



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

200 307
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlásené. 13 06 78
(21) PV 3831-78

(51) Int. Cl.³

G 01 J 3/00

(40) Zverejnené 30 11 79
(45) Vydané 01 12 82

(75)
Autor vynálezu SASÁK STANISLAV, TOPOĽČANY HORŇÁČEK GUSTÁV, NITRIANSKA STREDA
LEGÉŇ GUSTÁV, TOPOĽČANY LEMEŠ PAVOL, TOPOĽČANY
MATEJOVIČ VLADIMÍR, TOPOĽČANY MICHALIČKA JOZEF, TOPOĽČANY

(54) Spôsob výroby vysokohutných uhlíkových trubičiek pre atomovú absorbčnú spektroskopiu

1

Vynález pojednáva o spôsobe výroby vysokohutných uhlíkových trubičiek pre atomovú absorbčnú spektroskopiu, pri ktorej je skúmaná látka atomizovaná vyhriatím elektrickým prúdom. Materiál z ktorého sú trubičky vyrobené, musí odolávať teplotám až 3000 °C, má byť čo najmenej priepustný pre kvapaliny a plyny, čo sa môže dosiahnuť jeho vysokou objemovou hmotnosťou a nanosením nepriepustnej uhlíkovej vrstvy na povrch celého výrobku.

Sú známe spôsoby výroby týchto uhlíkových trubičiek z uhlíkových materiálov, ktorých objemová hmotnosť je najviac 1,6g/cm³ a pórovitosť je až 20 %, čím je nepriaznivo ovplyvnená ich životnosť a presnosť stanovení. Iný spôsob, ktorým sa dá dosiahnuť lepších výsledkov je výroba trubičiek zo skleneného uhlíka, ktorý ma však nižšiu tepelnú odolnosť asi do 2500 °C a jeho cena je pomerne vyššia.

Vyššie uvedené nedostatky sú znížené, alebo odstránené použitím postupu výroby vysokohutných uhlíkových trubičiek pre atomovú absorbčnú spektroskopiu, podľa vynálezu, ktorého podstata je v tom, že uhlíkový polotovár vypálený na teplotu 800 až 1250 °C je impregnovaný fenolformaldehydovou živicom modifikovanou furalom, vypálený na teplotu 1800 až 2800 °C, opracovaný na požadovaný tvar, opatrený na celom povrchu uhlíkovou pyrolitickou vrstvou hrúbky až 0,03 mm a nakoniec sa z výrobku odstráni popolovina.

Dodržaním navrhovaného postupu výrobných operácií dosiahne sa postupné zvýšenie objemovej hmotnosti až na hodnotu 1,7 g/cm³ a viac.

200 307

Nanesením uhlíkovej pyrolytickej vrstvy uzavru sa všetky póry. Zlepšenie vlastností vyrábaného materiálu sa dosahujú postupne. Zmes práškoveho koksu, grafitu a sadzí sa zmieša za tepla s kameňouhoľnou smolou. Po vychladnutí sa zomelie a vylisuje na polotovary, takej objemovej hmotnosti, aby pri prvom vypáľovaní na teplotu 800 až 1250 °C uhlíkový zostatok z kameňouhoľnej smoly spojil, čo najpevnejšie jednotlivé zrná práškových komponentov a nedošlo k popraskaniu polotovaru. Pri tomto pôsobení tepelnom dochádza k zmršteniu polotovaru, ale súčasne vznikne i najväčšia pórovitosť. Z uvedeného dôvodu je to najvhodnejší moment, aby sa do polotovaru impregnáciou vtlačilo čo najväčšie množstvo fenolformaldehydovej živice. Nasledujúcim tepelným spracovaním na teplotu 1800 až 2800 °C sa dosiahne ďalšie zmrštenie polotovaru a z impregnovadla v póroch vznikne uhlík, čím sa pôvodná štruktúra spevní.

Mechanické opracovanie polotovaru na požadovaný tvar, sa vykoná až po tepelnom spracovaní na teplotu nad 1800 °C. Ďalšie zvýšenie objemovej hmotnosti a zníženie pórovitosti sa dosiahne nanesením uhlíkovej pyrolytickej vrstvy rozkladom pár uhlíkových zlúčenín na horúcom výrobku. V prvej fáze tejto operácie sa zaplňujú póry a v druhej fáze sa vytvára na povrchu výrobkov súvislá uhlíková vrstva. Odpopolnenie výrobkov je konečná operácia. Najvhodnejší spôsob odstránenia popolovín je žiňanie v prúde chlóru pri teplotách okolo 2600 °C. Touto operáciou sa dosiahne i stabilizácia pyrolytickej vrstvy, hlavne zvýšenie odolnosti proti oxidácii.

Uhlíkový polotovar sa vyrobí zmiešaním z 55 dielov koksového prášku, 5 dielov grafitu, 5 dielov sadzí a 30 dielov kameňouhoľnej smoly, pri teplote cca 120 °C. Po vychladnutí sa zmes zomelie a vylisuje na polotovar s objemovou hmotnosťou 1,45 g/cm³, vypáli na 1000 °C a impregnuje fenolformaldehydovou živicom modifikovanou furalom, trojnásobným striedaním vákuu a tlaku. Po vypálení na teplotu 2800 °C a opracovaní na požadovaný tvar sa výrobky vložia do vákuovej pece a pri teplote 950 °C po dobu 1 až 4 hodín sa z pár benzénu na ich povrchu vytvorí pyrolytická vrstva o hrúbke 1,03 mm. Nakoniec sa odstránia popoloviny žiňaním výrobkov v prúde chlóru pri teplote okolo 2600 °C. Výrobok má objemovú hmotnosť 1,7 g/cm³, merný elektrický odpor max 20 ohm mm²/m, je nepriepustný pre kvapaliny i plyny a obsah nečistôt je menší ako 4 ppm.

Podľa uvedeného príkladu je možné vyrobiť vysokohutné uhlíkové trubičky pre atomovú absorbnú spektroskopiu a podobné výrobky, u ktorých sa vyžaduje nízka pórovitosť, veľmi vysoká čistota a vysoká objemová hmotnosť.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby vysokohutných uhlíkových trubičiek pre atomovú absorbnú spektroskopiu z polotovarov zhotovených zo smesi koksu, grafitu, sadzí a smoly, vypálených na teplotu 800 až 1250 °C, vyznačujúci sa tým, že polotovary sa impregnujú fenolformaldehydovou živicom, vypaľujú na 1900 až 2800 °C a z nich vyrobené trubičky sa opatria uhlíkovou pyrolytickou vrstvou do 0,03 mm a odstránia sa z nich popoloviny.