



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212106

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 12 08 80  
(21) (PV 5532-80)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 04 B 35/10

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 05 84

(75)

Autor vynálezu

CHÝLEK STANISLAV ing., KOTEK VLADIMÍR ing., ŠTĚTINA KAREL,  
HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu

Vynález se týká způsobu výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu, zejména trubic pro hořáky vysokotlakých sodíkových výbojek.

Vynález řeší technologii výroby trubic, při které přesným vymezením vlastností suroviny, způsobu mletí a soustavou pojiva a plastifikátoru se dosáhne maximální světelné propustnosti slinutého materiálu.

Způsob výroby podle vynálezu lze použít při přípravě předmětů z průsvitného polykrystalického korundu..

Vynález se týká způsobu výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu, zejména trubíc pro hořáky vysokotlakých sodíkových výbojek.

Je známo, že předměty z průsvitného polykrystalického korundu a především trubice pro hořáky vysokotlakých sodíkových výbojek se vyrábějí tak, že k čistému práškovému oxidu hlinitému se přidávají malá množství přísad, usnadňujících slinování, nejčastěji oxidu hořečnatého a/nebo směsí, obsahujících oxid hořečnatý a z této směsi se - po přidání dalších dočasných přísad organického původu, majících dočasnou technologickou funkci, jako jsou kupř. zpevňující pojiva a podobně, - lisováním tvarují polotovary, které se zpravidla dále mechanicky obrábějí soustružením, broušením apod. Takto vytvářené předměty se dále vypalují, zpočátku oxidačně při teplotách do 400 °C a potom ve vakuu nebo ve vodíkové atmosféře při teplotě nad 500 °C.

Nevýhodou tohoto způsobu je, že některé tvary výrobků, které přicházejí velmi často v úvahu, jako kupř. trubice, se obtížně lisují a pro docílení konečného tvaru a přesných rozměrů vyžadují pracné mechanické obrábění, takže produktivita výroby je poměrně malá. Další nevýhodou je, že při obrábění odpadá poměrně značný podíl druhého materiálu, takže spotřeba surovin je vysoká. Ještě další nevýhodou je tvorba velmi jemného prachu při obrábění, který zhoršuje pracovní prostředí a může se usazovat na výrobcích a zhoršovat jejich jakost.

Již dlouhou dobu je známo, že předměty z oxidu hlinitého mající v jednom směru neměnný průřez, jako jsou tyče, trubice a podobně, je možno s výhodou tvarovat tažením (protlačováním) tak, že se práškový oxid hlinitý plastifikuje dostatečným množstvím vodných roztoků organických plastifikátorů, jako jsou deriváty celulózy, škrob a jeho deriváty a podobně. Bohužel, vysoké podíly těchto uhlíkatých látek a malá anorganická rezidua v nich měly za následek, že kvalita průsvitných trubíc, vyrobených tažením je výrazně horší, nežli kvalita trubíc připravených lisováním. Zejména propustnost pro viditelné světlo je o 5 až 10 % nižší, odolnost proti teplotním změnám je menší a mechanická pevnost je o 10 až 40 % menší. Navíc je při výrobě tenkostěnných trubíc nesmírně obtížné docílit rovnoměrného vytékání tažené hmoty z ústí lisu (průvlaku) a tažené pásmo hmoty se vlní a není téměř možné docílit rovných výtažků.

Uvedené nevýhody jsou odstraněny způsobem výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu obsahujícího alespoň 99 % oxidu hlinitého a nejvýše 1 % minerálních přísad a příměsí, jehož podstatou je, že se výchozí oxid hlinitý o měrném povrchu 2 až 20 m<sup>2</sup>/g semílá za sucha korundovými mlecími tělesy po dobu 1 až 20 hodin, do semletého produktu se hnětením zapracuje roztok polyvinylalkoholu se střední molekulovou hmotností 30 000 až 90 000 o koncentraci 12 až 20 % a disperzní modifikátor, tvořený disperzí hydrofilní a hydrofobní složky, jejichž poměr je 1:0,3 až 10, při čemž hydrofilní složka sestává z 20 až 80% vodného roztoku neionogenních tenzidů na bázi etylenoxidu, propylenoxidu a jejich adduktů s mastnými kyselinami, alkoholy, oleji, elainem nebo alkylfenoly a jeho hydrofobní složka sestává ze směsi uhlovodíků s 9 až 20 uhlíkovými atomy, přičemž pracovní směs má složení

|                          |     |          |
|--------------------------|-----|----------|
| oxid hlinitý             | 72  | až 90 %  |
| roztok polyvinylalkoholu | 8   | až 26 %  |
| disperzní modifikátor    | 0,5 | až 10 %, |

načež se směs dále homogenizuje hnětením po dobu 5 až 100 minut a po odvzdušnění směsi a vytváření předmětů tažením nebo protlačováním, se předměty vypálí nejprve v oxidační atmosféře při teplotě 700 až 500 °C a pak ve vodíkové atmosféře při teplotě 1 600 až 1 950 °C.

Výhodou způsobu podle vynálezu je současné docílení vysoké produktivity práce a nižší spotřeby základní minerální suroviny při zachování dobrých vlastností výsledných trubíc, jako je mechanická pevnost, světelná propustnost a odolnost proti změnám teploty. Dále postup podle vynálezu umožňuje zhotovovat trubice takových rozměrů, které se jen velmi obtížně zhotovují lisováním, kupř. trubíc o malém vnitřním průměru kolem 2 až 4 mm, nebo i méně.

Další výhodou je zlepšená hygiena pracovního prostředí, plynoucí ze zmenšeného podílu prašných odpadů. Ještě další výhodou je dobrá rozměrová a tvarová přesnost.

Bylo zjištěno, že transparence finálního vzorku s dobou mletí narůstá a je maximální po 3 až 6 hodinách mletí, načež spojitě klesá. Je nevýhodné mlít déle než 20 hodin, i když se množství koulí zmenší na pouhý dvojnásobek hmoty meliva.

Vynález bude blíže vysvětlen na příkladu konkrétního provedení způsobu podle vynálezu.

#### P ř í k l a d

Řízenou kalcinací nízkoteplotních modifikací oxidu hlinitého byl při teplotě 1 260 °C připraven kalcinát o měrném povrchu 6,7 m<sup>2</sup>/g, který obsahoval 0,16 % oxidu hořečnatého. Jakožto přísady usnadňující slinování, a 0,03 % jiných netěkavých oxidů jakožto doprovodných příměsí. Kalcinát byl semílán v kulovém mlýnu za sucha pětinašobným množstvím korundových mlecích koulí po dobu 5 hodin. K umletému oxidu hlinitému byl přidán vodný roztok polyvinylalkoholu o střední molekulové hmotnosti 60 000 a hmotnostní koncentraci 16 % a disperzní modifikátor vytvářecích vlastností, mající následující hmotnostní složení:

|                                          |      |
|------------------------------------------|------|
| Tenzid na bázi etoxylovaného oleinu      | 10 % |
| tenzid na bázi etoxylovaných alkylfenolů | 5 %  |
| voda                                     | 25 % |
| petrolej                                 | 40 % |
| dibutylftalát                            | 20 % |

Získaná směs měla následující hmotnostní složení:

|                          |      |
|--------------------------|------|
| Mletý kalcinát           | 76 % |
| Roztok polyvinylalkoholu | 21 % |
| Disperzní modifikátor    | 3 %  |

Uvedené komponenty se mísily v hnětacím stroji a vzniklé těsto se ve stejném stroji dalším hnětením homogenizovalo celkem 50 min. Zhomogenizované těsto bylo odvodušněno pomocí šnekového vakuového lisu a pomocí téhož lisu a nebo pístového tažného lisu byly taženy (protlačovány) trubice o vnějším průměru od 2 mm do 20 mm a o tloušťce stěny 0,5 až 2 mm, přičemž tato rozmezí nepředstavují limity popisovaného způsobu. V celém rozmezí probíhalo vytváření bez zásadních potíží, výtahy byly rovné a bez viditelných stop metalického otěru. Výtahy byly usušeny při teplotě 75 °C a byly rozřezány na potřebné délky kotoučovými pilami.

Na to byly vypáleny v oxidační atmosféře při teplotě 1 100 °C a slinutí bylo dokončeno výpalem ve vodíkové atmosféře při teplotě 1 890 °C. Vypálené trubice byly transparentní, měly rovnoměrnou a pravidelnou mikrostrukturu a propustnost světla byla při tloušťce stěny 0,95 mm 93,5 %.

Způsob výroby podle vynálezu je možno použít při přípravě předmětů z průsvitného polykrystalického korundu, zejména trubice pro hořáky vysokotlakých výbojek, plněných parami kovů.

#### P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu, obsahujícího alespoň 99 % oxidu hlinitého a nejvýše 1 % minerálních slinovacích přísad a příměsí, vyznačený tím, že se výchozí oxid hlinitý o měrném povrchu 2 až 20 m<sup>2</sup>/g, semílá za sucha korundovými mlecími tělesy po dobu 1 až 20 hodin, do semletého produktu se hnětením zapracuje roztok polyvinylalkoholu se střední molekulovou hmotností 30 000 až 90 000 o koncentraci 12 až 20 %

a disperzní modifikátor tvořený disperzí hydrofilní a hydrofobní složky, jejichž poměr je 1:0,3 až 10, při čemž hydrofilní složka sestává z 20 až 80% vodného roztoku neionogenních tenzidů na bázi etylenoxidu, propylenoxidu a jejich adduktů s mastnými kyselinami, alkoholy, oleji, elainem nebo alkylfenoly a jeho hydrofobní složka sestává ze směsi uhlovodíků s 9 až 20 uhlíkovými atomy, přičemž pracovní směs obsahuje

- 72 až 90 % oxidu hlinitého,
- 8 až 26 % roztoku polyvinylalkoholu a
- 0,5 až 10 % disperzního modifikátoru,

načež se směs dále homogenizuje hnětením po dobu 5 až 100 minut a po odvzdušnění směsi a vytvarování předmětů tažením nebo protlačením se předměty vypálí nejprve v oxidační atmosféře při teplotě 700 až 1 500 °C a pak ve vodíkové atmosféře při teplotě 1 600 až 1 950 °C.