

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 92 689

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.04.75 (P. 179974)

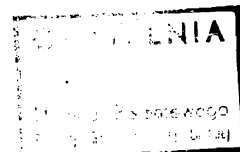
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 10.04.76

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1978

MKP C01g 25/00

Int. Cl². C01G 25/00



Twórcy wynalazku: Wiktor Drozda, Andrzej Deptuła, Jacek Rebandel

Uprawniony z patentu: Instytut Badań Jądrowych,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania sferycznych ziaren cyrkonianów metali ziem alkalicznych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania sferycznych ziaren cyrkonianów metali ziem alkalicznych o średnicach do 100 μm . Ziarna sferyczne cyrkonianów mogą być stosowane w procesie wytwarzania ochronnych powłok ceramicznych metodą natryskiwania plazmowego.

Nieznany jest sposób wytwarzania sferycznych ziaren cyrkonianów metali ziem alkalicznych a w literaturze opisywane są jedynie sposoby wytwarzania cyrkonianów w postaci proszku o ziarnach nieregularnych.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do zakwaszonego roztworu soli cyrkonylowej dodaje się, korzystnie w podwyższonej temperaturze do około 100°C przy jednoczesnym mieszaniu stałego węgla metalu ziem alkalicznych w ilości stechiometrycznej przez co uzyskuje się zol cyrkonowy zawierający jony metalu ziem alkalicznych. Otrzymany zol poddaje się dwustopniowemu żelowaniu. W pierwszym stopniu żelowania wytwarza się emulsję kropeł zolu w cieczy żelującej składającej się z ekstrahenta wody, korzystnie 2-etyloheksanolu-1 oraz środka powierzchniowo czynnego. W drugim stopniu żelowania do otrzymanej emulsji dodaje się obok ekstrahenta wody ekstrahenta anionów, korzystnie pierwszorzędowej trójalkilaminy. Wytworzone ziarna sferyczne suszy się i po wysuszeniu praży się w temperaturze od 700–1200°C w ciągu 2–15 godzin.

Sposób według wynalazku umożliwia wytworzenie dotychczas nie otrzymywanych sferycznych ziaren cyrkonianów metali ziem alkalicznych szczególnie przydatnych w procesie natryskiwania plazmowego. Ziarna sferyczne odznaczają się znacznie lepszymi właściwościami od dotychczas stosowanych ziaren nieregularnych.

Przykład. Wytwarzanie sferycznych ziaren cyrkonianu strontu: Do 450 cm^3 roztworu ZrOCl_2 o stężeniu 1.33 M dodaje się mieszając 360 cm^3 HCl 1,2 M, ogrzewa się do temperatury 100°C, a następnie, przy jednoczesnym mieszaniu dodaje się 92,25 g SrCO_3 . Otrzymany zol o stężeniu 1.41 MΣ Me i o stosunku molowym chlorki: Metale równym 1,1 : 1 wprowadza się do 20 dcm^3 2-etyloheksanolu -1 zawierającego 2% monooleinianu sorbitolu. Przez intensywne mieszanie otrzymuje się emulsję zolu w 2-etyloheksanolu -1. Do tej emulsji dozjuje się 40 dcm^3 cieczy składającej się z 90% 2-etyloheksanolu -1 i 10% trójalkilo-metyloaminy. Otrzymane sferyczne ziarna żelu odsąca się, przemywa a następnie po wysuszeniu praży się w temperaturze 1100°C w ciągu 5 godzin przez co uzyskuje się sferyczne ziarna cyrkonianu strontu SrZrO_3 .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania sferycznych ziaren cyrkonianów metali ziem alkalicznych, z n a m i e n n y t y m, że do zakwaszonego roztworu soli cyrkonylowej dodaje się, korzystnie w temperaturze około 100°C przy jednoczesnym mieszaniu stałego węglanu metalu ziem alkalicznych w ilości stechiometrycznej, przez co uzyskuje się zol cyrkonowy zawierający jony metalu ziem alkalicznych, który następnie poddaje się dwustopniowemu żelowaniu, a uzyskane ziarna sferyczne sączy się i po wysuszeniu praży się w temperaturze od 700°C — 1200°C w ciągu 2—15 godzin.

2. Sposób według, zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że w pierwszym stopniu żelowania miesza się zol z cieczą żelującą składającą się z ekstrahenta wody, korzystnie 2-etyloheksanolu —1 oraz środka powierzchniowo-czynnego, natomiast w drugim stopniu żelowania do otrzymanej emulsji dodaje się obok ekstrahenta wody, ekstrahenta anionów, korzystnie pierwszorzędowej trójalkiloaminy.