

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Razred 12 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Aprila 1927.

PATENTNI SPIS ŠT. 4219

Naamlouze Vennootschap Philips' Gloeilampenfabrieken,
Eindhoven, Holandska.

Postopek za taloženje hafniuma in zirkonijuma na žarečem telesu.

Prijava z dne 3. novembra 1925.

Velja od 1. marca 1926.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 21. julija 1925. (Holandska).

Izum se nanaša na postopek za taloženje hafniuma in zirkonijuma na žareče telo. V smislu izuma se pri tem postopa tako, da se to telo razgreva v atmosferi, ki vsebuje enega ali več jodidov kovin, ki se imajo taložiti, in ki je tako prosta onečistin, da so taložene kovine duktilne.

Prijavilec je že svojčas našel, da je mogoče taložiti hafnium in zirkonijum na žareče telo s tem, da se slednje razgreva v atmosferi, ki vsebuje enega ali več jodidov kovin, ki se imajo taložiti. Izkazalo pa se je, da se na ta način pridobljeni hafnium in zirkonijum lahko sicer smatra za praktično čista, da pa tako dobljena kovina ni duktilna. Samo tedaj, če se uporabljajo jodidi hafniuma ali zirkonijuma ali pa snovi, iz katerih se ti jodidi tvorijo, v skrajno čistem stanju, se dobijo hafnium ali zirkonijum v duktilnem stanju. Že zelo majhne onečistine gori omenjenih jodidov morejo preprečiti tvorbo duktilnega hafniuma ali zirkonijuma; celo onečistine, ki se analitično ne dajo več ugotoviti, morejo v pogledu voditi do neugodnih rezultatov. Ta okolnost se more razlagati mogoče z naslednjim opazovanjem. Ako se razgreva jedrno telo v atmosferi, ki vsebuje razven hafnium-ali zirkonijumjodida še malo množino onečistin, kot dušik, ogljikove spojine i. t. d., tedaj se na jedrno telo ne izloži hafnium ali zirkonijum, temveč spojine hafniuma ali zirkonijuma kot nitrid, karbid i. t. d. Ako obstojajo zgoraj omenjene onečistine le v zelo

majhni množini, tedaj se sicer taložita hafnium ali zirkonijum, toda še obstoječe onečistine bodo dale kljub temu povod za tvorbo zelo malih množin hafnium-ali zirkonijum-spojin, ki se bodo staložile med kovinskim hafniumom ali zirkonijumom. Čeprav je množina teh hafnium ali zirkonijum spojin zelo neznatna, celo če se analitično ne more več ugotoviti, morejo vendar iste imeti tak vpliv na lastnost taložene kovine, da slednja ni duktilna.

Jasno je, da plinaste onečistine ali dodatki, ki so z ozirom na kovino, ki se imajo taložiti, kemično indiferentni, ne bodo vplivali na lastnosti te kovine.

Svrhi primerno se razgreje jedrno telo na tako temperaturo, da taložena kovina v smeri, ki je navpična k površini telesa, naraste kot en sam kristal. To naraščanje se izvrši za hafnium šele preko približno 1750°C, za zirkonijum preko približno 1600°C, medtem ko se pričinja multikristalinično naraščanje za hafnium kakor tudi za zirkonijum že pri 1400°C.

Prav dobre rezultate se je doseglo s tem, da se najprej razgreva eno jedrno telo v atmosferi, ki vsebuje enega ali več jodidov kovin, ki se imajo taložiti, nakar se razgreva drugo telo v posodi, ki vsebuje na prvo jedrno telo taloženo kovino in čisti jodid, ter se v tem slučaju hafnium ali oba taložita v duktilni obliki.

Izum naj bo pobliže popisan na podlagi izvedbenega primera. Na sliki je v navad-

nem pogledu predložena za izvedbo postopka prikladna priprava.

Priprava sestoji iz posode 1, v kateri je kot jederno telo razporejena žica 2, ki se n. pr. lahko sestoji iz wolframa in ki ima zelo mal premer. Ta wolframova žica je n. pr. s pomočjo majhnih vijakov provodno zvezana z zrakutesno v gornji konec posode zavrtaljenima dovodnima žicama 3 in 4. Ta wolframova žica se torej more razgreti s pomočjo električne struje na primerno temperaturo. Na posodi je nameščena stranska cevka 5, ki se lahko priključi na sesalno in skozi katero se lahko odstranijo v posodi 1 nahajajoči se plini. Če se torej v posodo 1 vvede hafniumjodid ali kovinski hafnium in jod, — ti dve snovi tvorita pri višji temperaturi isto tako hafniumjodid — in če se posoda razgreva na tako temperaturo, da prikazuje, hafniumjodid dovoljno visok parni tlak, tedaj se bo vsled žareče wolframove žice razložila hafniumjodidova para in na žici se bo staložil kovinski hafnium. V to svrhu se mora razgrevati wolframova žica na temperaturo približno 1450°C . Kljub temu, da more biti tako tvorjeni hafnium zelo čist celo tako čist, da se onečistine ne morejo več ugotoviti analitičnim potom, se je vendar izkazalo, da ni posedoval lastnosti duktilitete pri navadni temperaturi. Pri tem je treba pod duktiliteto razumeti lastnost, da se more kovina vleči v obliko žice ali valjati v trak.

Da se torej dobi hafnium v duktilni obliki, se na zgoraj omenjeno jederno telo taložena in eventuelno s tega telesa odstranjena kovina skupaj z zelo čistim jodom vvede v pripravo, ki popolnoma odgovarja oni, ki je predložena na sliki. Za jederno telo se zopet lahko vzame wolframova žica zelo malega premera, ki se svrhi primerno razgreje na temperaturo preko 1750°C . Če se tedaj razgreje posoda na temperaturo med 400 in 600°C , potem se bo tvoril hafniumjodid in na wolframovi jederni žici se bo taložil hafnium. Potem ko je tako izdelana hafnium-žica odstranjena iz posode se ista lahko vleče celo pri običajni temperaturi skozi vlečno šobo na mal premer. Vidi se torej, da je tako dobljeni hafnium duktilen pri običajni temperaturi. Ako se ista hafnium-žica podvrže večkrat postopku naraščanja in vlečenja, tedaj se lahko napravi odstotje wolframa, ki se vsled prisotnosti wolframove jederne žice prvotno nahaja v hafniumu, poljubno malo.

Za izdelovanje duktilnega zirkoniuma se lahko uporablja isti postopek kakor je bil zgoraj popisano za hafnium, samo s to razliko, da se prva jederna žica razgreje na približno 1450°C in druga jederna žica svrhi primerno preko 1600°C . Najvišja temperatura, na katero se sme razgreti jederna žica, je določena bodisi po tališčni temperaturi jederne žice, ako ista obstoja iz iste kovine kot kovina, ki se ima taložiti, ali pa po tališčni temperaturi eutektikuma kovine jederne žice in kovine, ki se ima taložiti, ako obstoja jederna žica iz druge kovine kot kovina, ki se ima taložiti.

V svrhu izdelovanja duktilnega hafniuma ali zirkoniuma, se lahko izhaja tudi od kovinskega hafniuma ali zirkoniuma, ki sta bila izčistena na kakšen drugi način kot pa je bilo popisano v navedenem primeru. Tako se lahko hafnium ali zirkonium izžari n. pr. v vakuumu.

Jasno je, da je treba skrbeti za to, da je posoda, v kateri se izdeluje duktilna kovina, in da so v tej posodi se nahajajoči kovinski deli istotako prosti plinskih onečistin, vsekakor pa, da ne oddajajo istih za časa izdelovanja duktilne kovine.

Patentni zahtevi:

1. Postopek za taloženje hafniuma ali zirkoniuma ali obeh na žareče telo, označen s tem, da se to telo razgreva v atmosferi, ki vsebuje enega ali več jodidov kovine, ki se ima taložiti, in ki je prosta onečistin tako, da so taložene kovine duktilne.

2. Postopek po zahtevu 1, označen s tem, da se telo razgreva na tako temperaturo, da naraste taložena kovina kot en sam kristal v smeri, ki je navpična k površju telesa.

3. Postopek po zahtevu 1, ali 2, označen s tem, da se razgreva jederno telo v atmosferi, ki vsebuje enega ali več jodidov kovin, ki se imajo taložiti, nakar se razgreva drugo jederno telo v posodi, ki vsebuje na prvo jederno telo taložene kovine in čisti jod in vsled razgretja te posode ob enem kovinski jodid, pri čemur se zirkonium ali hafnium ali oba taložita v duktilni obliki.

4. Postopek po zahtevu 1, ali 2, označen s tem, da se izdelujejo jodidi s tem, da se izhaja od v vakuumu izžarjenega hafniuma ali zirkoniuma.



