



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218850 ✓
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 J 13/00

(22) Přihlášeno 27 03 80

(21) [PV 2147-80]

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 04 85

(75)
Autor vynálezu

VOBOŘIL JOSEF ing. CSc., PRAHA, ČERNÝ VLADIMÍR, KROMĚŘÍŽ,
OLIVERIOVÁ ALENA, PRAHA

(54) Koloidní magnetická suspenze a způsob její výroby

1

Vynález se týká koloidní magnetické suspenze pro určení magnetické doménové struktury a rozlišení magnetických a nemagnetických strukturních složek materiálů, popřípadě trhlin v materiálech, zejména u ocelí a způsobu její výroby.

Při studiích struktury a zejména fázového složení austenitických ocelí je nezbytné často identifikovat magnetické a nemagnetické strukturní složky.

Studium, popřípadě indentifikaci feromagnetických strukturních složek lze provádět pomocí práškových obrazců vytvářených na povrchu metalografického vzorku. Práškové obrazce lze vytvořit bez použití vnějšího magnetického pole na vzorku materiálu vybroušeného a vyleštěného klasickým způsobem přípravy metalografických výbrusů. Je však třeba studie provádět na výbrusech, které jsou bez povrchových tvářecích vrstev. Z těchto důvodů se doporučuje po mechanickém vyleštění výbrusu provést elektrolytické přešetření.

Obrazce na povrchu vzorku lze vytvořit buď pomocí suspenze feromagnetického kysličníku železnato-železitého, nebo podle Bitter-Akulova pomocí suchého prášku velmi jemného karbonilového železa. Je známa příprava koloidní suspenze podle El-mova, sestávající z chloridu železnatého a

2

chloridu železitého rozpuštěného v horké vodě. K uvedené směsi se za stálého míchání přidává hydroxid sodný. Vzniklá sraženina feritu je potom odfiltrována a promývána vodou. Potom se sraženina feritu smíchá s mýdlovým roztokem a krátce povaří. Takto připravenou emulzi lze kápnout na vyleštěný metalografický výbrus, přikrýt krycím sklíčkem, aby se vytvořila tenká vrstva. Na povrchu vzorku se vytvoří stromekovitě obrazce charakteristického tvaru a směru. Nejde o nic jiného, než o magnetickou strukturu feromagnetické fáze. Tyto obrazce můžeme také získat použitím karbonilového železa, jehož částice mají velikost 1 až 3 μm . V případě použití této metody se vzorek přiloží k prášku a hrubší ulpělé přebytečné částičky prášku odplavíme proudem alkoholu pomocí stříkačky. Takto získané obrazce mají oproti koloidním obrazcům tu nevýhodu, že změnou magnetizace se nezmění jejich tvar — pro každý stav musí být připraveny znova, nebo je nutné připojit vnější silné magnetické pole.

Citlivé koloidní magnetické suspenze bylo použito ke studiu struktury oceli a jiných slitin pro zjišťování drobnějších feromagnetických částic, například feritu martenzitu a dalších v nemagnetické fázi, a naopak nemagnetických strukturních složek

[austenitu, karbidu a podobně], rozložených v základní feromagnetické fázi. Potíže s aplikací výše popsaných metod v praxi nutily k tomu, že byly hledány cesty ke zlepšení těchto metod.

Rada obtíží s přípravou emulze podle původního receptu vedla k tomu, že byl dále upravován. Hlavní vyskytující se obtíží byla krátká životnost emulze a často velmi těžko reprodukovatelné výsledky. Modifikací se zejména upřesnily podmínky dosažení koloidního roztoku s dlouhodobou stabilitou. Přesto, že příprava koloidu upraveným způsobem je dosti náročná, není kvalitata koloidu, hlavně jeho reprodukovatelnost a dlouhodobá stabilita příliš dobrá.

Uvedené nevýhody odstraňuje koloidní magnetická suspenze a způsob její výroby podle předmětného vynálezu. Koloidní magnetická suspenze je určena pro zviditelnění magnetické doménové struktury a rozlišení magnetických a nemagnetických strukturálních složek materiálů, popřípadě trhlin v materiálech. Koloidní roztok sestává ze železité soli a louhu sodného, peptizovaného kyselinou chlorovodíkovou. Podstata vynálezu spočívá v tom, že jako složky trojmocného železa pro základní ferit koloidní suspenze obsahuje síran železito-amonný a jako stabilizační látky glycerin v množství od 0,6 do 0,8 objemových dílů a neutrální saponát v množství od 0,3 do 0,5 objemových dílů a neutrální saponát v množství od 0,3 do 0,5 objemových dílů. Podstata způsobu výroby koloidní suspenze spočívá v tom, že se směs přefiltrovaných roztoků chloridu a síranu železito-amonného, smíchaných v poměru 1:1, zahřeje do varu a po dobu od 5 do 10 minut udržuje při teplotě od 80 do 90 °C. Potom se přikapává do vroucího roztoku hydroxidu sodného, nato se z vytvořené sraženiny feritu odstraní dekantací a nejméně trojnásobným promytím destilovanou vodou matečný louh, přičemž je ferit udržován ve vlhkém stavu až do následného peptizování kyselinou chlorovodíkovou. Potom se peptizací získaná koloidní suspenze ve vodě upraví na pH od 6,95 do 6,98 a doplní seg lycerinem a zneutralizovaným saponátem.

Koloidní magnetické suspenze podle vynálezu jsou časově stálé, své neměnné koloidní vlastnosti si zachovávají po dobu 3 až 5 let. Způsobem podle vynálezu lze připravit koloidní suspenze s různým obsahem koloidní magnetické složky a různé viskozity. Výroba je poměrně jednoduchá a výsledky metalografických zkoušek, provedené s aplikací koloidní magnetické suspenze vyhověly i v náročných experimentech. Z nich vyplynuly i další nové přednosti, a to zejména skutečnost, že neutrální reakce (pH = 7), neobsahuje složky, které by celkově nebo selektivně působily na zkoumaný

nábrus a mohly ve zkoumané magnetické doménové struktuře vyvolávat artefakty. Koloidní suspenze je nevysychavá, umožňuje dlouhodobé zkoumání na nábrusu, zejména zkoumání změn v magnetické doménové struktuře při přiložení vnějšího magnetického pole.

Zvýšená viskozita vyvolaná přidávkem glycerinu koloidní suspenze umožňuje vytvoření rovnoměrného koloidního obrazu magnetické doménové struktury. Výjimečnou předností je prokreslení i nejjemnějších struktur; nedochází k jejich překrývání rychlým vychytáváním koloidních částic v místech velkých gradientů magnetického pole v doménové struktuře. Detergenční složka — neutrální saponát koloidní suspenze zvyšuje přilnavost k nábrusu a výbornou roztékavost po jeho povrchu, takže v řadě případů není třeba používat krycí sklíčko při mikroskopickém vyšetřování.

Příklad 1

Vysoce časově stabilní suspenze byla připravena tak, že vodný roztok 2,32 g chloridu železnatého a vodný roztok síranu železito-amonného v poměru 1:1 a v celkovém objemu rozpouštědla 300 cm³ při teplotě 20 až 25 °C je filtrován za použití vývěvy přes sintrovou fritu. Přefiltrované roztoky se potom slíjí a zvolna zahřívají do varu a po přejítí varu se ponechají na vodní lázni při teplotě od 80 do 90 °C po dobu 5 až 10 minut, než se počne vařit roztok hydroxidu sodného. Do vroucího roztoku hydroxidu sodného se přikapává směs roztoků chloridu železnatého a síranu železito-amonného. Vytváří se černá krystalická sraženina feritu v matečném louhu. Po odstavení a vychladnutí se vysrážený ferit během 10 až 15 minut usadí na dně baňky a dekantací odstraníme matečný louh. Ferit se se zbytkem matečního louhu vlije do sintrové frity (velikost pórů alespoň ekvivalentní pórovitosti frity Kavalier S-3). Vlhký ferit, usazený na sintru, se potom několikrát promyje destilovanou vodou a peptizuje tak, že na vlhký ferit se nalije roztok kyseliny chlorovodíkové. Peptizovaná koloidní suspenze z feritu se nechává volně odkapávat do sběrné baňky. Na pHmetru se změří pH koloidní suspenze a pH se upraví za stálého míchání skleněnou tyčinkou zředěným roztokem hydroxidu sodného na hodnotu od 6,95 do 6,98.

Potom se na jeden objemový díl suspenze přidá 0,8 dílu glycerinu (čistoty ČSL-3) a 0,3 dílu neutrálního saponátu. V případě, že se vyžaduje řidší suspenze (nižší viskozita) roztoku suspenze, je možno základní koloidní suspenzi těsně před použitím na daný vzorek neomezeně ředit destilovanou vodou.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Koloidní magnetická suspenze pro určení magnetické doménové struktury a rozlišení magnetických a nemagnetických strukturních složek materiálů, sestávající ze železité soli a louhu sodného, peptizované kyselinou chlorovodíkovou, vyznačená tím, že jako složky trojmocného železa pro základní ferit obsahuje síran železito-amonný a jako stabilizační látky od 0,6 do 0,8 objemových dílů glycerinu a od 0,3 do 0,5 objemových dílů neutrálního saponátu.

2. Způsob výroby koloidní magnetické suspenze podle bodu 1, vyznačený tím, že se směs přefiltrovaných roztoků chloridu

železnatého a síranu železito-amonného, smíchaných v poměru 1 : 1, zahřeje do varu a po dobu od 5 do 10 minut udržuje při teplotě od 80 do 90 °C a potom se přikapává do vroucího roztoku hydroxidu sodného, nato se z vytvořené sraženiny feritu odstraní dekantací a nejméně trojnásobným promytím destilovanou vodou matečný louh, přičemž je ferit udržován ve vlhkém stavu až do následného peptizování kyselinou chlorovodíkovou, potom se peptizací získaná koloidní suspenze ve vodě upraví na pH od 6,95 do 6,98 a doplní se glycerinem a zneutralizovaným saponátem.