



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

200 084

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 13 10 78

(21) PV 6655-78

(51) Int. Cl.³

C 22 B 34/36

(40) Zverejnené 30 11 79

(45) Vydané 01 10 82

(75)

Autor vynálezu CZAJLIK MIKULÁŠ ing. CSc., KOŠICE

JALÚVKA JAROMÍR doc. RNDr. PhDr. CSc., KOŠICE

ŠURIŠIN JOZEF ing., KOŠICE

(54)

Vysokodisperzný práškový wolfrám a spôsob jeho výroby

1

Vynález sa týka vysokodisperzného práškového wolfrámu a spôsobu jeho výroby.

V súčasnosti sú spôsoby výroby vysokodisperzného wolfrámu založené na redukcii bielej modifikácie kyseliny wolfrámovej vodíkom. Tento spôsob má nevýhody v tom, že nie je zabezpečená dobrá reprodukovateľnosť výsledkov, pričom získavaný wolfrám má veľkosť častíc väčšiu ako $1,5 \mu\text{m}$.

Uvedené nevýhody sú odstránené vysokodisperzným práškovým wolfrámom podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že má defektnú štruktúru, merný povrch v rozmedzí 5 až $55 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, veľkosť častíc menší než $1 \mu\text{m}$ a pozostáva aspoň z 99,7 wolfrámu, maximálne 0,3 % voľného uhlíka a najviac 0,001 % stopových nečistôt.

Výhodou tohoto vysokodisperzného práškového wolfrámu je malá veľkosť jeho častíc, čo je výhodné vzhľadom k jeho predpokladanému použitiu.

Vynálezom je taktiež nový spôsob výroby tohto wolfrámu, ktorého podstata spočíva v termickom rozklade pár hexakarbonylu wolfrámu v rozmedzí teplôt 500 až 1250°C v atmosfére nosného plynu, tvoreného napríklad dusíkom, argónom alebo vodíkom alebo ich kombináciou.

Výhodou spôsobu podľa vynálezu je dobrá reprodukovateľnosť dosiahnutých výsledkov.

Pri termickom rozklade pár hexakarbonylu wolfrámu sa tento rozkladá v prietochnej aparátúre kontinuálne na kysličník uhoľnatý a wolfrám, ktorý sa zachytáva na mechanickom filtri.

Zmenou tepelného režimu pri sublimácii karbonylu a termickom rozklade karbonylových pár, ako aj zmenou objemového prietoku nosného plynu a zloženia reakčnej atmosféry možno účinne ovplyvniť vlastnosti produktu a získať tak vysokodisperzný práškový wolfrám s veľkosťou zrna pod $1\text{ }\mu\text{m}$, merným povrchom 5 až $55\text{ m}^2\text{.g}^{-1}$ a zloženia aspoň : 99,7 % wolfrámu, voľný uhlík < 0,3 %, stopové nečistoty < 0,001 %, pri dosiahnutí maximálnej defektnej štruktúry. Dobrá reprodukovateľnosť výsledkov vytvára predpoklady pre výrobnotechnickú základňu prípravy katalyticky aktívneho karbidu wolfrámu. Prednosť získaného wolfrámu podľa vynálezu spočíva najmä v menšom rozmere získaných zŕn a tým aj jeho vysokým merným povrchom, čo umožňuje širšie priemyselné využitie.

Spôsob výroby vysokodisperzného práškového wolfrámu dokladajú nasledovné príklady prevedenia.

Príklad 1

Reakčná aparátúra sa pred termickým rozkladom preplachovala po dobu 0,5 h dusíkom rýchlosťou prúdenia $0,2\text{ m.s}^{-1}$. Rozklad W/CO_6 prebiehal v inertnej atmosfére dusíka pri teplote $500\text{ }^\circ\text{C}$. Nosným plynom bol dusík s obsahom kyslíka pod 10 ppm, lineárna rýchlosť prúdenia nosného plynu $0,2\text{ m.s}^{-1}$. Reakčná aparátúra mala dĺžku reakčného priestoru 0,5 m. Wolfrámové častice sa zachytávali na mechanickom filtri s otvormi o priemere pod $0,1\text{ }\mu\text{m}$. Narastajúci odpor filtra sa eliminoval vytvorením podtlaku za filtrom.

Príklad 2

Reakčná aparátúra sa pred termickým rozkladom preplachovala 0,3 hod. dusíkom rýchlosťou prúdenia $0,4\text{ m.s}^{-1}$. Rozklad W/CO_6 prebiehal v inertnej atmosfére dusíka pri teplote $1250\text{ }^\circ\text{C}$. Nosným plynom bol dusík s obsahom kyslíka pod 10 ppm, lineárna rýchlosť prúdenia nosného plynu /dusíka/ $0,4\text{ m.s}^{-1}$. Reakčná aparátúra mala dĺžku reakčného priestoru 0,5 m. Wolfrámové častice sa zachytávali na mechanickom filtri s otvormi pod $0,1\text{ }\mu\text{m}$.

Vysokodisperzný práškový wolfrám z hexakarbonylu wolfrámu je vhodný najmä pre výrobu katalyticky aktívneho karbidu wolfrámu pre palivové články s kyslým elektrolytom a pre katalýzu chemických procesov.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Vysokodisperzný práškový wolfrám, vyznačujúci sa tým, že má defektnú štruktúru, merný povrch v rozmedzí 5 až $55\text{ m}^2\text{.g}^{-1}$, veľkosť častíc najviac $1\text{ }\mu\text{m}$ pozostáva z aspoň 99,7 % wolfrámu, najviac 0,3 % voľného uhlíka a najviac 0,001 % stopových nečistôt.
2. Spôsob výroby vysokodisperzného práškového wolfrámu podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa podrobí termickému rozkladu pary hexakarbonylu wolfrámu v rozmedzí 500 až $1250\text{ }^\circ\text{C}$ v atmosfére nosného plynu tvoreného napríklad dusíkom, argónom, vodíkom alebo ich kombináciou