

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 26.VII.1968 (P 128 326)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 30.III.1971

Kl. 80 b, 8/137

MKP C 04 b, 35/48

UKD

Twórca wynalazku: Antonina Cwen

Właściciel patentu: Instytut Materiałów Ogniotrwałych, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania cienkościennych wyrobów z dwutlenku cyrkonu stabilizowanego wapnem

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cienkościennych wyrobów z dwutlenku cyrkonu, stosowanych w aparaturze laboratoryjnej.

Dotychczas cienkościenne wyroby z dwutlenku cyrkonu wytwarzano z dwutlenku cyrkonu stabilizowanego wapnem lub tlenkiem magnezu albo itru. Wadą tych wyrobów jest niska odporność na wstrząsy cieplne rzędu 1—2 zmian powietrznych.

Stwierdzono, że aby uzyskać wyroby z dwutlenku cyrkonu o wielokrotnie wyższej odporności na wstrząsy cieplne od wyrobów produkowanych ze stabilizowanego ZrO_2 , co ma istotne znaczenie dla wyrobów cienkościennych stosowanych w aparatach laboratoryjnych, należy wytwarzać je sposobem według wynalazku.

Sposób według wynalazku polega na tym, że cienkościenne wyroby z dwutlenku cyrkonu stabilizowanego wapnem wytwarza się z mieszaniny składającej się w ilości 90% wagowo ze stabilizowanego wapnem, topionego dwutlenku cyrkonu o zawartości 89,2% ZrO_2 i 7,25% CaO oraz w ilości 10% wagowo z niestabilizowanego, topionego dwutlenku cyrkonu o zawartości 98,25% ZrO_2 , przy czym oba te składniki poddaje się oddzielnie mieleniu na mokro celem uzyskania 95% wagowo ziarn mniejszych od 5 mikrometrów.

W przypadku użycia do mielenia młynka stalowego, mlewo tych surowców trawi się wodnym roztworem kwasu solnego celem usunięcia do-

2

mieszek żelaza. Wytrawione mlewo suszy się, a następnie przeciera przez sito 0,5 mm celem roztarcia grudek. Z wyżej wymienionych składników sporządza się wodną gęstwę, z której formuje się wyroby metodą odlewania do form gipsowych. Uformowane wyroby suszy się i wypala dwukrotnie, najpierw w temperaturze $1100^{\circ}C$, a następnie w temperaturze $1700^{\circ}C$. Wyroby otrzymane sposobem według wynalazku posiadają odporność na wstrząsy cieplne rzędu 8—9 zmian powietrznych.

Sposobem według wynalazku wytwarza się takie wyroby jak tygle, łódki, rurki, muflę, podstawki do mikroskopu wysokotemperaturowego. Wyroby te mogą pracować w wysokich temperaturach w atmosferze utleniającej, redukującej i w próżni. Są one odporne na stopy metali jak iryd, pallad, ruten, rod, platyna, srebro, chrom, mangan. Wyroby wytworzone sposobem według wynalazku nie reagują ze stałą i nie zwilżają się stopami stali. Są również odporne na działanie stopów, kwaśnych żużli, tlenków i soli.

Przykład. 65,7 części wagowych zmielonego, stabilizowanego, topionego dwutlenku cyrkonu mieszają się w mieszadle śmigłowym w czasie 20 minut z dodatkiem 7,3 części wagowych zmielonego, niestabilizowanego, topionego dwutlenku cyrkonu oraz z 27,0 częściami wagowymi wody destylowanej. Mieszaninę przeciera się przez sito o oczkach 0,12 mm i wstawia do komory próżniowej, gdzie odpowietrza się ją przy ciśnieniu

końcowym w komorze 15 Tr przez 10 minut. W przypadku użycia młynka stalowego, odpowiednią gęstwę zakwasza się kwasem solnym do pH 1,2. Wyroby formuje się ze świeżej gęstwy metodą zlewania nadmiaru. Odlewy suszy się początkowo w formach gipsowych wstawianych do suszarki nagrzanej do temperatury 80°C przez 30 minut. Po wyjęciu odlanych przedmiotów z formy suszy się je w suszarni przestrzennej przez 48 godzin. Wysuszone wyroby wypala się wstępnie w piecu sylitowym w temperaturze 1100°C, którą osiąga się w ciągu 4 godzin. Wypalone wstępnie wyroby studzi się w piecu przez 20—24 godzin, a następnie przeprowadza się ich obróbkę mechaniczną za pomocą papieru ściernego. Końcowe wypalanie wyrobów prowadzi się w temperaturze 1700°C, wytrzymując w tej temperaturze wyroby przez 2 godziny. Szybkość wzrostu temperatury w końcowym wypalaniu wynosi 100°C na godzinę w zakresie temperatur od 20°C do 1200°C i 80°C

na godzinę w zakresie temperatur 1200°C do 1700°C, przy czym łączny czas wypalania wynosi 20 godzin. Wypalone wyroby studzi się w piecu przez okres 48 godzin aż do osiągnięcia temperatury 100°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania cienkościennych wyrobów z dwutlenku cyrkonu stabilizowanego wapnem **znamienny tym**, że mieszaninę składającą się w ilości 90% wagowo ze stabilizowanego wapnem, topionego dwutlenku cyrkonu o zawartości 89,2% ZrO₂ i 7,25% CaO i w ilości 10% wagowo z topionego dwutlenku cyrkonu o zawartości 98,25% ZrO₂ miele się na mokro do uzyskania zawartości 95% wagowo ziarn poniżej 5 mikrometrów, następnie formuje się metodą odlewania wodnych zawiesin do form gipsowych wyroby, które suszy się i wypala dwukrotnie, najpierw w temperaturze 1100°C a następnie w temperaturze 1700°C.