



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114053818 B

(45) 授权公告日 2022. 07. 05

(21) 申请号 202111292248.6

B01D 53/04 (2006.01)

(22) 申请日 2021.11.03

B01D 53/14 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

B01D 53/18 (2006.01)

申请公布号 CN 114053818 A

B01D 53/82 (2006.01)

B01D 53/68 (2006.01)

(43) 申请公布日 2022.02.18

G23C 16/44 (2006.01)

(73) 专利权人 中国科学院金属研究所

(56) 对比文件

地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路72号

CN 2716284 Y, 2005.08.10

CN 1254611 A, 2000.05.31

(72) 发明人 汤素芳 庞生洋 胡成龙 李建赵日达

CN 208711261 U, 2019.04.09

CN 103846001 A, 2014.06.11

(74) 专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限公司 21002

CN 105251306 A, 2016.01.20

CN 202355972 U, 2012.08.01

专利代理师 于晓波

CN 110975433 A, 2020.04.10

CN 108246060 A, 2018.07.06

(51) Int. Cl.

JP 2004124210 A, 2004.04.22

B01D 50/60 (2022.01)

US 2005061153 A1, 2005.03.24

B01D 46/24 (2006.01)

李赟等. 常见SiC CVD系统及其尾气处理装置.《智能电网》.2015,第3卷(第3期),214-217.

B01D 46/02 (2006.01)

B01D 46/62 (2022.01)

B01D 46/56 (2022.01)

B01D 46/54 (2006.01)

审查员 李晶晶

权利要求书2页 说明书4页 附图2页

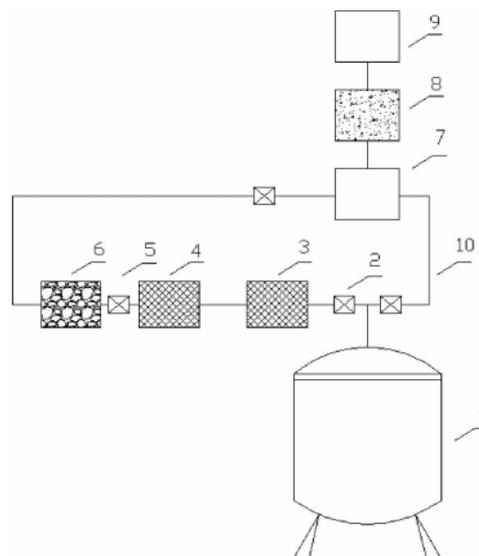
## (54) 发明名称

利用CVI法或CVD法制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置和尾气处理方法

间运转,高效率、低成本、操作简单、使用维护方便。

## (57) 摘要

本发明公开一种利用CVI法或CVD法制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置和尾气处理方法,属于尾气处理方法和装置技术领域。该装置包括真空泵、真空泵前级处理系统和真空泵后级处理系统;其中:所述真空泵前级处理系统包括依次连接的金属滤芯处理器、超细薄膜滤芯处理器、安全阀5和油膜吸附处理器,所述金属滤芯处理器与沉积炉(CVD或CVI)相连接;所述真空泵后级处理系统包括相连接的颗粒吸附处理器和排风机;所述真空泵分别连接所述油膜吸附处理器、颗粒吸附处理器以及沉积炉(CVD炉或CVI炉)。本发明方法和装置可实现CVI设备连续长时



1. 一种利用CVI法或CVD法制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,其特征在于:该装置包括真空泵、真空泵前级处理系统和真空泵后级处理系统;其中:所述真空泵前级处理系统包括依次连接的金属滤芯处理器、超细薄膜滤芯处理器、安全阀和油膜吸附处理器,所述金属滤芯处理器与沉积炉相连接;所述真空泵后级处理系统包括相连接的颗粒吸附处理器和排风机;所述真空泵分别连接所述油膜吸附处理器、颗粒吸附处理器以及沉积炉;

所述金属滤芯处理器和超细薄膜滤芯处理器的结构均包括封闭的金属外壳和其内的滤芯,金属外壳的顶部和侧壁上分别设有上口和侧口,尾气从上口进入,通过滤芯后从侧口排出;其中,金属滤芯处理器中放置的滤芯采用304不锈钢多层网结构滤芯,单层不锈钢网厚度0.2~0.5mm,网格孔直径为0.2~0.5mm;超细薄膜滤芯处理器中放置的滤芯为多层滤纸滤芯。

2. 根据权利要求1所述的制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,其特征在于:该装置中各部件之间通过波纹管相连接。

3. 根据权利要求1所述的制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,其特征在于:所述沉积炉与金属滤芯处理器相连接的管道上设有控制阀,所述油膜吸附处理器与真空泵相连接的管路上设有控制阀,所述沉积炉与真空泵直接相连接的管道上设有控制阀;所述控制阀为电磁阀或蝶阀。

4. 根据权利要求1所述的制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,其特征在于:所述滤芯设计与金属外壳同轴的圆筒状结构,滤芯的顶端与底端分别与金属外壳的上下表面相接触。

5. 根据权利要求1所述的制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,其特征在于:所述油膜吸附处理器包括圆筒状密闭容器及其内设置的挡板,挡板与容器底面成30~60°,挡板上端固定在密闭容器的上表面外边缘处,挡板下端与密闭容器底面保持一定间距;密闭容器的侧壁和顶部分别设有侧口和上口,尾气从侧口进入,经过油膜后从上口排出;所述油膜铺于密闭容器底部,油膜液面高度保持20~50mm,且油膜液面高于挡板下端;油膜采用100号真空泵油。

6. 根据权利要求1所述的制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,其特征在于:所述颗粒吸附处理器内装有碱金属氧化物和活性炭颗粒的混合物,所述碱金属氧化物为氧化钙或氧化钠,粒度30~100目;所述碱金属氧化物与活性炭颗粒体积比为1:2~1:5。

7. 一种利用权利要求1-6任一所述尾气处理装置进行的尾气处理方法,其特征在于:该尾气处理方法是在采用CVI工艺或CVD工艺制备SiC基体或SiC涂层时使用,该尾气处理方法包括如下步骤:

(1) 沉积炉升温前关闭真空泵前级处理系统,打开沉积炉与真空泵直接相连接的管道上的控制阀,将真空炉内空气排出,直至达到目标真空度,该过程主要目的防止大量空气通过,导致收集的易燃易爆物质燃烧,发生危险;

(2) 沉积炉升温加热时关闭沉积炉与真空泵直接相连接的管道上的控制阀,打开真空泵前级处理系统,沉积炉中排出的尾气依次通过金属滤芯处理器和超细薄膜滤芯处理器;该过程主要处理的尾气成分有微小颗粒物、未反应的MTS、反应生成的有机硅化物;

(3) 经过步骤(2)处理后的尾气从超细薄膜滤芯处理器的侧口排出后,进入油膜吸附处理器,尾气经油膜吸附后从油膜吸附处理器的上口排出;

(4) 尾气通过真空泵排入颗粒吸附处理器,通过颗粒吸附处理器中的碱金属氧化物和活性炭颗粒混合物将尾气中HCl吸附处理,处理后再通过排风机排入大气。

## 利用CVI法或CVD法制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置和 尾气处理方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及尾气处理方法和装置技术领域,具体涉及一种利用CVI法或CVD法制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置和尾气处理方法,适用于CVI/CVD工艺制备碳纤维增强陶瓷基复合材料(C/SiC复合材料)和碳化硅纤维增强陶瓷基复合材料(SiC/SiC复合材料),以及相关抗氧化涂层和薄膜制备过程中产生的尾气处理,也适用于其他气相沉积设备。

### 背景技术

[0002] 连续纤维增强SiC陶瓷基复合材料(C/SiC复合材料、SiC/SiC复合材料)作为一种先进复合材料,兼具结构材料和功能材料的双重特性。它具有高比强度、高比模量、耐高温、耐腐蚀、耐疲劳、抗蠕变、低密度和膨胀系数小等一系列优异性能,已被广泛用于航空和航天领域。如火箭发动机喷管喉衬、航空发动机涡轮叶盘、飞机用刹车盘等。

[0003] CVI法制备连续纤维增强SiC陶瓷基复合材料过程中主要原料有 $H_2$ 、Ar、三氯甲基硅烷(MTS)等。排出尾气成分相对较为复杂,主要含有未完全反应的MTS、 $H_2$ 、Ar、反应产物HCl、有机硅化物等。其中MTS与未反应完全的有机硅化物遇水或潮湿空气将发生剧烈反应,具有易燃易爆特性,在产生固态可燃硅化物的同时生成具有极强腐蚀性的盐酸,对设备有极强腐蚀破坏作用,且该类物质不能排入大气中。因此,尾气问题对CVI法制备陶瓷基复合材料工业化推广起到一定制约作用,也是当今一个难题。

[0004] 由于尾气物具有很强的腐蚀性,成分比较复杂,且与水产生剧烈反应,国内外暂时还没有一种有效的处理办法,一般CVI或CVD设备生产商也未提供有效的尾气处理设备。国内外在处理此类废气物的常用办法有两种办法:一种是活性炭或油液吸附法;另一种是水喷淋--酸碱中和法。第一种方法的缺点是效率低、吸附不完全、易堵塞气路;第二种方法的缺点是MTS与水反应产生大量固态物质堵塞管路,造成设备无法连续使用,而且产生盐酸需要大量碱液中和,无论哪种办法都增加了CVI生产成本。如何提出一种低成本、且高效吸收尾气的方法和装置成为急需解决的问题。

### 发明内容:

[0005] 本发明的目的在于提供一种CVI法制备SiC基体(或CVD法制备SiC涂层)尾气处理方法和装置,能够解决CVI法/CVI法制备SiC陶瓷基复合材料尾气处理问题。

[0006] 为实现上述目的,本发明所采用的技术方案如下:

[0007] 一种制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,包括真空泵、真空泵前级处理系统和真空泵后级处理系统;其中:所述真空泵前级处理系统包括依次连接的金属滤芯处理器、超细薄膜滤芯处理器、安全阀和油膜吸附处理器,所述金属滤芯处理器与沉积炉(CVD炉或CVI炉)相连接;所述真空泵后级处理系统包括相连接的颗粒吸附处理器和排风机;所述真空泵分别连接所述油膜吸附处理器、颗粒吸附处理器以及沉积炉(CVD炉或CVI炉)。该装置中各部件之间通过波纹管相连接。

[0008] 所述沉积炉与金属滤芯处理器相连接的管道上设有控制阀,所述油膜吸附处理器与真空泵相连接的管路上设有控制阀,所述沉积炉与真空泵直接相连接的管道上设有控制阀;所述控制阀为电磁阀或蝶阀。

[0009] 所述金属滤芯处理器和超细薄膜滤芯处理器的结构均包括封闭的金属外壳和其内的滤芯,金属外壳的顶部和侧壁上分别设有上口和侧口,尾气从上口进入,通过滤芯后从侧口排出;其中,金属滤芯处理器中放置的滤芯采用304不锈钢多层网结构滤芯,单层不锈钢网厚度0.2~0.5mm,网格孔直径为0.2~0.5mm;超细薄膜滤芯处理器中放置的滤芯为多层滤纸滤芯;

[0010] 所述滤芯设计为与金属外壳同轴的圆筒状结构,滤芯的顶端与底端分别与金属外壳的上下表面相接触。

[0011] 所述油膜吸附处理器包括圆筒状密闭容器及其内设置的挡板,挡板与容器底面成30~60°,挡板上端固定在密闭容器的上表面外边缘处,挡板下端与密闭容器底面保持一定间距;密闭容器的侧壁和顶部分别设有侧口和上口,尾气从侧口进入,经过油膜后从上口排出;所述油膜铺于密闭容器底部,油膜液面高度保持20~50mm,且油膜液面高于挡板下端;油膜采用100号真空泵油。

[0012] 所述颗粒吸附处理器内装有碱金属氧化物和活性炭颗粒的混合物,所述碱金属氧化物为氧化钙或氧化钠,粒度30~100目;所述碱金属氧化物与活性炭颗粒体积比为1:2~1:5。

[0013] 在采用CVI工艺制备SiC基体或采用CVD工艺制备SiC涂层时使用所述尾气处理装置进行,尾气处理方法包括如下步骤:

[0014] 利用所述尾气处理装置进行的尾气处理方法,包括如下步骤:

[0015] (1) 沉积炉升温前关闭真空泵前级处理系统,打开沉积炉与真空泵直接相连接的管道上的控制阀2,将真空炉内空气排出,直至达到目标真空度,该过程主要目的防止大量空气通过,导致收集的易燃易爆物质燃烧,发生危险;

[0016] (2) 沉积炉升温加热时关闭沉积炉与真空泵直接相连接的管道上的控制阀,打开真空泵前级处理系统,沉积炉中排出的尾气依次通过金属滤芯处理器和超细薄膜滤芯处理器;该过程主要处理的尾气成分有微小颗粒物、未反应的MTS、反应生成的有机硅化物等;

[0017] (3) 经过步骤(2)处理后的尾气从超细薄膜滤芯处理器的侧口排出后,进入油膜吸附处理器,尾气经油膜吸附后从超细薄膜滤芯处理器的上口排出;

[0018] (5) 尾气通过真空泵排入颗粒吸附处理器,通过颗粒吸附处理器中的碱金属氧化物和活性炭颗粒混合物将尾气中HCl吸附处理,处理后再通过排风机排入大气。

[0019] 本发明的优点如下:

[0020] 本发明尾气处理装置和方法可以高效吸收废气物质,提高CVI设备、机械泵等使用效率和寿命,具有成本低廉,维护方便简单的优点。

#### 附图说明:

[0021] 图1为本发明尾气处理装置结构示意图。

[0022] 图2为金属滤芯处理器和超细薄膜滤芯处理器结构示意图。

[0023] 图3为油膜吸附处理器结构示意图。

[0024] 其中:1-沉积炉;2-控制阀;3-金属滤芯处理器;4-超细薄膜滤芯处理器;5-安全阀;6-油膜吸附处理器;7-真空泵;8-颗粒吸附处理器;9-排风机;10-波纹管。

### 具体实施方式

[0025] 以下结合附图和实施例详述本发明。

[0026] 本发明提供一种利用CVI/CVD制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理装置,其结构如图1所示。该尾气处理装置包括真空泵7、真空泵前级处理系统和真空泵后级处理系统;其中:所述真空泵前级处理系统包括依次连接的金属滤芯处理器3、超细薄膜滤芯处理器4、安全阀5和油膜吸附处理器6,所述金属滤芯处理器与沉积炉1相连接;所述真空泵后级处理系统包括相连接的颗粒吸附处理器8和排风机9;所述真空泵分别连接所述油膜吸附处理器、颗粒吸附处理器以及沉积炉(CVD炉或CVI炉)。该装置中各部件之间通过波纹管10相连接。

[0027] 所述沉积炉与金属滤芯处理器相连接的管道上设有控制阀2,所述油膜吸附处理器与真空泵相连接的管路上设有控制阀2,所述沉积炉与真空泵直接相连接的管道上设有控制阀2;所述控制阀为电磁阀或蝶阀。

[0028] 所述金属滤芯处理器和超细薄膜滤芯处理器的结构如图2所示。均包括封闭的金属外壳和其内的滤芯,金属外壳的顶部和侧壁上分别设有上口和侧口,尾气从上口进入,通过滤芯后从侧口排出;其中,金属滤芯处理器中放置的滤芯采用304不锈钢多层网结构滤芯,单层不锈钢网厚度0.2~0.5mm,网格孔直径为0.2~0.5mm;超细薄膜滤芯处理器中放置的滤芯为多层滤纸滤芯;

[0029] 所述滤芯设计为与金属外壳同轴的圆筒状结构,滤芯的顶端与底端分别与金属外壳的上下表面相接触。

[0030] 所述油膜吸附处理器的结构如图3,油膜吸附处理器包括圆筒状密闭容器及其内设置的挡板,挡板与容器底面成30~60°,挡板上端固定在密闭容器的上表面外边缘处,挡板下端与密闭容器底面保持一定间距;密闭容器的侧壁和顶部分别设有侧口和上口,尾气从侧口进入,经过油膜后从上口排出;所述油膜铺于密闭容器底部,油膜液面高度保持20~50mm,且油膜液面高于挡板下端;油膜采用100号真空泵油。

[0031] 所述颗粒吸附处理器内装有碱金属氧化物和活性炭颗粒的混合物,所述碱金属氧化物为氧化钙或氧化钠,粒度30~100目;所述碱金属氧化物与活性炭颗粒体积比为1:2~1:5。

[0032] 实施例1:

[0033] 本实施例为利用CVI/CVD制备SiC基体或SiC涂层用尾气处理方法,具体如下:

[0034] (1) 沉积炉升温前关闭真空泵前级处理系统,打开沉积炉与真空泵直接相连接的管道上的控制阀2,将真空炉内空气排出,直至达到目标真空度,该过程主要目的防止大量空气通过,导致收集的易燃易爆物质燃烧,发生危险;

[0035] (2) 沉积炉升温加热时关闭沉积炉与真空泵直接相连接的管道上的控制阀2,打开真空泵前级处理系统,沉积炉中排出的尾气依次通过金属滤芯处理器和超细薄膜滤芯处理器;该过程主要处理的尾气成分有微小颗粒物、未反应的MTS、反应生成的有机硅化物等;

[0036] (3) 经过步骤(2)处理后的尾气从超细薄膜滤芯处理器的侧口排出后,进入油膜吸附处理器,尾气经油膜吸附后从超细薄膜滤芯处理器的上口排出;在超细薄膜滤芯处理器

和油膜吸附处理器之间的管路上设有安全阀5,主要目的是防止步骤(2)中回收尾气爆燃,起到安全卸压,防止爆炸作用。

[0037] (4)尾气通过真空泵排入颗粒吸附处理器,通过颗粒吸附处理器中的碱金属氧化物和活性炭颗粒混合物将尾气中HCl吸附处理,处理后再通过排风机排入大气。

[0038] 本发明中的连接管路均采用波纹软管连接,主要目的增加气体与管道接触力面积,降低气体温度和流速作用。

[0039] 本发明装置和方法的优点是可实现CVI设备连续长时间运转,高效率、低成本、操作简单、使用维护方便。使真空泵使用寿命由1个月延长至1年。

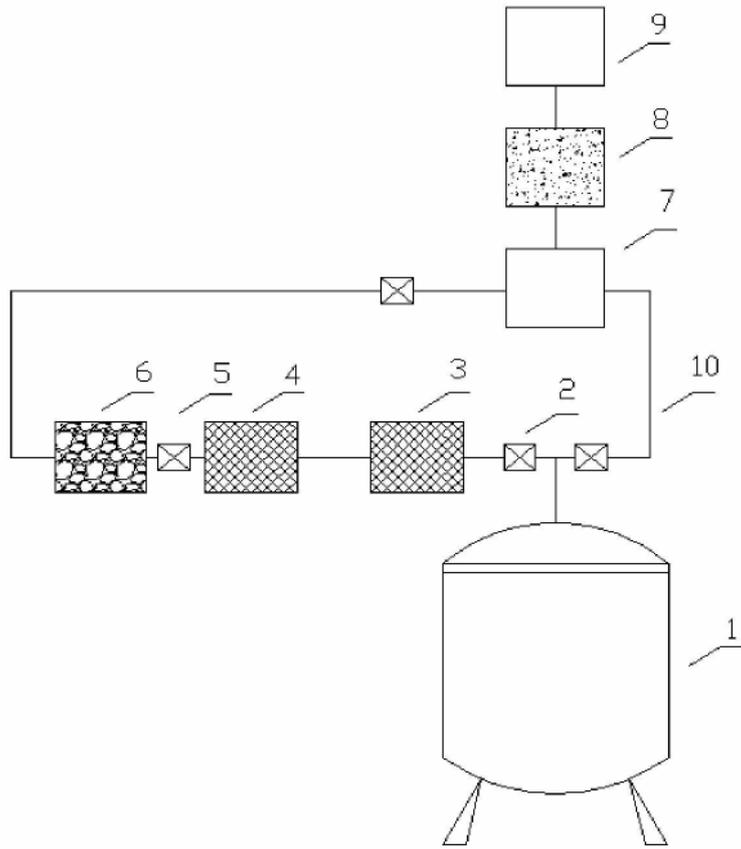


图1

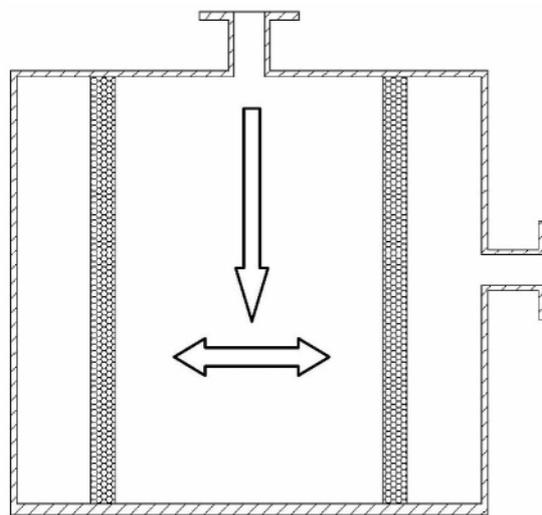


图2

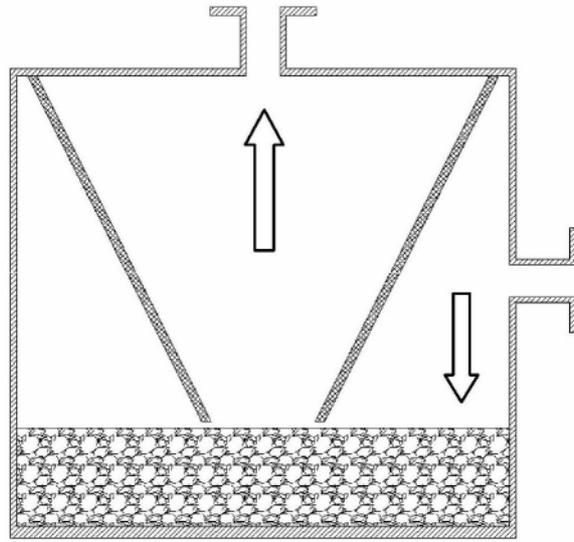


图3