

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

61 723

Patent dodatkowy
do patentu _____

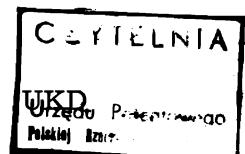
Zgłoszono: 07.VII.1967 (P 121 579)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.XI.1970

Kl. 42 1, 3/53

MKP G 01 n, 33/20



Współtwórcy wynalazku: Mieczysław Berecki, Janusz Pacałowski, Mirosław Lachowski, Jerzy Heler

Właściciel patentu: Zakłady Hutniczo-Przetwórcze Metali Nieżelaznych „HUTMEN”, Wrocław (Polska)

Sposób oznaczania zanieczyszczeń niemetalicznych w metalach i stopach w postaci sypkiej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób określania ilości zanieczyszczeń niemetalicznych w metalach i stopach w postaci sypkiej.

Znany jest sposób określania ilości tlenków w brązach cynowych polegający na rozpuszczeniu tlenków zawartych w badanym stopie w ciekłym boraksie. Podczas procesu tlenki przeprowadzane są do tworzącego się żuźla. Ilość tlenków i innych zanieczyszczeń niemetalicznych określa się z ubytku masy próbki. Sposób ten stosowany jest jednak wyłącznie dla próbek sporządzonych z materiałów litych. Dla materiałów w postaci sypkiej jak otoczka, wióry itp. dotychczasowy sposób oznaczania zanieczyszczeń niemetalicznych powoduje błąd pomiaru dochodzący do 100%. Błąd ten jest wynikiem stosowania do próby materiałów w postaci sypkiej o dużej powierzchni właściwej, co zwiększa możliwość ich zawieszenia się w topniku ekstrakcyjnym oraz utrudnia roztopianie metalu lub stopu na dnie tygielka, powodując równocześnie znaczne utlenienie metalu w trakcie trwania prób.

Celem wynalazku jest usunięcie tych niedogodności powodujących powstawanie tak dużych błędów, a zadaniem wynalazku jest opracowanie prostego sposobu umożliwiającego określenie ilości zanieczyszczeń niemetalicznych w metalach i stopach w postaci sypkiej.

Istota wynalazku polega na tym, że metale i stopy w postaci sypkiej poddaje się przed stopianiem brykietowaniu wraz z dodatkiem stopowym sprzy-

2

jającym wiązaniu się brykietowanych materiałów oraz obniżającym temperaturę topnienia tworzonego stopu. Gęstość brykiety winna być zbliżona do gęstości stopu, co zapewnia łatwą i szybką jego zatapalność w ciekłym topniku ekstrakcyjnym bez możliwości utleniania w trakcie przetapiania. Metale i stopy w postaci sypkiej mogą być również brykietowane bez dodatku stopowego, wymaga to jednak stosowania znacznie większych ciśnień. Metal obniżający temperaturę topnienia brykiety jest wówczas dodawany w trakcie przeprowadzania próby oceny ilości zanieczyszczeń. Różnica między temperaturą topnienia tworzącego się stopu a temperaturą, w której przeprowadzana jest próba winna wynosić minimum 250°C, aby roztopianie się stopu następowało możliwie szybko. Ograniczy to straty metalu przez parowanie, rozpuszczanie i utlenianie.

Dodatkami stopowymi dla brązów i mosiądzów są cyna lub bizmut dodawane w ilości 0,5 — 1,5 masy badanego stopu.

Dla stopów żelazkowych dodatki obniżające temperaturę topnienia nie są konieczne ze względu na istniejącą już różnicę między temperaturą przeprowadzenia próby a temperaturą topnienia tych stopów.

Jako topniki ekstrakcyjne mogą być stosowane substancje odznaczające się zdolnością rozpuszczania znacznych ilości zanieczyszczeń niemetalicznych występujących w stopie i nie powodujące du-

zych strat metalu podczas przeprowadzania próby. Topnik ekstrakcyjny musi być dobierany do każdego stopu w zależności od rodzaju tworzących się tlenków. Straty te nie powinny być wyższe niż rzędu 10% zawartości zanieczyszczeń niemetalicznych. Takimi topnikami ekstrakcyjnymi dla stopów żelazkowych i stopów miedzi są topniki zawierające boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) jako składnik podstawowy oraz dodatki chlorku sodu (NaCl) w ilości 5–10% oraz węglanu wapnia (CaCO_3) w ilości 3–8%. Dodatki te obniżają temperaturę topnienia czystego boraksu. Dla brązów i mosiądzów aluminiowych, stosuje się topniki reagujące z Al_2O_3 . Takimi topnikami jest mieszanina: 62% fluorku aluminium (AlF_3), 35,5% fluorku sodu (NaF) oraz 2,5% fluorku wapnia (CaF_2) lub 60% chlorku baru (BaCl_2), 23% fluorku aluminium, oraz 17% fluorku sodu (NaF), przy czym próba musi być prowadzona w tyglach nie zawierających kwarcu (SiO_2) np. w tyglach grafitowych.

Ilość zanieczyszczeń niemetalicznych określona jest jako ubytek masy brykietu podczas prowadzonej próby.

Brykiety sporządza się z materiału pobranego w sposób reprezentatywny dla danej partii metalu lub stopu po uprzednim oczyszczeniu, zgodnie z przyjętymi sposobami postępowania.

Zastosowanie sposobu określania ilości zanieczyszczeń niemetalicznych zgodnie z wynalazkiem umożliwia szybkie i dokładne wykonanie oznaczenia ilości tlenków znajdujących się w metalach lub stopach w postaci sypkiej. Oznaczenie zawartości tlenków w materiałach wsadowych używanych do produkcji stopów metali nieżelaznych pozwala na określenie ilości metalu we wsadzie i zastosowanie poprawnej technologii topienia, mającej na celu usunięcie tlenków i uzyskanie stopów o wysokiej jakości.

Przykład I. Uwolnioną od smarów otoczkę brązu cynowo-cynkowo-olowiowego w ilości około 10 g zawierającego 4% cyny, 7% cynku, 6% ołowiu, resztę miedzi miesza się z około 5 g cyny w postaci otoczki i umieszcza w matrycy a następnie przykrywa tłoczkiem i prasuje pod ciśnieniem 250 kG/cm^2 . Próbę po sprasowaniu wyjmuję się z matrycy, umieszcza w naczynku wagowym a przed samą próbą dokładnie waży.

Masa właściwa sporządzonego brykietu musi wynosić minimum 80% masy właściwej brązu wraz z cyną. Kształt brykietu winien być dostosowany do kształtu tygli używanych do przeprowadzenia próby, co z kolei rzutuje na konstrukcję matrycy do sporządzania brykietów. Następnie tygiel napełnia się około 10 g topnika ekstrakcyjnego, w którym jest odwodniony boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) i wstawia się do pieca nagrzanego do temperatury 950°C. Boraks topi się i po pewnym czasie przyjmuje postać klarowną. Przygotowany uprzednio brykiet wkłada się do tygla i zostawia w piecu na okres 15 minut. W tym czasie następuje stopienie próbki i rozpuszczenie w boraksie zanieczyszczeń niemetalicz-

nych. Po upływie 15 minut tygiel wraz z zawartością wyjmuję się z pieca. Po ostudzeniu do temperatury otoczenia rozбивa się tygiel a otrzymany stop oczyszcza z resztek żużla i następnie waży. Z ubytku masy w stosunku do masy użytej próbki określa się procentową zawartość zanieczyszczeń niemetalicznych.

Wykonanie brykietów z otoczki brązu cynowo-cynkowo-olowiowego bez dodatku metalu wiążącego wymaga stosowania ciśnienia rzędu 4000 kG/cm^2 , dla uzyskania masy właściwej brykietu odpowiadającej minimum 80% masy właściwej brązu. Cyna jako składnik obniżający temperaturę topnienia stopu wprowadzona jest wówczas wraz z brykietem z brązu w trakcie przeprowadzania próby która wykonywana jest w sposób opisany powyżej. Błąd przy ocenie ilości zanieczyszczeń tą metodą nie przekracza 3,6% i składa się ze strat metalu wskutek niewielkiego rozpuszczenia w boraksie, parowania oraz niedokładności ważenia.

Przykład II. Dla brązu aluminiowego w postaci sypkiej, o składzie 10% aluminium, 3% żelaza, 2% manganu, reszta miedź, próba wykonywana jest przykładowo w następujący sposób: Uwolnioną od smarów otoczkę brązu aluminiowego w ilości około 10 g miesza się z około 10 g cyny w postaci otoczki i umieszcza się w matrycy a następnie przykrywa tłoczkiem i prasuje pod ciśnieniem 250 kG/cm^2 . Próbę po sprasowaniu wyjmuję się z matrycy i umieszcza w naczynku wagowym i następnie dokładnie waży.

Następnie tygiel grafitowy napełnia się około 15 g topnika ekstrakcyjnego o składzie 23% fluorku aluminium (AlF_3), 17% fluorku sodu (NaF) i 60% chlorku baru (BaCl_2) i wstawia do pieca nagrzanego do 980°C. Po roztopieniu topnika zanurza się w nim brykiet i zostawia na okres 20 minut.

W tym czasie następuje stopienie próbki i rozpuszczenie się zanieczyszczeń niemetalicznych a zwłaszcza tlenku aluminium. Po ostudzeniu do temperatury otoczenia rozбивa się tygiel, a otrzymany stop oczyszcza z resztek żużla i waży. Z ubytku masy w stosunku do masy próbki określa się procentową zawartość zanieczyszczeń niemetalicznych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania zanieczyszczeń niemetalicznych w metalach i stopach w postaci sypkiej przez stopienie próbki w substancji rozpuszczającej zanieczyszczenia niemetaliczne, przy czym ilość zanieczyszczeń oznacza się z ubytku ciężaru próbki, **znamienny tym**, że próbkę przed stapianiem poddaje się brykietowaniu wraz z dodatkiem stopowym obniżającym jej temperaturę topienia.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna tym**, że próbkę brykietuje się bez dodatku stopowego, a dodatek stopowy wprowadza się do próbki w trakcie jej topienia.