

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62 526

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 80 b, 8/1391

Zgłoszono: 05.XI.1968 (P 129 901)

Pierwszeństwo:

MKP C 04 b, 35/40

Opublikowano: 20.III.1971

UKD

Twórca wynalazku: Antonina Cwen

Właściciel patentu: Instytut Materiałów Ogniotrwałych, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania wyrobów, zwłaszcza elementów aparatury badawczej z dwutlenku toru

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania wyrobów z dwutlenku toru, a zwłaszcza aparatury badawczej pracującej w wysokich temperaturach — do 2700°C, w atmosferze utleniającej lub w próżni.

Dotychczas wyroby z dwutlenku toru formowano przez odlewanie zawiesiny dwutlenku toru z domieszką tlenu wapnia w bezwodnym alkoholu. Dwutlenek toru rozdrabniano poniżej 3 mikrometrów, a zawiesinę stabilizowano nitrocelulozą, kałafonią lub polistyrenem. Uformowane odlewy z uwagi na małą ich wytrzymałość mechaniczną powlekano warstwą łatwo palnego lub łatwo parującego związku organicznego, po czym wypalano je dwukrotnie. Końcowe wypalanie prowadzono w atmosferze tlenu lub w próżni w temperaturze 1850—2000°C.

Wadą tego sposobu jest konieczność powlekania uformowanych wyrobów, przed pierwszym wypalaniem, organicznymi powłokami oraz konieczność przeprowadzania drugiego wypalania w atmosferze tlenu lub w próżni. Taki sposób postępowania czyni proces wytwarzania wyrobów z dwutlenku toru bardzo skomplikowanym i w konsekwencji wpływa niekorzystnie na jego ekonomikę.

Stwierdzono, że wyżej wymienionych niedogodności można uniknąć wytwarzając wyroby sposobem według wynalazku.

Sposób wytwarzania wyrobów, zwłaszcza elementów aparatury badawczej z dwutlenku toru

2

polega na tym, że wyroby formuje się przez odlewanie wodnej zawiesiny rozdrobnionego dwutlenku toru z domieszką tlenu wapnia. Ilość tlenu wapnia wynosi 0,5% wagowych w stosunku do ilości dwutlenku toru. Dwutlenek toru rozdrabniany jest do uziarnienia poniżej 5 mikrometrów. Jako stabilizator zawiesiny stosowany jest kwas solny. Tak przygotowaną zawiesinę odlewa się do form gipsowych, a uformowane odlewy suszy się i wypala dwukrotnie: w temperaturze 1300°C i w temperaturze 1750°C, przy czym końcowe wypalanie przeprowadza się w atmosferze utleniającej. Uformowane z wodnej zawiesiny wyroby mają wystarczającą wytrzymałość mechaniczną i nie zachodzi konieczność powlekania ich związkami organicznymi. Zaletą sposobu według wynalazku jest również obniżenie w porównaniu ze sposobem znanym temperatury końcowego wypalania wyrobów.

Wyroby otrzymane sposobem według wynalazku charakteryzują się porowatością otwartą w granicach 0,4 — 0,8% i gęstością pozorną w granicach 9,47 — 9,52 g/cm³.

Przykład. Chemicznie czysty dwutlenek toru prażono w temperaturze 1500°C przez jedną godzinę a następnie mielono na mokro w stalowym młynku kulowym lub wibracyjnym aż do uzyskania około 80% wagowych ziarn o średnicy od 0—5 mikrometrów i około 20% wagowych ziarn o średnicy 5—60 mikrometrów. Następnie mlewo tra-

włono kwasem solnym, celem oczyszczenia dwutlenku toru z żelaza natartego z młynka i mielników. Kolejną operacją technologiczną było wypłukiwanie z mlewa FeCl_3 i HCl wrzącą wodą tak długo, aż pH zawiesiny wyniosło 6—7. Wytrawione mlewo suszono w suszarce w temperaturze 110°C , rozdrabniano bakelitowym wałkiem i przecierano przez sito 0,5 mm celem roztarcia grudek. Wszystkie wyżej wymienione operacje ze względu na toksyczność i radioaktywność dwutlenku toru wykonywano przy zachowaniu właściwych przepisów bezpieczeństwa i higieny pracy.

Gęstwę przeznaczoną do formowania wyrobów metodą odlewania o składzie: 61,69% wagowych zmielonego dwutlenku toru, 0,31% wagowych chemicznie czystego tlenku wapnia, 38,00% wagowych wody destylowanej mieszano przy pomocy mieszadła śmigłowego przez 20 minut. Przygotowaną w ten sposób gęstwę przetarto przez sito o oczkach 0,12 mm, wstawiono do komory próżniowej, gdzie odpowietrzono ją przy ciśnieniu końcowym w komorze 15 Tor przez 15 minut. Odpowietrzoną gęstwę zakwaszono stężonym kwasem solnym aż do osiągnięcia $\text{pH} = 1,0$.

Wyroby formowano ze świeżej gęstwy. Odlewy suszono początkowo w formach gipsowych, wstawionych do suszarki nagrzanej do temperatury 80°C a po wyjęciu z form w suszarni przestrzen-

nej przez 48 godzin. Wstępne wypalanie półfabrykatów prowadzono w piecu sylitowym w temperaturze 1300°C , którą osiągnięto w ciągu 5 godzin.

Wypalone wstępnie wyroby studzono w piecu przez 24 godziny, a następnie przeprowadzono ich obróbkę mechaniczną. Końcowe wypalanie wyrobów prowadzono w temperaturze 1750°C , utrzymywanej przez 3 godziny. Tempo wzrostu temperatury w czasie wypalania wynosiło około 20 minut. Piec studzono do temperatury 100°C w ciągu 48 godzin.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania wyrobów, zwłaszcza elementów aparatury badawczej z dwutlenku toru z domieszką tlenku wapnia polegający na formowaniu wyrobów przez odlewanie, suszeniu i dwukrotnym wypaleniu uformowanych wyrobów, **znamienny tym**, że wyroby formuje się przez odlewanie do form gipsowych wodnej, stabilizowanej kwasem solnym zawiesiny dwutlenku toru z domieszką tlenku wapnia, przy czym ilość tlenku wapnia wynosi 0,5% wagowych w stosunku do ilości dwutlenku toru, następnie po wysuszeniu wyroby wypala się kolejno w temperaturze 1300°C i w temperaturze 1750°C .