ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203858
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 16 08 79
(21) (PV 5590-79)

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 11 83

(51) Int. Cl.[3]
C 04 B 35/10
C 04 B 33/32
C 01 F 7/02
H 01 J 17/16

(75)
Autor vynálezu CHÝLEK STANISLAV ing., KOTEK VLADIMÍR ing. a ŠTĚTINA KAREL, HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu

1

Vynález se týká způsobu výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu, zejména trubic pro hořáky vysokotlakých sodíkových výbojek.

Je známo, že se polykrystalický průsvitný korundový materiál a předměty z tohoto materiálu vyrábí tak, že se k čistému oxidu hlinitému (Al_2O_3) o vhodné velikosti krystalového zrna přidají malá množství přísad, usnadňujících slinování a regulujících nárůst velikosti krystalů při slinování, jako je oxid hořečnatý (MgO) samotný nebo v kombinaci s dalšími látkami, jako oxid yttritý (Y_2O), lanthanitý (La_2O_3), yterbitý (Yb_2O_3), vápenatý (CaO), barnatý (BaO), berylnatý (BeO), zinečnatý (ZnO) a podobně. Takové směsi se zpravidla mísí v mísičích nebo hnětačích, rozemílají, suší, tvarují například lisováním, výlisky se obrábějí a vypalují, zpočátku oxidačně při nižších teplotách do 1 400 °C, a potom ve vakuu nebo vodíkové atmosféře při teplotě nad 1500 °C. Při hromadné výrobě takového typu je třeba použít řady strojů, se kterými je zpracovávaný materiál, který má abrazívní charakter, v intimním styku. Tím dochází postupně v materiálu ke zvyšování obsahu takových složek, jako je železo (Fe), chrom (Cr), titan (Ti), mangan (Mn) a další, které jsou zpočátku zpravidla v elementární formě a mohou přecházet v oxidy, hydroxidy nebo soli, případně v pevné roztoky, segregáty apod. Dále je známo, že je obtížné a nákladné opatřit výchozí oxid hlinitý (Al_2O_3) o velké čistotě, aby již sám neobsahoval malá množství látek, které byly jmenovány. Přitom je dobře známo, že právě malá množství jmenovaných příměsí zhoršují zejména optickou propustnost průsvitného polykrystalického korundu a dále zhoršují jeho barevnou stálost a optickou propustnost po ozáření ultrafialovým světlem a jiným energeticky bohatým zářením.

2

Uvedená zhoršení mohou v rozhodující míře negativně ovlivnit užitnou hodnotu polykrystalického průsvitného korundu při použití v sodíkové vysokotlaké výbojce i v jiných aplikacích a jsou inherentní a neoddělitelnou součástí všech průmyslově vyráběných polykrystalických průsvitných korundových materiálů.

Uvedené nevýhody současného stavu techniky výrazně potlačuje způsob výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundového materiálu, zejména pak trubic pro vysokotlaké sodíkové výbojky, vytvarovaných ze směsi obsahující minimálně 99,0 % oxidu hlinitého (Al_2O_3) a maximálně 1 % slinovacích přísad, jehož podstata spočívá v tom, že předměty se nejprve vy-

pálí na vzduchu po dobu 10 až 800 minut při teplotě 700 až 1500 °C, dále se zchladí na pokojovou teplotou a pak se vyluhují ve vodném roztoku silné minerální kyseliny jako je chlorovodíková (HCl), kyselina dusičná (HNO_3), nebo kyselina sírová (H_2SO_4) nebo jejich směsi, přičemž koncentrace tohoto roztoku je 1 až 35 hmotnostních %, a to při teplotě v rozmezí od 10 °C po teplotu varu příslušného roztoku po dobu alespoň 4 minut, a dále se promyjí vodou a vypálí ve vodíkové atmosféře při teplotě 1600 až 1950 °C po dobu 30 až 900 minut.

Výhodou vynálezu je především zlepšená optická propustnost zhotovených výrobků v oblasti viditelného světla a případně i v blízké infračervené a ultrafialové oblasti. Další výhodou je menší rozsah barevných změn materiálu výrobků při ozáření ultrafialovým nebo jiným energeticky bohatým zářením. Ještě další výhodou je rovnoměrnější mikrostruktura materiálu. Tyto výhody se uplatní zejména při výrobě hořáků vysokotlakých výbojek, plněných sodíkovými párami. Jinou výhodou postupu podle vynálezu je možnost využívat k výrobě oxid hlinitý (Al_2O_3) o menší chemické čistotě.

Vynález bude blíže vysvětlen a popsán na jednom možné příkladu provedení podle vynálezu.

Oxid hlinitý (Al_2O_3) v alfa-modifikaci o čistotě 99,97 % byl v mísiči mixérového typu smísen s roztokem síranu hořečnatého ($MgSO_4$), jehož množství bylo zvoleno tak, aby po tepelném rozkladu síranu obsahovala konečná směs 99,8 % kysličníku hlinitého (Al_2O_3) a 0,2 % kysličníku hořečnatého (MgO). Dále byl do stejného mísiče přidán vodný roztok polyvinylalkoholu, který má funkci dočasného vyhořívajícího organického pojiva, a to v množství 5 hmotnostních dílů 4% roztoku polyvinylalkoholu na 100 hmotnostních dílů výše uvedené anorganické směsi. Tato směs byla lisována do tvaru tablet o rozměrech ∅ 50 × × 10 mm. Tablety byly ve válcovém drtiči rozdrceny na granulát, ze kterého se sítováním odstranily částice větší jak 0,6 mm. Z granulátu se na izostatickém lise vylisovaly trubice tlakem 200 MPa a po vysušení byly obrobeny. Dále byly trubice vypáleny na vzduchu v elektricky vytápěné peci při teplotě 1280 °C s výdrží 90 minut. Po vychladnutí byly vyluhovány roztokem chlorovodíku (HCl) o koncentraci 5 hmotnostních % při teplotě 80 °C po dobu 60 minut. Ve výluhu byly spektrálním rozborem dokázány vedle hliníku (Al) a hořčíku (Mg) též železo (Fe) a chrom (Cr). Potom byly trubice vyprány za varu v deionizované vodě a propláchnuty deionizovanou vodou o teplotě 12 °C. Vyprané trubice byly vypáleny ve vodíkové atmosféře.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby předmětů z průsvitného polykrystalického korundu vytvarovaných ze směsi obsahující minimálně 99,0 % oxidu hlinitého (Al_2O_3) a maximálně 1 % slinovacích přísad, například oxidů hořčíku (MgO), vápníku (CaO), barya (BaO), yttria (Y_2O_3), yterbia (Yb_2O_3), samaria (Sm_2O_3), lanthanu (La_2O_3), berylia (BeO), zinku (ZnO), ceru (CeO_2), zirkonu (ZrO_2) a/nebo látek, přecházejících při záhřevu v tyto oxidy, vyznačený tím, že předměty se nejprve vypálí na vzduchu po dobu 10 až 800 minut při teplotě 700 až 1500 °C, dále se zchladí na pokojovou teplotu a pak se vyluhují ve vodném roztoku silné minerální kyseliny jako je kyselina chlorovodíková, kyselina dusičná nebo kyselina sírová, nebo jejich směsi, přičemž koncentrace tohoto roztoku je 1 až 35 hmotnostních %, a to při teplotě v rozmezí od 10 °C po teplotu varu příslušného roztoku po dobu 4 až 600 minut a dále se promyjí vodou a vypálí ve vodíkové atmosféře při teplotě 1600 až 1950 °C po dobu 30 až 900 minut.

Severografia, n. p., závod 7, Most