



B23 p 17/04

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40435

Kl. 49-1, 3

VEB Hartmetallwerk Immelborn

Immelborn/Thür, Niemiecka Republika Demokratyczna

491, 17/04

Sposób wytwarzania proszków metalowych, w szczególności proszku czystego wolframu, o bardzo dużej drobnoziarnistości przede wszystkim do produkcji węglików spiekanych

Patent trwa od dnia 20 września 1956 r.

Dla wielu zastosowań technicznych pożądanym lub niezbędnym jest stosowanie proszku metalowego o bardzo dużej drobnoziarnistości. Taki przypadek ma miejsce na przykład przy wytwarzaniu węglików spiekanych, gdzie uzyskanie specjalnie twardych węglików spiekanych o składzie WC — C₀ wymaga jako materiału wyjściowego najdrobniejszego proszku czystego wolframu. Jedynie stosując najdrobniejszy proszek czystego wolframu udaje się uzyskać proszek węglików wolframu o najdrobniejszej ziarnistości. Tak drobnoziarnisty proszek węglików wolframu jest niezbędnym surowcem do produkcji węglików spiekanych o składzie WC-C₀, które to węgliki przy wysokiej twardości muszą wykazywać zadawalającą trwałość i ciągliwość. Węgliki spiekane tego gatunku nadają się doskonale do obróbki twardych i odpornych na ścieranie materiałów, a mianowicie twardego żeliwa szarego, stopów

aluminionych o dużej zawartości krzemu, materiałów izolacyjnych, szkła, porcelany itd.

Innym przykładem zastosowania najdrobniejszego proszku czystego wolframu jest bezpośrednia przeróbka samego wolframu. Wiadomo że prasówka, wykonana prasowaniem proszku metalowego ma tym większą skłonność do spiekania się im bardziej drobnoziarnistym jest materiał wyjściowy. Na przykład spiekanie prasówek wolframowych z najdrobniejszego proszku czystego wolframu (wielkość ziarn około 0,6 — 0,8 μ) już przy temperaturze spiekania 1600°C pozwala osiągnąć gęstość spieku powyżej 17,0 g/cm³, natomiast prasówka wykonana w tych samych warunkach z mniej drobnoziarnistego proszku czystego wolframu (wielkość ziarn około 3,0 μ) przy tej samej temperaturze spiekania będzie już posiadała gęstość tylko od 12 do 13 g/cm³.

Można by przytoczyć jeszcze dalsze przykłady zastosowania, w których wskazanym jest stosowanie wyjątkowo drobnoziarnistego proszku

* Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Robert Wehner.

metalowego w ogóle, a proszku czystego wolframu w szczególności.

Na obecnym szczeblu rozwoju techniki praktykuje się otrzymywanie droбноziarnistego proszku czystego wolframu przez redukcję wodoru przy niskich temperaturach trójtlenku wolframu (bezwodnika kwasu wolframowego WO_3) lub kwasu wolframowego, przy czym trzeba zwracać uwagę, aby w atmosferze gazowej znajdującej się nad materiałem redukowanym, nie dochodziło do zbyt dużej koncentracji pary wodnej.

Inna możliwość wytwarzania droбноziarnistego proszku czystego wolframu polega na tym, że materiałem wyjściowym jest bardzo droбноziarnisty trójtlenek wolframu albo również bardzo droбноziarnisty kwas wolframowy. Droбноziarnisty kwas wolframowy można uzyskać na przykład przez takie prowadzenie procesu strącania, że do kwasu wlewamy roztwór soli kwasu wolframowego, przy określonych stosunkach koncentracji, temperaturach i prędkościach wlewania. Droбноziarnisty kwas wolframowy wytrąca się wówczas częściowo w formie koloidalnej, co utrudnia filtrowanie zawiesiny; poza tym istnieją przy tym procesie i inne trudności.

Zgodnie z wynalazkiem można wytwarzać droбноziarnisty proszek czystego wolframu w sposób prosty i ekonomiczny za pomocą procesu poniżej szczegółowo opisanego.

Materiałem wyjściowym jest proszek czystego wolframu, który wytrąca się w sposób normalny przy redukcji za pomocą wodoru kwasu wolframowego względnie trójtlenku wolframu. Przeciętna wielkość ziarn takiego proszku czystego wolframu waha się w granicach od 1,5 — do 3 μ . Ten proszek metalu przetwarza się następnie w trójtlenek wolframu WO_3 przez żarzenie w atmosferze utleniającej, przeważnie w powietrzu. Utlenianie nie może jednak przebiegać w zbyt wysokiej temperaturze. Temperatura żarzenia nie powinna przekraczać 500°C. Poza tym utlenianie musi przebiegać tak wolno, aby nie mogło dojść do żadnego gwałtownego wywiązywania się ciepła, gdyż wówczas następuje gwałtowny wzrost wielkości ziarn. Ten proces wymaga dokładnej, do każdorazowych warunków w piecu dostosowanej regulacji przepływu powietrza względnie gazu. Aby uzyskać skuteczne, a przede wszystkim równomierne utlenianie proszku metalowego, materiał biorący udział w reakcji, przy ciągłej pracy pieca, powinien dochodzić do pieca w cienkiej warstwie, aby można było uzyskać całko-

wite i równomierne utlenienie aż do samego spodu materiału utlenianego.

Z kolei opiszemy szczegółowiej przykładowe przeprowadzenie procesu utleniania:

Niech będzie użyty do tego celu przelotowy piec o prostokątnym przekroju mufy grzejnej 150 × 40 mm. Na wózeczkach transportujących układa się proszek czystego wolframu równomierną warstwą o grubości około 2 do 3 mm. Wóeczki przeciąga się przez piec z prędkością od 1 do 2 cm/min przy przepływie powietrza w ilości 1 m³/godz. Temperaturę trzeba utrzymywać na poziomie 420°C. Użyty do procesu proszek czystego wolframu posiada średnią wielkość ziarn 2,2 μ . Uzyskany w ten sposób trójtlenek wolframu posiada bardzo drobną ziarnistość. Średnia wielkość ziarn trójtlenku wolframu WO_3 będzie napewno wynosić poniżej 0,3 do 0,5 μ . Następnie otrzymany w ten sposób wyjątkowo droбноziarnisty trójtlenek wolframu zostaje poddany redukcji w atmosferze wodoru. Redukcję taką, jak wiadomo, należy przeprowadzać w ten sposób, aby nie dochodziło do znacznego zwiększania ziarn proszku czystego wolframu, w czasie ich tworzenia się. Temperatura procesu redukcji w miarę możliwości nie powinna przekraczać 830°C, przy czym korzystną jest redukcja stopniowa przez stosowanie odpowiednio dobranych stref temperatury. W ten sposób można bez trudności uzyskać proszek czystego wolframu, którego średnia wielkość ziarn wynosi w granicach 0,5 i 0,8 μ . Jeżelibyśmy przeprowadzali proces redukcji przy temperaturze niższej niż 830°C i przy bardzo małym posuwie wózeczków, to wówczas moglibyśmy uzyskać jeszcze drobniejszą ziarnistość.

Następnie było stwierdzone, że przez wielokrotne powtarzanie opisanego wyżej procesu można dojść do ultraprozshu metalowego. Stosowanie procesu zgodnie z wynalazkiem może doprowadzić droбноziarnistość do oczywistej piroforyczności (samozapłonu) proszku czystego metalu. Zarówno powtarzane utlenianie jak również powtarzane redukowanie należy przeprowadzać z zachowaniem wszelkich ostrożności, aby zapobiec wybuchowi przez samozapłon proszku czystego metalu w czasie utleniania i aby uzyskać jak najpowszechniejsze redukowanie proszku utlenionego.

Opisany tu przykładowo proces dla wolframu daje się odpowiednio stosować również i do proszków takich metali, które dają się redukować za pomocą wodoru i które łatwo utleniają się na powietrzu. Takimi proszkami są na przykład proszki: molibdenu, kobaltu, niklu,

żelaza itd. Warunki utleniania i redukowania, które należy zastosować do otrzymywania drobnoziarnistego proszku tych metali, należy ustalić zgodnie ze specjalnymi właściwościami wymienionych metali.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania proszków metalowych, a w szczególności proszku czystego wolframu o bardzo dużej drobnoziarnistości, przede wszystkim do produkcji węglików spiekanych znamienny tym, że proszek metalowy utlenia się bardzo wolno na tlenek w atmosferze utleniającej przy niskich temperaturach i że następnie przeprowadza się

redukcję produktu utlenienia za pomocą wodoru lub innych gazów redukcyjnych przy niezbyt wysokich temperaturach.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do uzyskania wyjątkowej drobnoziarnistości proszek metalowy poddaje się wielokrotnemu procesowi utleniania i redukowania.
3. Sposób według zastrz. 1 i (lub) 2 znamienny tym, że utlenianie proszku czystego wolframu odbywa się przy temperaturach poniżej 500°C przy powolnym dopływie gazów redukujących, a zwłaszcza powietrza.

VEB Hartmetallwerk Immelborn
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych