RZECZPOSPOLITA POLSKA

OPIS PATENTOWY

153 683

URZĄD PATENTOWY RP

Patent dodatkowy do patentu nr ———

Zgłoszono: 88 06 30 (P. 273474)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 90 01 08

Opis patentowy opublikowano: 1991 10 31

Int. Cl.[5] C04B 38/00

CZYTELNIA OGÓLNA

Twórcy wynalazku: Stanisław Serkowski, Stanisław Pawłowski

Uprawniony z patentu: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania ceramicznych, ogniotrwałych mikrosit

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania ceramicznych, ogniotrwałych mikrosit o średnicach otworów w granicach 0,1-5 μm, i ilości otworów na jednym centymetrze kwadratowym sita od 10^6 do 10^8, które mogą być stosowane do głębokiej filtracji zarówno w niskich jak i w wysokich temperaturach.

Znane metody wytwarzania tak, drobnootworowych sit polegają bądź na drążeniu oczek sita promieniem lasera, bądź też na wytrawianiu chemicznym zatopionych w ceramicznej, najczęściej szklanej, osnowie mikrodrutów miedzianych.

Celem wynalazku jest znaczna poprawa jakości mikrosit zarówno w aspekcie własności wytrzymałościowych i odpornościowych materiału mikrosita, jak też znaczne rozszczerzenie zakresu wielkości oczek aż do wielkości poniżej mikrometra.

Sposób wytwarzania ceramicznych, ogniotrwałych mikrosit według wynalazku polega na tym, że eutektyk tlenek-metal wybrany z grupy $(Cr, Al)_2O_3$ - Cr(Mo, W), Cr_2O_3 - Cr(M_o, W, Nb, Ta, V), MgO-W, $HfO_{2(stab.)}$ - W, ZrO_2 - W (Ta) lub UO_2 - Ta (W, Nb) i poddany kierunkowej krystalizacji z szybkością 0,15-15 cm/h, w celu usunięcia włókien metalu poddaje się obróbce roztworów kwasów lub obróbce cieplnej w atmosferze utleniającej.

W czasie kierunkowej krystalizacji tworzy się jednokierunkowo zorientowana mikrostruktura kompozytowa, w której tkwią bardzo cienkie i równoległe do siebie włókna metalu. Ponieważ szybkość kierunkowej krystalizacji decyduje o średnicy tych włókien, kształtowanie wielkości otworów pozostałych w tlenkowej osnowie po usunięciu włókien metalu w prosty sposób powstaje przez usunięcie włókien metalu na drodze chemicznego rozpuszczania bądź też termicznie, wykorzystując wysoką lotność tlenków większości metali wysokotopliwych.

Po przeprowadzeniu jedną ze znanych metod, kierunkowej krystalizacji wybranej eutektyki tlenek-metal, następnie pocięciu uzyskanego w ten sposób materiału na cienkie płytki usuwa się na drodze termicznej bądź też chemicznej włókna metalu, przy czym zmieniając szybkość kierunkowej krystalizacji w zakresie od 0,5 cm do 15 cm/h uzyskuje się w krystalizowanym materiale włókna - a

tym samym po ich usunięciu otwory o średnicach 0,1-5 μm. W zależności od wymaganej odporności chemicznej, przewidywanej temperatury pracy, do wytwarzania mikrosit stosuje się jeden z następujących zestawów fazowych: $(Cr, Al)_2O_3$ - Cr(Mo, W), Cr_2O_3 - Cr(Mo, W, Nb, Ta, V), MgO-W, $HfO_{2(stab)}$ - W, ZrO_2 - W(Ta), UO_2 - Ta(W, Nb). W przypadku stosowania układów z Cr usunięcie włókien metalu jest możliwe jedynie na drodze chemicznej, w przypadku pozostałych metali usunięcie włókien metalu może być realizowane na drodze chemicznej bądź też z wykorzystaniem lotności ich tlenków na drodze termicznej obróbki w temperaturze 1000-1300°C w wilgotnej, utleniającej atmosferze.

Ogniotrwałość, własności wytrzymałościowe w niskich i wysokich temperaturach, odporność chemiczna i nietoksyczność tlenków stanowiących materiał konstrukcyjny mikrosit według wynalazku umożliwia szeroką gamę ich zastosowań od medycyny do filtracji gorących gazów i ciekłych metali.

Przykład I. Mieszaninę 44 cz. wag. Cr_2O_3, 44 cz. wag. Al_2O_3 i 12 cz. wag. Mo po dokładnym wymieszaniu formuje się w walec, spieka w redukcyjnej atmosferze i krystalizuje kierunkowo po uprzednim stopieniu z szybkością krystalizacji 5 cm/h. Następnie uzyskany materiał tnie się piłą diamentową na cienkie ok. 0,5-1,0 mm grubości płytki w kierunku prostopadłym do kierunku prostopadłym do kierunku krystalizacji i następnie wytrawia się włókna molibdenu w 40% kwasie solnym (HCl) i w temperaturze 50-60°C, uzyskując mikrosita zbudowane z roztworu stałego Al_2O_3 - Cr_2O_3 i średnicy otworów 0,3 μm i czynnej powierzchni sita ok. 7%.

Przykład II. Mieszaninę proszków Cr_2O_3 (85 cz. wag.) i Cr (15 cz. wag) po wymieszaniu i zagęszczeniu poddaje się kierunkowej krystalizacji jedną ze znanych metod z szybkością 4 cm/h. Przekrystalizowany materiał tnie się piłą diamentową na cienkie płytki prostopadle do kierunku krystalizacji a następnie wytrawia włókna Cr w kąpieli o składzie: 60% HCl, 15% HNO_3, 10% CH_3COOH i 15% H_2O uzyskując mikrosito o oczkach 1 μm i powierzchni czynnej 11%.

Przykład III. Mieszaninę 18 cz. wag W i 82 cz. wag. stabilizowanego ZrO_2 po dokładnym wymieszaniu się w kształt walcowy, spieka w atmosferze redukcyjnej i poddaje kierunkowej krystalizacji z szybkością 3,5 cm/h. Następnie uzyskany materiał tnie się na cienkie płytki w kierunku prostopadłym do kierunku krystalizacji i poddaje się je obróbce cieplnej w temperaturze 1400°C w atmosferze wilgotnego powietrza przez 8 godz. Tak wyżarzone płytki przemywa się wodą amoniakalną o stężeniu 5-10% uzyskując mikrosita z otworami o śrenicy 0,5 mikrometra i ok. 1,3 $\times 10^7$ otworów na cm^2.

Przykład IV. Mieszaninę 40 cz. wag. Al_2O_3, 40 cz. wag. Cr_2O_3 i 20 cz. wag Mo po ujednorodnieniu formuje się w próbkę walcową i po spieczeniu w atmosferze ochronnej poddaje się kierunkowej krystalizacji z szybkością 1 cm/h. Następnie próbkę tnie się na cienkie płytki w kierunku prostopadłym do kierunku krystalizacji i poddaje się obróbce cieplnej w temperaturze 1500°C na powietrzu przez 4 godziny. Uzyskane mikrosita czyści się sprężonym powietrzem. Średnica otworów mikrosita wynosi 0,25 mikrometra a ilość otworów na 1 cm^2 osiąga 1,6 $\times 10^7$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania ceramicznych, ogniotrwałych mikrosit, **znamienny tym,** że eutektyk tlenek - metal wybrany z grupy $(Cr, Al)_2O_3$- Cr(Mo, W), Cr_2O_3 - Cr(Mo, W, Nb, Ta, V), MgO - W, $HfO_{2(stab)}$ -W, ZrO_2 - W(Ta) lub UO_2 - Ta (W, Nb) i poddany kierunkowej krystalizacji z szybkością 0,5-15 cm/h, w celu usunięcia włókien metalu poddaje się obróbce roztworów kwasów lub obróbce cieplnej w atomsferze utleniającej.

Zakład Wydawnictw UP RP. Nakład 100 egz.
Cena 3000 zł