

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2000 - 72

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

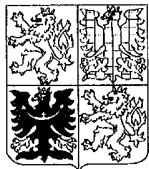
C 22 B 11/06

C 22 B 9/05

C 22 B 9/16

C 22 B 7/00

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **10.01.2000**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **15.11.2000**
(Věstník č. 11/2000)

(71) Přihlašovatel:

BOUŠA Martin, Praha, CZ;

(72) Původce:

Bouša Martin, Praha, CZ;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob tavení platiny nebo její slitiny s rhodiem

(57) Anotace:

Při způsobu platiny nebo její slitiny s rhodiem, zejména pro výrobu termočlánků, tavení probíhá v indukční peci v atmosféře plynného chloru nebo jeho směsi s jinými plyny, přičemž tavení probíhá za atmosférických podmínek.

CZ 2000 - 72 A3

Způsob tavení platiny ^{nebo} její slitiny s rhodiem

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby platinového nebo platin-rhodiového ingotu vhodného pro výrobu termoelektrických drátů.

Dosavadní stav techniky

Platinové odlitky a její slitiny s rhodiem, které slouží jako výchozí materiály pro výrobu termočlánekových drátů jsou známy a používány již z počátku 20. století pro svoji schopnost měřit vysoké teploty. Se zvyšujícími se požadavky na přesnost měření teplot související s řízením procesů byly ustanoveny IEC či ASTM normy specifikující výchozí elektrické vlastnosti platinových drátů. Za účelem dosažení těchto norem byly vypracovány firmami Engelhard, Johnson Matthey a dalšími procesy, které udrží termočlánekový materiál čistý až do finální podoby drátu.

Tyto procesy využívají práškové metalurgie, tavení ve vakuu nebo dokonce tavení ve vznosu (tzv. Cold crucible technika), aby platina nebo její slitina s rhodiem nebyla ve svém nejcitlivějším, tj. kapalném stavu kontaminována elektricky aktivními prvky. Žádná z těchto technik se nezabývá a ani nepoužívá elektrickou deaktivaci nečistot.

Proces oxidačního tavení kovů i tavení pod chlorem (např. Millerův proces, kdy chlor je dokonce zaváděn rotující tryskou z aluminu pod hladinu taveniny zlata) je všeobecně známý, není však pro účely elektrické deaktivace nečistot v Pt termočlánekových materiálech podle dostupných pramenů (Chemical Abstracts a Japanese Patent Office Database) používán.

Podstata vynálezu

Nárokovaný proces tavení umožňuje vyrobit ingot čisté platiny nebo její slitiny s rhodiem vhodný pro kování a tažení termočlánekových drátů, přičemž výchozí surovinou mohou být jak čisté vstupní kovy, odpadní termočlánekové materiály vzniklé při výrobě termočláneků samých nebo jejich jednotlivých větví, tak i použité odpadní termočlánekové nebo termoelementy vykoupené od konečných uživatelů, což je výhodné, protože tento proces umožňuje snížit náklady na pořizování platiny a rhodia. Stejně tak lze s výhodou a stejným ekonomickým efektem tento proces tavení využít v případě, že zpracovávaná šarže nevyhoví svými elektrickými vlastnostmi a je potřeba ji opravit.

Nárokovaný proces spočívá v roztavení čisté termočlánekové platiny nebo její slitiny s rhodiem v otevřené indukční peci, kdy na povrch pohybující se taveniny je zaváděn tryskou plynný chlor nebo směs plynů s obsahem plynného chloru o koncentraci Cl_2 5 až 100%, vhodněji 15 až 100% a nejlépe 75 až 100% z tlakové lahve po dobu 5 až 120 minut, vhodněji 10 až 80 minut a nejlépe 15 až 40 minut s následným udržováním materiálu v roztaveném stavu po dobu 5 až 120 minut, vhodněji 15 až 80 minut a nejlépe po dobu 20 až 40 minut. Při tomto postupu cizí elementy reagují s chlorem za tvorby těkavých chloridů, které z části opustí taveninu ve formě par a nebo v ní zůstanou částečně rozpuštěny, ale již ve formě elektricky inaktivních částic, což je zvláštní výhodou a charakteristikou tohoto procesu. Protože nedochází k odstranění nečistot zcela, ale část jich zůstává v elektricky inaktivní podobě v tavenině, vylučuje další postup tavení a odlévání vakuové operace, které by měly za následek zpětnou elektrickou aktivaci nečistot a tím pádem i znehodnocení termočlánekového

materiálu.

Vlivy jednotlivých prvků na elektromotorickou sílu (EMF) platiny a její slitiny s rhodiem jsou detailně popsány v *J. Cochrane: Relation of Chemical Composition to the electrical properties of platinum.*

Příklady provedení 'rymallovu'

Záměrem následujících příkladů je ozřejmit celý proces tavení termočlánekových materiálů ve větším detailu. Uvedené příklady nejsou omezující.

Okolo 2200g šarže čisté platiny bylo sestaveno z platinové houby a negativního termočlánekového drátu vyřazeného z výroby. Materiál byl vakuově vytaven a odlit a po vytažení drátu naměřeno elektromotorické napětí (EMF, vždy při teplotě tavení zlata) proti použitému standardu 20,0 mikrovoltů. Ten samý materiál byl poté opět taven v indukční peci, ale naopak bez vakua a na povrch pohybuje se taveniny byl vháněn tryskou plynný chlor, jehož spotřeba vážením 50kg tlakové láhve po ukončení pokusu nebyla měřitelná. Plynný chlor byl vháněn po dobu 20 minut a tavenina byla dalších 20 minut udržována v roztaveném stavu, tak aby odtékalo co nejvíce vzniklých chloridů. Poté byla platina za přístupu vzduchu odlita do měděné kokily, vytažen drát, jehož EMF činilo -5 mikrovoltů proti stejnému etalonu, což znamenalo zlepšení vlastností o 25 mikrovoltů proti původně aplikovanému procesu.

Takovýto kvalitní termočlánekový materiál byl opět taven v indukční peci za vysokého vakua bez použití chloru a odlit v atmosféře argonu do měděné kokily. Po vytažení drátu byla naměřena EMF 24,2 mikrovoltů, což indikovalo skutečnost, že se v platině objevily opět elektricky aktivní částice, které znehodnotily její vlastnosti pro použití při výrobě termočláneků.

Aby byl prokázán účinek nárokovaného procesu, byla platina v řadě již po čtvrté po sobě tavena v indukční peci, nyní ale opět za atmosférického tlaku a na její hladinu byl vháněn plynný chlor po dobu 35 minut. Po ukončení chlorace byla tavenina 20 minut odkuřována, a pak odlita opět do měděné kokily. Vytažený drát vykazoval hodnotu EMF -7,0 mikrovoltů proti etalonu.

Stejným způsobem byla vytavena a testována i slitinová (positivní) termočláneková větev s obsahem rhodia o celkové hmotnosti 2500g. Při tavení ve vakuu byla naměřena odchylka sestaveného termočláneku při 1000°C od tabelovaných hodnot v rozmezí od -25 do 23 mikrovoltů, kdežto při tavení pod chlorem po dobu 25 minut a následným 20 minutovým odkuřováním chloridů činil rozptyl sestavených termočláneků -8 až 12 mikrovoltů při 1000°C, což umožnilo zařadit termočlánek do první třídy přesnosti.

Patentové ^m Nároky

1. Způsob tavení platiny ~~a~~ její slitiny s rhodiem, zejména pro výrobu termočlánků, v indukční peci, vyznačující se tím, že tavení probíhá v atmosféře plynného chloru nebo jeho směsi s jinými plyny.
2. Způsob tavení platiny ~~a~~ její slitiny s rhodiem podle nároku 1, vyznačující se tím, že plynný chlor je ve směsi s alespoň jedním dalším plynem a jeho koncentrace ve směsi je alespoň 15 hmotnostních %.
3. Způsob tavení platiny ~~a~~ její slitiny s rhodiem podle nároků 1 a 2 vyznačující se tím, že plynný chlor ~~je~~ ^{se} zaváděn na hladinu taveniny.
4. Způsob tavení platiny ~~a~~ její slitiny s rhodiem podle nároků 1 a 2, vyznačující se tím, že plynný chlor ~~je~~ ^{se} zaváděn pod hladinu taveniny.
5. Způsob tavení platiny ~~a~~ její slitiny s rhodiem podle nároků 1 až 4, vyznačující se tím, že plynný chlor ~~je~~ ^{se} zaváděn po celkovou dobu 5 až 120 minut.
6. Způsob tavení platiny ~~a~~ její slitiny s rhodiem podle nároků 1 až 4, vyznačující se tím, že po přerušení styku plynného chloru s taveninou ~~je~~ ^{se} tavenina udržována v roztaveném stavu 5 až 120 minut.
7. Způsob tavení platiny ~~a~~ její slitiny s rhodiem podle nároku 6, vyznačující se tím, že tavenina ~~je~~ ^{se} odlévána za atmosférických podmínek.