

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

304 629

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

C22C 29/08 (2006.01)
C22C 27/04 (2006.01)
C01G 41/00 (2006.01)
C30B 33/12 (2006.01)
C22F 3/00 (2006.01)
B22F 9/02 (2006.01)
B22F 3/12 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2006-408**
(22) Přihlášeno: **22.06.2006**
(40) Zveřejněno: **02.01.2008**
(Věstník č. 1/2008)
(47) Uděleno: **02.07.2014**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **13.08.2014**
(Věstník č. 33/2014)

(56) Relevantní dokumenty:

US 4981512 A; US 2002/0102400 A1; JP 2005336617 A; EP 1066899 A2; CZ 1995-1687 A3; CS 255919 B1; CH 631635 A5; US 3258817 A.

(73) Majitel patentu:

Ústav fyziky plazmatu AV ČR, v.v.i., Praha 8, CZ

(72) Původce:

doc. Ing. Vlastimil Brožek, DrSc., Praha 6, CZ

Ing. Jiří Matějčíček, Ph.D., Praha 4, CZ

Ing. Karel Neufuss, Praha 10, CZ

(74) Zástupce:

Ing. Václav Herman, patentový zástupce, Hlavní
43, 252 43 Průhonice

(54) Název vynálezu:

**Způsob přípravy wolframových a
wolframkarbidových filtrů k filtracím za
vysokých teplot**

(57) Anotace:

Způsob přípravy wolframových nebo wolframkarbidových filtrů spočívá v tom, že wolframový prášek nebo wolframkarbidový prášek se nejprve sféroidizuje tak, že se přivádí do proudu plazmatu o teplotě od 25 000 do 30 000 K, za pomoci inertního plynu, s výhodou dusíku jako nosného plynu, při rychlosti vstřikování nejvíce 24 kg za hodinu, a poté se sféroidizovaný materiál slinuje při teplotách 1750 až 1950 °C.

CZ 304629 B6

Způsob přípravy wolframových a wolframkarbidových filtrů k filtracím za vysokých teplot

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu přípravy wolframových a wolframkarbidových filtrů určených k filtracím za vysokých teplot.

10

Dosavadní stav techniky

Kovové filtry a membrány jsou využívány od počátků rozvoje práškové metalurgie; lze zmínit např. anglický patent 25909 z roku 1909 na výrobu porézních předmětů.

15

Kovové filtry se vyrábějí převážně z prášků sférických tvarů připravených rozstříkáním taveniny kovů nebo jejich slitin. Vytříděné sférické prášky se slisují do požadovaných tvarů (desky, trubice aj.) a slinují hluboko pod teplotou tání, aby zůstala zachována co nejvyšší pórovitost. Jinou možností je slinutí prášků s příměsí další látky, která se po slinutí výrobku odstraní, např. rozpuštěním nebo vytavením, zatímco základní materiál zůstává v pevném stavu a vytváří porézní matici.

20

Většina komerčních kovových filtrů je vyráběna z bronzu, nerez-ocelí, niklu, titanu, Inconelu a podobných slitin, přičemž žádný z dosud vyráběných kovových filtrů není určen k funkci nad teplotou 2000 °C.

25

Použití za vyšších teplot umožňující kovové filtry z látek, které mají nejvyšší bod tání, to je z wolframu s bodem tání 3420 °C, případně z karbidů wolframu, které mohou beze změny struktury být použity do teplot až 2500 °C. Doposud však nebyl znám uspokojivý způsob jejich přípravy. Tento nedostatek odstraňuje dále popsané řešení podle vynálezu.

30

Podstata vynálezu

35

Způsob přípravy wolframových nebo wolframkarbidových filtrů spočívá v tom, že práškový wolfram nebo karbid wolframu se sferoidizuje tak, že se přivádí do proudu plazmatu o teplotě od 25 000 do 30 000 K, za pomoci inertního plynu, s výhodou dusíku, jako nosného plynu a při rychlosti vstřikování nejvýše 24 kg za hodinu. Během doby interakce práškového materiálu s plazmatem dojde k roztavení jednotlivých zrn prášku a vlivem vysokého povrchového napětí ke vzniku sférických kapek, které jsou bezprostředně pohlcovány do kapalného dusíku, čímž dochází k zafixování dokonalého kulového/sferoidního tvaru a odpovídající vysokoteplotní krystalografické struktury. Získané sferoidní wolframové prášky jsou potom granulometricky roztrženy a použity k výrobě filtrů již známými metodami, tj. zhotovením porézního tvarového předlisku a jeho slinutím při teplotách 1750 až 1950 °C. Wolframkarbidové filtry se připravují z výchozího práškového WC, který se při interakci s plazmatem současně chemicky rozkládá na W_2C a C, tento uhlík potom při průletu vzduchovou atmosférou vytváří ochrannou atmosféru CO, která zabrání následné nežádoucí oxidaci karbidu wolframu. Část W_2C se dále rozkládá až na elementární wolfram. Produktem sferoidizace WC v plazmatu je pak homogenní směs, kdy každá jednotlivá sferoidní částice je tvořena slitinou $W+W_2C$, v případě nedokonale provedené sferoidizace ještě zbytkovým WC.

50

Výhodou tohoto druhého postupu je vysoká tvrdost vytvořených kuliček homogenní dvoufázové směsi $W+W_2C$, případně $W+W_2C+WC$, která umožní při lisování předlisků docílit dokonalejšího rovnoměrného rozložení pórů, neboť při lisování předlisku nedochází k tak významné deformaci jednotlivých kuliček, jako v případě lisování filtrů z kuliček z měkčích materiálů.

55

Příklady provedení

5 Příklad 1

Práškový wolfram granulometrické třídy 40 až 63 μm byl v množství 20 kg/h pomocí nosného plynu dusíku o přetlaku 150 kPa vnášen do proudu vodou stabilizovaného plazmatu, generovaného v plazmatronu WSP s příkonem 160 kW. Ve vzdálenosti 50 cm od ústí trysky plazmatu byla umístěna sběrná nádoba s kapalným dusíkem, do které byly letící roztavené částice wolframu zachycovány. Získaný sferoidní wolframový prášek byl znovu vytříděn na sítích 36 až 40 μm a získaný podíl zpracován na wolframový filtr ve tvaru kruhové destičky. K vytvoření polotovaru byla použita válcová forma vnitřního průměru 15 a 25 mm, výška násypu před lisováním byla 3 až 5 mm. Sférické práškové částice byly před nasypáním do lisovací formy namočené do pojivové suspenze 6 % akrylátu AC 112 v etanolu. Lisovací tlak byl 100 MPa. Výlisky byly slinovány v peci pod argonovou ochrannou atmosférou při teplotě 1750 °C. Získané filtry ve tvaru slinutých kruhových destiček byly testovány měřením permeability, mikrotvrdosti a modulu pružnosti. Distribuce pórů byla měřena Hg-porozimetrickou metodou, velikost průměru pórů byla 6500 až 6900 nm, celková pórovitost filtrů byla 40 až 45 obj. %.

Příklad 2

Karbid wolframu výchozí zrnitosti 20 až 40 μm byl v množství 24 kg/h pomocí nosného plynu dusíku o přetlaku 150 kPa vnášen do proudu vodou stabilizovaného plazmatu, generovaného v plazmatronu WSP s příkonem 160 kW. Ve vzdálenosti 60 cm od ústí trysky plazmatu byla umístěna sběrná nádoba s kapalným dusíkem, do které byly letící roztavené částice zachycovány. Získaný sferoidní prášek byl vytříděn na sítích a získány podíly -20 μm , 20 až 36 μm , +36 μm . Rentgenostrukturní analýzou bylo zjištěno, že prášky velikosti pod 20 μm obsahují $20 \pm 5\%$ W_2C a $80 \pm 3\%$ W, prášky velikosti 20 až 36 μm obsahují $40 \pm 3\%$ W_2C a $60 \pm 3\%$ W, hrubozrnná sferoidní grakce nad 36 μm obsahuje $60 \pm 3\%$ W_2C , $40 \pm 3\%$ W a 1 až 5 % WC.

Filtry z prášků jednotlivých granulometrických tříd byly připraveny volným nasypáním do válcové matrice aparatury typu BELT vnitřního průměru 15 mm a po stlačení pístem zahřívány průchodem elektrického proudu na teplotu 1950 °C.

Získané filtry ve tvaru slinutých kruhových destiček byly testovány měřením permeability, mikrotvrdosti a modulu pružnosti. Pórovitost filtru připraveného z nejhrubší frakce (+36 μm) byla 8 obj. %.

Průmyslová využitelnost

Kovové filtry z wolframu a karbidu wolframu lze využít v metalurgii k filtraci kovů, slitin nebo dalších látek s bodem tání do 2500 °C. Dále je možno je impregnovat termoemisními materiály při výrobě výkonové elektroniky nebo materiálů pro jadernou a fúzní energetiku.

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Způsob přípravy wolframových nebo wolframkarbidových filtrů k filtracím za vysokých teplot, **vyznačující se tím**, že práškový wolfram nebo karbid wolframu se sferoidizuje tak, že se za pomoci inertního plynu přivádí do proudu plazmatu o teplotě od 25 000 do 30 000 K rychlostí vstřikování nejvíce 24 kg za hodinu a poté se sferoidizovaný materiál slinuje při teplotách 1750 až 1950 °C.
- 10 2. Způsob přípravy podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se jako inertní plyn pro přívod práškového wolframu nebo karbidu wolframu použije dusík.
- 15 3. Způsob přípravy podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že se do proudu plazmatu přivádí prášek karbidu wolframu o granulometrii menší než 20 μm.

20

Konec dokumentu
