

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

60750

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Kl. 42 I, 13/01

Zgłoszono: 22.VI.1966 (P 115 240)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

MKP G 01 n, 33/20

Opublikowano: 20.VIII.1970

UKD

Współtwórcy wynalazku: prof. dr inż. Jan Inglot, inż. Mieczysław Ił-  
czyk

Właściciel patentu: Instytut Metalurgii Żelaza im. Stanisława Staszica,  
Gliwice (Polska)

## Urządzenie do wkładania i wyjmowania próbek z próżniowego aparatu ekstrakcyjnego do oznaczania wodoru w stali i stopach

1 Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do wkładania próbek do próżniowego aparatu ekstrakcyjnego, a następnie ich wyjmowania, stosowane przy oznaczaniu zawartości wodoru w stali i stopach.

Urządzenie wysokiej próżni znane z publikacji J. Groszkowskiego p.t. „Technologia wysokiej próżni” do określania zawartości gazów w metalu, składa się z aparatury wysokiej próżni, pieca właściwego z elementem grzewczym i urządzenia do zbierania gazu. Piec uszczelniony jest za pomocą przelotowego kurka, oddzielającego piec od komory przepustowej, która służy jednocześnie do doprowadzania próbek i umożliwia wprowadzenie ich do pieca bez uszkodzenia próżni w piecu. Komora przepustowa zaopatrzona jest u góry w zawór z kanałem, do którego wprowadza się próbkę. Następnie po usunięciu z komory powietrza próbkę wprowadza się, za pomocą magnesu do pieca przez zawór umieszczony pomiędzy piecem a komorą przepustową.

Urządzenie według opisu patentowego Niemieckiej Republiki Federalnej nr 1128181 jest zastosowane przy Exhalografii firmy Balzers do oznaczania tlenu i azotu w stali. Składa się ono z małej komory próżniowej nad piecem oporowym, w której są dwa zawory i podawacz łopatkowy próbek, uruchamiany przy pomocy dźwigni. Działanie tego urządzenia polega na opuszczeniu dźwigni ku dołowi, co powoduje otwarcie zaworu komory próż-

2 niowej i podsuniecie podawacza łopatkowego pod otwór zaworu. W tym samym czasie samoczynnie zamyka się drugi zawór, który zamyka otwór do wnętrza pieca będącego pod próżnią.

5 Po włożeniu próbki na wysunięty podawacz łopatkowy podnosi się dźwignię do góry, co powoduje zamknięcie otworu przez który włożono próbkę i otwarcie zaworu nad piecem. W momencie tym, kiedy zamyka się dźwignią otwór przez który włożono próbkę, a otwiera się zawór nad piecem, pompy próżniowe usuwają powietrze, które w czasie wkładania próbki weszło do komory próżniowej. W czasie usuwania powietrza z komory próżniowej, podawacz łopatkowy na którym umieszczono próbkę, pochyla się pod kątem 45° powodując zsunięcie się próbki do lejka umieszczonego nad piecem, i następnie do tygla w piecu. Następny cykl umieszczenia próbki w piecu odbywa się w ten sam sposób.

10 Znane z polskiego opisu patentowego nr 13003 urządzenie do wprowadzania próbek do aparatów próżniowych dla oznaczania zawartości gazów, zawiera piec właściwy z urządzeniem grzewczym. Właściwa przestrzeń piecowa objęta jest rurą kwarcową, w której umieszczony jest tygiel grafitowy, do którego wprowadza się badane próbki. Piec jest szczelnie zamknięty za pomocą przelotowego kurka oddzielającego piec od komory przepustowej, która służy jednocześnie do doprowadzania próbek badanych i umożliwia wprowadze-

nie ich do pieca bez uszkodzenia próżni w piecu.

Z komorą przepustową połączona jest pompa próżniowa, która wyciąga powietrze z pieca i z przestrzeni przepustowej, lub też gazy wydzielane w czasie analizy. Przestrzeń przepustowa zaopatrzona jest u góry w nasadkę do napełniania, którą można zamknąć szczelnie za pomocą kurka lub innego zamknięcia. W przestrzeni przepustowej znajduje się urządzenie do wprowadzania próbek, które składa się z bębna wrzutowego z kanałami wierconymi pionowo, odpowiadającymi kształtowi próbek. Ujście dolne kanałów jest zamknięte dnem osłony.

Przy obrocie bębna kanały ustawiają się pionowo nad kanałem przepustowym jeden po drugim, tak że próbki spadają przy otwartym kurku przepustowym do pieca.

Dla dokładnego oznaczania wodoru w stali i stopach, urządzenia według publikacji J. Groszkowskiego pt. „Technologia wysokiej próżni” — opisu patentowego Niemieckiej Republiki Federalnej nr 1128181 oraz polskiego opisu patentowego nr 13003 nie mogą być zastosowane, ponieważ próbki do analizy muszą być stosunkowo duże (15—20 g) i nie mogą być obrabiane mechanicznie ze względu na znaczną stratę łatwo wydzielającego się z próbki wodoru.

Wodór bowiem wydziela się ze stali i stopów już w temperaturze pokojowej.

Stosowanie kurka przelotowego między komorą przepustową i piecem, jak przedstawiono w cytowanej publikacji J. Groszkowskiego i w polskim opisie patentowym nr 13003 jest nie do przyjęcia, ponieważ kurek przelotowy uszczelnia się smarem, a najmniejsza cząsteczka smaru przyczepiona do spadającej przez kurek próbki do pieca zniekształci wynik analizy. Wprowadzany z próbką do pieca smar ulegnie spaleni i wytworzy pewną dodatkową ilość gazu, a podawanie do pieca dużych próbek z pewnej wysokości zawsze może zagrażać rozbiciem aparatury. Poza tym do oznaczania gazów w metalach napełniony tygiel próbkami musi być wymieniony, co wiąże się z zatrzymaniem aparatury, założeniem nowego tygla, ponownego uruchomienia aparatu i jego odgazowania.

Urządzenie do wkładania i wyjmowania próbek do aparatu ekstrakcyjnego w próżni do oznaczania wodoru w stali i stopach według wynalazku tych wad nie posiada.

Urządzenie to ma cylinder z otworem do wprowadzania i wyjmowania próbek, połączony rurką z próżniowym układem, oraz szczelnie przymocowaną do cylindra zamkniętą szklaną rurę z umieszczonym w nim żelaznym prętem do doprowadzania próbek i usuwania ich z rury ekstrakcyjnej.

Wewnątrz cylindra usytuowany jest tłok z kanałem do przesuwu próbek, zaopatrzony w pierścienie uszczelniające. Do tłoka zamocowany jest żelazny pręt z rączką, który służy do przesuwania tłoka.

Urządzenie do podawania próbek do aparatu ekstrakcyjnego dla oznaczania wodoru według wynalazku umożliwia pracę aparatu do oznaczania

wodoru nieprzerwanie, ponieważ wkładanie i wyjmowanie próbek odbywa się pod próżnią. Umożliwia stosowanie do analizy próbek dużych i różnych kształtów, zapewnia dokładność oznaczania wodoru, ponieważ nie zachodzi potrzeba mechanicznego obrabiania próbki.

Przykładowe rozwiązanie urządzenia dla wkładania i wyjmowania próbek do aparatu ekstrakcyjnego w próżni dla oznaczania wodoru w stali i stopach, według wynalazku, jest przedstawione w przykładowym rozwiązaniu na załączonym rysunku.

Urządzenie według wynalazku składa się z cylindra 2 z otworem 3 do wkładania próbek oraz ze szczelnie przymocowanej do niego ekstrakcyjnej rury 1.

Naprzeciw ekstrakcyjnej rury 1 do cylindra 2 szczelnie zamocowana jest zamknięta rura 4 z umieszczonym w niej żelaznym prętem 5, przesuwanym za pomocą niewidocznego na rysunku elektromagnesu, służącym do przesuwania próbki w ekstrakcyjnej rurze 1.

Cylinder 2 połączony jest z układem próżniowym dodatkową rurką 10, umożliwiającą wytworzenia próżni w kanale 7 tłoka 6, który znajduje się wewnątrz cylindra 2. Kanał 7 służy do umieszczenia próbek i ma uszczelniające pierścienie 8 na obu jego końcach. Do tłoka przymocowany jest drążek 9 z uchwytem, służący do jego przesuwania.

Działanie urządzenia według wynalazku polega na tym, że próbkę wprowadza się do kanału 7 tłoka 6 ustawionego w pozycji uwidocznionej na załączonym rysunku, po czym przesuwa się tłok ku ekstrakcyjnej rurze 1. W trakcie przesuwania tłoka 6, kanał 7 z próbką przesuwa się pod rurką 10 łączącą cylinder 2 z układem próżniowym, w związku z czym w kanale 7 powstaje próżnia. Po ustawieniu próbki na wprost ekstrakcyjnej rury 1 przesuwa się ją do wnętrza rury za pomocą żelaznego pręta 5 napędzanego elektromagnesem.

Po ustawieniu próbki w ekstrakcyjnej rurze 1 przesuwa się żelazny pręt 5 elektromagnesem do położenia wyjściowego. Po wyekstrahowaniu gazów z próbki obniża się jej temperaturę do zakresu osiągnięcia własności magnetycznych i usuwa się ją z ekstrakcyjnej rury 1 za pomocą żelaznego pręta 5 napędzanego elektromagnesem. Przy oznaczaniu zawartości wodoru w niemagnetycznych stalach do ekstrakcyjnej rury 1 wprowadza się przed próbką bolec żelazny nie zawierający gazów, przy pomocy którego usuwa się próbkę po zakończeniu oznaczania.

#### Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie dla wkładania próbek do próżniowego aparatu ekstrakcyjnego do oznaczania wodoru w stali i stopach, **znamiennie tym**, że ma cylinder (2) z otworem (3) do wprowadzania próbek, połączony rurką (10) z próżniowym układem oraz szczelnie przymocowaną do cylindra zamkniętą szklaną rurę (4) z umieszczonym w niej żelaznym prętem (5) do doprowadzania próbek i usuwania ich z ekstrakcyjnej rury (1), a wewnątrz cylindra usytuowany jest tłok (6) z kanałem (7), zaopatrzony w uszczelniające pierścienie (8).

