



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

259466

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

B 22 F 9/04

(22) Přihlášeno 16 05 86

(21) PV 3563-86.J

(40) Zveřejněno 15 02 88

(45) Vydáno 14 04 89

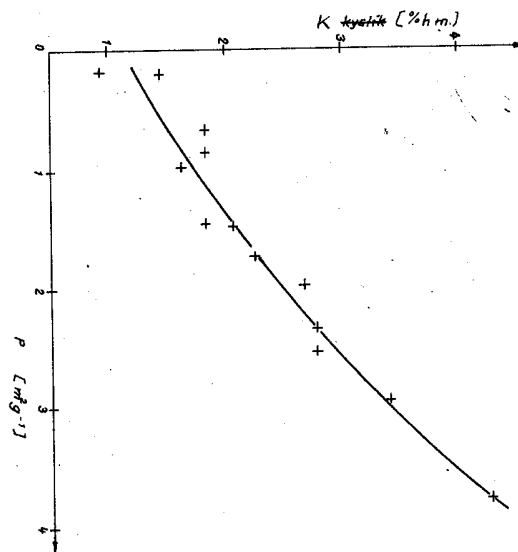
(75)

Autor vynálezu

VAVRDA JOSEF, LITOVEL

(54) Způsob přípravy jemného železného prachu oxidačně stabilizovaného oxidem železnato-železitým

Řešení z oboru práškové metalurgie se zabývá problémem způsobu přípravy jemného železného prachu v mikronové oblasti velikosti částic. Železný prach stabilizovaný oxidem železnato-železitým je získán mechanickým mokřým rozmělněním. Oxidační stabilizace železného prachu probíhá v mlecí kapalině sestávající z etanolu a vody, přičemž koncentrace vody v rozmezí 4 až 35 % objemových, výhodně 9 % objemových, v mlecí kapalině. Obsah kyslíku v železném prachu se reguluje obsahem vody v mlecí kapalině. Řešení může být využito při výrobě diamantových brousicích nástrojů v práškové metalurgii a v oblasti katalytické chemie.



Vynález se týká způsobu přípravy jemného železného prachu oxidačně stabilizovaného oxidem železnato-železitým pomocí mechanického rozmělnování v mlecí kapalině.

Hlavní použití železného prachu je obvyklé v práškové metalurgii slinutého železa a oceli. Zde jsou používány prášky rozstříkované nebo mleté se zrnitostí v síťovém oboru.

Pro jiná použití, např. v technologii diamantových nástrojů nebo katalytické chemii, kde je důležitý specifický povrch prášku, tyto prášky svojí kvalitou nevyhovují a je nutno používat prášky jemnější. Speciální metody přípravy těchto prášků jsou však značně pracné a nákladné, např. karbonylový postup, elektrochemické či metalurgické postupy atd., a navíc vyžadují velké investiční náklady pro stavbu speciálního zařízení. Proto je používáno v práškové metalurgii slinutých ocelí, hrubozrnné železo rozstříkované, i když suchým vířivým mletím připravené železo zvyšuje kvalitu finálního výrobku, jak uvádí A. Šalak v Practical Metallography č. 17, ročník 1980, str. 273, 390.

Dalším problémem při přípravě jemného železného prachu je skutečnost, že čisté železo je ve styku s oxidačními činidly nestabilní fází, takže pro její omezení respektive odstranění, je třeba zahrnout další technologickou operaci sestávající v řízené povrchové oxidaci, jak uvádí I. Kalming v Technische Gemeinschaft, č. 12, r. 1964, str. 420. Tato řízená oxidace je prováděna např. tepelným zpracováním železného prachu na vzduchu při teplotě cca 350 °C nebo v atmosféře dusíku. To pochopitelně má vliv na ekonomickou stránku a cenu produktu.

Uvedené nevýhody se odstraní, nebo podstatně omezí u způsobu přípravy jemného železného prachu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že oxidační stabilizace železného prachu probíhá v mlecí kapalině sestávající z etanolu a vody, přičemž koncentrace vody je v rozmezí 4 až 35 % objemových, výhodně 9 % objemových, v mlecí kapalině. Obsah kyslíku v železném prachu se reguluje obsahem vody v mlecí kapalině.

Tento postup umožňuje připravovat jemné mikronové železné prášky s jemností charakterizovanou hodnotou až $4 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ specifického povrchu a s řízeným obsahem kyslíku, který je vázán na železo jako podvojný kysličník železnato-železitý se spinelovou kubickou strukturou, jako povrchové vrstvičky na částicích železa. Tento oxid tak zvyšuje difusní dráhu kyslíkových atomů při jejich průchodu z povrchu do vnitřku částice, čímž zpomaluje reakci další hloubkové oxidace železného jádra prášku a tím železný prach oxidačně stabilizuje.

Způsob přípravy jemného železného prachu podle vynálezu je demonstrován dvěma následujícími příklady provedení.

P ř í k l a d 1

Železné prášky byly připraveny mokřým mletím z odpadní železné houby v kulovém mlýnu za konstantních podmínek mletí, jako je objem meliva k mlecím tělesům, otáčky bubnu, doba mletí. Byla použita mlecí kapalina s různou koncentrací etanolu a vody a to 4 %, 9 % a 25 % objemových vody v mlecí kapalině. U takto připravených mikronových železných prášků byl stanovován obsah kyslíku metodou oxidačního čísla popsanou v Hutnických listech č. 40, r. 1955, str. 588. Bylo zjištěno, že obsah kyslíku v železném prachu je možno řídit koncentrací vody v mlecí kapalině, jak je zřejmé z následující tabulky:

Koncentrace vody v mlecí kapalině (% objemová)	Přírůstek obsahu kyslíku v železném prachu (% hmotnostní)
4	0,62
9	1,08
25	1,16

Rentgenová difrakční analýza pomocí Seeman-Bohlingovy metody potvrdila u takto připravených prášků přítomnost podvojného oxidu železnato-železitého.

Pokud by prášky nebyly oxidačně stabilizované, žhnou, resp. lavinovitě hoří hned při prvním styku s atmosférou po otevření mlýna. Při sušení mletých železných prachů se ukázalo, že vyšší obsah vody nad 35 % objemových v mlecí kapalině je vzhledem k nižší těkavosti vody hůře odstranitelný a prášky při sušení více směřují ke koagulaci.

P ř í k l a d 2

Byla provedena série experimentů na různých typech mlýnů s proměnnými technologickými podmínkami, tj. různým objemem bubnů, s různými mlecími časy, vsázkami meliva a mlecími tělesy pro konstantní složení mlecí kapaliny a to 9 % objemových vody. Mokrým mletím tak byla získána řada různých železných prachů, na nichž byla sledována korelace obsahu kyslíku a specifického povrchu prášku. Výsledky jsou shrnuty v grafu na připojeném obrázku.

Tento vztah byl sledován metodou tepelné sorbce BET. popsané W. Schattem v publikaci Pulvermetallurgie, Sinter und Verbundwerkstoffe, Leipzig NDR, 1979. Bylo zjištěno, že obsah kyslíku v železném prachu je ke specifickému povrchu železného prachu ve vztahu

$$K = 1,34 + 0,35 P + 0,11 P^2,$$

kde K jsou procenta hmotnosti kyslíku v železném prachu a P je specifický povrch železného prachu v $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$.

Oxidační stabilita takto získaných prášků byla prověřena žíháním na termovahách v atmosféře vzduchu. Např. u železného prachu, jehož specifický povrch P činil $3,78 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ nastává oxidace prášku, projevující se nárůstem hmotnosti prášku při 188°C . Z toho vyplývá, že i nejjemnější prášky získané podle vynálezu jsou na vzduchu oxidačně stálé a práce s nimi a jejich skladování nevyžaduje náročná technologická opatření.

Železný prach připravený podle vynálezu je vhodný zejména pro vazby při výrobě diamantových brousících nástrojů, v práškové metalurgii a katalytické chemii.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy jemného železného prachu, oxidačně stabilizovaného oxidem železnato-železitým, pomocí mechanického rozmělnování v mlecí kapalině, vyznačený tím, že oxidační stabilizace železného prachu probíhá v mlecí kapalině sestávající z etanolu a vody, přičemž koncentrace vody je v rozmezí 4 až 35 % objemových, výhodně 9 % objemových, v mlecí kapalině a obsah kyslíku v železném prachu se reguluje obsahem vody v mlecí kapalině.

1 výkres

259466

