。

由于本发明在铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖体中添加含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料, 可以大大提高氮化硅结合碳化硅耐火砖抗冰晶石电解质溶液侵蚀和渗透的能力, 从而有效减缓氮化硅结合碳化硅耐火砖遭受铝电解槽内冰晶石电解质溶液侵蚀的速度, 达到明显延长含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖使用寿命的目的。同时, 避免了通过增加氮化硅结合碳化硅耐火砖的厚度来弥补氮化硅结合碳化硅耐火砖工作寿命的缺陷, 保证了含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖质量的一致性和稳定性。

附图说明

图 1 为本发明分层加料实施例制备的复合砖体示意图。

具体实施方式:

如图 1 所示为本发明实施例的分层加料制备的复合砖体的示意图。在压砖机中压制成砖坯时通过分层和分批加料的方式很容易实现含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅材料和不含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅材料之间不同厚度的控制调整, 可制造不同成本的含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅砖的复合结构砖体。

下面结合实施例对本发明做进一步说明:

本发明的技术方案是: 在铝电解槽侧墙用氮化硅结合碳化硅耐火砖体中添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料, 可以大大提高氮化硅结合碳化硅耐火砖抗冰晶石电解质溶液侵蚀和渗透的能力, 有效地减缓氮化硅结合碳化硅耐火砖遭受冰晶石电解质溶液侵蚀损毁的速度, 达到延长铝电解槽侧墙用新型氮化硅结合碳化硅耐火砖使用寿命的目的。

添加含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料 (ZrB_2 大于 90%, Fe_2O_3 小于 0.3%; TiB_2 大于 90%, Fe_2O_3 小于 0.3%) 的氮化硅结合碳化硅砖的实施方式是: 在生产工艺的氮化硅结合碳化硅砖的配料过程中把 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料伴随碳化硅颗粒 (SiC 大于 97.5%, Fe_2O_3 小于 0.5%, 颗粒粒度为 $5.0\text{mm}\sim 0.5\mu\text{m}$, 含小于 0.08mm 的碳化硅细粉。碳化硅的总加入量的质量百分比为 $60\sim 80\%$) 以及硅粉 (Si 含量要求大于 96.5%, Fe_2O_3 含量要求小于 0.5%。颗粒粒度要求为小于 0.08mm 的硅细粉, 加入量为 $10\sim 25\%$) 和外加常温结合剂 (一般可采用浓度为 30% 左右工业糊精、浓度为 30% 左右的木质素磺酸钙溶液或浓度为 10% 左右的聚乙烯醇溶液, 加入量为总配料质

量的 0.2~10%) 一起加入强制搅拌混砂机中混合 20 分钟。添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的粒度在 1mm 至 0.1 μ m 之间, 添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的数量为总配料质量的 0.1%~20%, 添加的 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料相互间的比例可任意调节。

把混合好的物料在压砖机中压制成砖坯, 压砖机可以是大型振动加压成型机, 也可以是 200~1000 吨的摩擦压砖机, 也可以是高吨位液压机。成型好的砖坯在 30℃~200℃ 的温度下干燥, 干燥后砖坯的水分应控制在小于 0.4%。把干燥好的砖坯置于氮化炉中并通入高纯氮气 (N_2 大于 99.99%) 连续加热升温, 氮化炉可以是用电加热的, 也可以是燃油或燃气的马弗式氮化炉, 升温速度控制在 20~300℃/小时, 升温至 1370℃~1450℃ 温度范围时并在该温度范围下保温 3~50 小时 (随制品厚度来定保温时间, 制品厚度越大, 保温时间越长。例如, 90mm 厚的制品, 保温时间一般要达到 20 小时以上)。冷却至 900~500℃ 时可停止通氮气。冷却至室温后即可得到本发明涉及的含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖。

实施例 1

含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料氮化硅结合碳化硅砖的生产工艺过程:

原料:

碳化硅原料质量要求为, SiC 大于 97.5%, Fe_2O_3 小于 0.5%。

各碳化硅颗粒粒度的配比为: 5.0mm ~3mm, 占 10%; 3~1mm, 占 20%; 1~0.5mm, 8%; ≤ 0.5 mm, 占 8%, 小于 0.08mm 的碳化硅细粉 14%; 碳化硅的总加入量为 60% (质量百分比)。

硅粉原料质量要求为, Si 大于 97.5%, Fe_2O_3 小于 0.5%。颗粒粒度为小于 0.08mm 的硅细粉, 加入量为 20%。

添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的粒度为 1mm~0.1 μ m 之间, 添加的 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料相互间的比例为 1:1, 添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的数量为总配料质量的 20%。

配料:

先将各粒度的碳化硅颗粒加入强制搅拌混砂机中混合 3 分钟, 后加入碳化硅细粉、硅粉和 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料再混合 5 分钟后, 加入外加常温结合剂浓度为 30% 左右工业糊精, 加入量为总配料质量的 4%, 后一起在强制搅拌混砂机中混合 20 分钟。

成型:

把混合好的物料在压砖机中压制成为 500mm 长 450mm 宽 90mm 厚的制品, 压砖机可以是大型振动加压成型机, 也可以是 1000 吨的摩擦压砖机, 也可以是 3000 吨高吨位液压机。

干燥:

成型好的 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅耐火砖坯在 $30^\circ\text{C}\sim 200^\circ\text{C}$ 的温度下干燥，干燥后砖坯的水分应控制在小于 0.4%。

氮化烧成：

把干燥好的砖坯置于氮化炉中并通入高纯氮气 (N_2 大于 99.99%) 连续加热升温，氮化炉可以是电加热的，也可以是燃油或燃气的马弗式氮化炉，升温速度控制在 $20\sim 300^\circ\text{C}/\text{小时}$ ，升温至 $1370^\circ\text{C}\sim 1450^\circ\text{C}$ 温度范围时并在该温度范围下保温 20 小时后停止加热并自然冷却。冷却至 $900\sim 500^\circ\text{C}$ 时可停止通氮气。冷却至室温后即可得到本发明涉及的含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖。

砖体的理化性能为：碳化硅，57.66%；氮化硅，26.22%； ZrB_2 ，7.55%； TiB_2 ，7.60%；杂质，0.97%。显气孔率，19%；体积密度， $2.62\text{g}/\text{cm}^3$ ；耐压强度，178.3Mpa；常温抗折强度，43.1Mpa； 1400°C 抗折强度，47.3Mpa。坩埚法抗冰晶石侵蚀能力，与氮化硅结合碳化硅砖相比为特优。

实施例 2

含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料氮化硅结合碳化硅砖的生产工艺过程：

原料：

碳化硅原料质量要求为，SiC 大于 97.5%， Fe_2O_3 小于 0.5%。

各碳化硅颗粒粒度的配比为：5.0mm ~3mm，占 15%；3~1mm，占 24%；1~0.5mm，9%； $\leq 0.5\text{mm}$ ，占 11%，小于 0.08mm 的碳化硅细粉 21%；碳化硅的总加入量为 80% (质量百分比)。

硅粉原料质量要求为，Si 大于 97.5%， Fe_2O_3 小于 0.5%。颗粒粒度为小于 0.08mm 的硅细粉，加入量为 10%。

添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的粒度为 1mm~0.1 μm 之间，添加的 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料相互间的比例为 1:1，添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的数量为总配料质量的 10%。

配料：

先将各粒度的碳化硅颗粒加入强制搅拌混砂机中混合 3 分钟，后加入碳化硅细粉、硅粉和 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料再混合 5 分钟后，加入外加常温结合剂浓度为 30% 左右工业糊精，加入量为总配料质量的 5%，后一起在强制搅拌混砂机中混合 20 分钟。

成型：

把混合好的物料在压砖机中压制成为 500mm 长 450mm 宽 90mm 厚的制品，压砖机可以是大型振动加压成型机，也可以是 1000 吨的摩擦压砖机，也可以是 3000 吨高吨位液压机。

干燥：

成型好的 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅耐火砖坯在 $30^\circ\text{C}\sim 200^\circ\text{C}$ 的温度下干燥，干燥后砖坯的水分应控制在小于 0.3%。

氮化烧成：

把干燥好的砖坯置于氮化炉中并通入高纯氮气 (N_2 大于 99.99%) 连续加热升温，氮化炉可以是电加热的，也可以是燃油或燃气的马弗式氮化炉，升温速度控制在 $20\sim 300^\circ\text{C}/\text{小时}$ ，升温至 $1370^\circ\text{C}\sim 1450^\circ\text{C}$ 温度范围时并在该温度范围下保温 20 小时后停止加热并自然冷却。冷却至 $900\sim 500^\circ\text{C}$ 时可停止通氮气。冷却至室温后即可得到本发明涉及的含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖。

砖体的理化性能为：碳化硅，78.42%；氮化硅，13.87%； ZrB_2 ，3.45%； TiB_2 ，3.38%；杂质，0.88%。显气孔率，21%；体积密度， $2.60\text{g}/\text{cm}^3$ ；耐压强度，171.3Mpa；常温抗折强度，41.1Mpa； 1400°C 抗折强度，46.3Mpa。坩埚法抗冰晶石侵蚀能力，与氮化硅结合碳化硅砖相比为特优。

实施例 3

含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料氮化硅结合碳化硅砖的生产工艺过程：

原料：

碳化硅原料质量要求为，SiC 大于 97.5%， Fe_2O_3 小于 0.5%。

各碳化硅颗粒粒度的配比为：5.0mm ~3mm, 占 15%；3~1mm, 占 24%；1~0.5mm, 9%； $\leq 0.5\text{mm}$, 占 11%，小于 0.08mm 的碳化硅细粉 21%；碳化硅的总加入量为 80% (质量百分比)。

硅粉原料质量要求为，Si 大于 97.5%， Fe_2O_3 小于 0.5%。颗粒粒度为小于 0.08mm 的硅细粉，加入量为 18%。

添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的粒度为 1mm~0.1 μm 之间，添加的 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料相互间的比例为 1:1，添加 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的数量为总配料质量的 2%。

配料：

先将各粒度的碳化硅颗粒加入强制搅拌混砂机中混合 3 分钟，后加入碳化硅细粉、硅粉和 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料再混合 5 分钟后，加入外加常温结合剂浓度为 30% 左右工业糊精，加入量为总配料质量的 5%，后一起在强制搅拌混砂机中混合 20 分钟。

成型：

把混合好的物料在压砖机中压制成为 500mm 长 450mm 宽 90mm 厚的制品，压砖机可以是大型振动加压成型机，也可以是 1000 吨的摩擦压砖机，也可以是 3000 吨高吨位液压机。

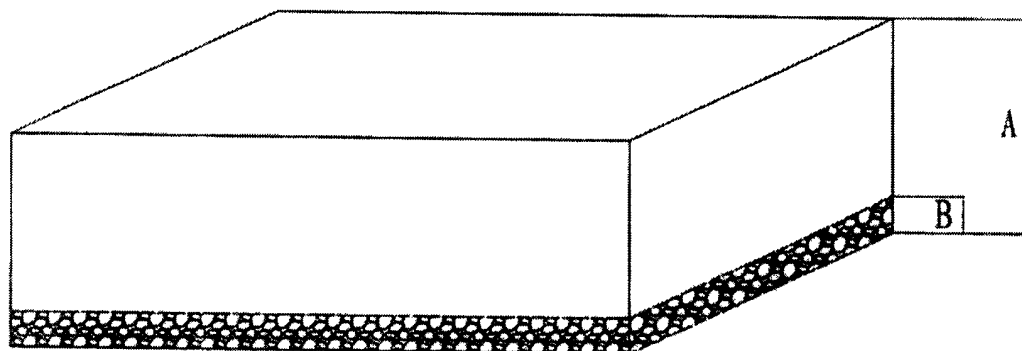
干燥：

成型好的 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的氮化硅结合碳化硅耐火砖坯在 $30^{\circ}C \sim 200^{\circ}C$ 的温度下干燥，干燥后砖坯的水分应控制在小于 0.3%。

氮化烧成：

把干燥好的砖坯置于氮化炉中并通入高纯氮气 (N_2 大于 99.99%) 连续加热升温，氮化炉可以是电加热的，也可以是燃油或燃气的马弗式氮化炉，升温速度控制在 $20 \sim 300^{\circ}C/小时$ ，升温至 $1370^{\circ}C \sim 1450^{\circ}C$ 温度范围时并在该温度范围下保温 20 小时后停止加热并自然冷却。冷却至 $900 \sim 500^{\circ}C$ 时可停止通氮气。冷却至室温后即可得到本发明涉及的含 ZrB_2 材料和 TiB_2 材料的新型氮化硅结合碳化硅耐火砖。

砖体的理化性能为：碳化硅，76.22%；氮化硅，21.46%； ZrB_2 ，0.75%； TiB_2 ，0.78%；杂质，0.79%。显气孔率，21%；体积密度， $2.60g/cm^3$ ；耐压强度，171.3Mpa；常温抗折强度，41.1Mpa； $1400^{\circ}C$ 抗折强度，46.3Mpa。坩埚法抗冰晶石侵蚀能力，与氮化硅结合碳化硅砖相比为略优。



$$B = (0.01 \sim 1) A$$

图 1