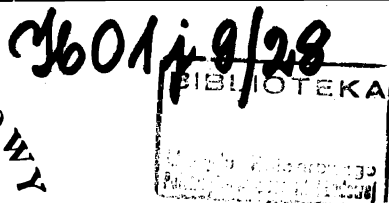


Opublikowano dnia 15 lutego 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36860

Kl. 21 g, 13/07

Tesla, národní podnik

Praga, Czechosłowacja

Bohuslav Hrzek

Praga, Czechosłowacja

Dr Werner Espe

Praga, Czechosłowacja

Sposób wtapienia metali do szkła

Udzielono patentu z mocą od dnia 11 listopada 1950 r.

Pierwszeństwo: 12 listopada 1949 r. (Czechosłowacja).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wtapienia metalu do szkła oraz środków do uszczelniania w szkłe prętów i drutów, zwłaszcza ze stopów chromowych. Stanowi on postęp w dziedzinie wtapienia metali w szkło. Znanie jest, że stopy żelaza, zawierające około 20 do 30% chromu posiadają taki sam współczynnik rozszerzalności, jak zwykłe szkło aparaturowe o podstawie glino-krzemianowej oraz, że stopy te dają się dobrze wtopić do szkła w związku z rozpuszczalnością tlenków żelaza i chromu w szkłe krzemianowym. Jednak tworzywo takie nie jest łatwe do obróbki, a zwłaszcza do wyciągania w postaci prętów i drutów oraz posiada ono skłonność do korozji międzykrystalicznej przy pewnej obróbce cieplnej, której nie można uni-

knąć przy wtapieniu do szkła. Z tych powodów tworzywo to w postaci prętów lub drutu posiada często na powierzchni swej mikroskopijne pęknięcia podłużne, których nie można usunąć nawet przez kosztowne szlifowanie powierzchniowe.

Nawet staranna kontrola mikroskopowa pociętych kawałków metali nie jest w stanie dokładnie stwierdzić obecności takich szczelin. Gęste szkło przy wtapieniu prętów lub drutów na maszynie do wtapienia nie wnika do tych subtelnych szczelin. Pozostają wobec tego mikroskopijne kanaliki między metalem wtopionym a szkłem, które są przyczyną pogarszania się próżni w gotowych, zatopionych rurach próżniowych.

Wszelkie próby rozwiązania tego problemu od strony metalograficznej zawiodły. Dlaczego w celu zmniejszenia odpadków przy produkcji rur próżniowych próbowano natychmiast po opróżnieniu pokrywać miejsca wtopienia metalu warstwą oleju węglowodorowego, który wnika w te kanały i powoduje uszczelnienie. Okazało się jednak, że tą drogą uzyskuje się tylko pozorne poprawienie szczelności. Przy ogrzaniu rury podczas pracy olej stopniowo odparowuje i przestaje uszczelniać lub psuje próżnię własną parą.

Proponowano miedziany drut, przeznaczony do wtapiania pokrywać cienką warstwą odpowiedniego tlenku, a następnie do ochrony tej warstwy przed zadrapaniem lub szkodliwym wpływem atmosfery pokrywać ją stopniowym boraksem lub ciekłym roztworem boraksu, który to roztwór po odparowaniu rozpuszczalnika pozostawia krystaliczną warstwę boraksu na wtopionym drucie, która na skutek ogrzania stapia się w gładką powierzchnię. Sposób ten zastosowany do drutu ze stopu żelazo-chromowego okazał się kłopotliwy i w wynikach swych niezadawalniający.

Do dokonania niniejszego wynalazku doprowadziło następujące rozważanie. Postanowiono użyć środka uszczelniającego niewrażliwego w wysokiej temperaturze, posiadającego prężność pary, którą, praktycznie biorąc, można całkowicie pominąć, oraz posiadającego zdolność wnikań w najdrobniejsze szczelinki i na powierzchni metalu wtopianego przed jego wtopieniem. Ponadto środek taki nie rozkłada się ani nie odparowuje, a tworzy związek jednorodny ze szkłem w czasie wtapiania. Wynalazek jest wynikiem długich i systematycznych doświadczeń i polega na sposobie szczelnego wtapiania do szkła prętów posiadających na powierzchni drobne pęknięcia, zwłaszcza prętów ze stopów żelaza z chromem, wyróżniającym się tym, że stapiany pręt ogrzewa się przed wtopieniem w ściśłym kontakcie ze środkiem uszczelniającym, stanowiącym płynny w temperaturze pokojowej roztwór składnika szkła, rozpuszczającego na gorąco tlenki metali, przy czym roztwór ten posiada nieznaczne napięcie powierzchniowe lub też stanowi go wodny roztwór zmieszany z tlenkami metali działającymi jako środek wypełniający, którym najkorzystniej jest jeden lub kilka tlenków wtapianego metalu lub wtapianego stopu.

Roztwór uszczelniający może stanowić np. roztwór czteroboranu sodowego ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) w alkoholowym roztworze octanu sodowego ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$), lub roztwór wodny czteroboranu

sodowego zmieszany z tlenkami chromu i żelaza lub mieszaniną tych tlenków.

Sposób zastosowania środka uszczelniającego jest prosty. Jest on podany w dalszym ciągu na przykładzie szczególnie ważnym pod względem gospodarczym, którego szczegóły również wchodzi w zakres wynalazku, jakkolwiek i inne możliwości stosowania wynalazku prowadzą również do celu. Odpowiednio przycięte pręty do zatapiania, których końce ponadtapiano palnikiem spawalniczym, aby zamknąć w nich kanałiki wewnętrzne, czyści się w bębnie oraz wprowadza do naczynia z tworzywa stanowiącego izolator, w którym wytrząsa się je, np. z zawieszoną tlenku chromu w roztworze czteroboranu sodowego, ewentualnie podgrzanym. Następnie w tymże naczyniu przedmioty te pozostające w zetknięciu z zawieszoną ogrzewa się za pomocą prądu elektrycznego o wielkiej częstotliwości do czerwoności. Wówczas tworzy się na nich mocno przylegająca warstewka tlenku chromu i czteroboranu sodowego. Warstwę tę usuwa się przez piaskowanie z tych części prętów, które mają z rur próżniowych wystawać i służyć jako styki w cokołe rury. Dokonywa się tego w celu zapobieżenia przyklejaniu się drutów w uchwytach maszyny do wtapiania, jak również dlatego, aby uczynić zbędnym czyszczenie po wtopieniu i piaskowanie gotowych wyrobów, co mogłoby narazić szkło lub cokół na uszkodzenie. Tak przygotowane druty do wtapiania mogą być wtapiane do szklanych podstawek talerzowych, np. przy użyciu normalnego urządzenia do wtapiania. Można również drut lub pręty pokrywać środkiem uszczelniającym przed ich pocięciem, a następnie przeprowadzać w sposób ciągły przez piec rurowy w celu wygrzania. W ten sposób przygotowany drut do wtapiania tną się na odpowiednie odcinki i końce ich, które mają służyć za styki, oczyszcza się od warstwy środka uszczelniającego.

Okazało się, że przy użyciu drutu, który wykazywał pod mikroskopem pęknięcia i dawał 100% rur nietrzymających próżni, a więc odpadków produkcyjnych, po traktowaniu go przed wtapianiem w sposób według wynalazku, ilość odpadków produkcyjnych wyniosła tylko 1%. Świadczy to najlepiej o skuteczności środka uszczelniającego według wynalazku.

Jakkolwiek sama zasada takiego uszczelniania nie została jeszcze szczegółowo wyjaśniona naukowo, to jednak na podstawie dotychczasowych doświadczeń można ją przedstawić w sposób następujący.

Roztwór np. czteroboranu sodowego wnika we wszelkie pory i szczeliny, zwłaszcza dlatego, że

lepkość jego przy impregnowaniu prętów na gorąco jest bardzo niewielka. Ponieważ druty są zanurzone w roztworze impregnującym w czasie ogrzewania prądem o wielkiej częstotliwości, przeto stykanie się powierzchni z roztworem oraz dalszy dopływ roztworu aż do wypełnienia wszelkich szczelin jest zapewniony.

Tlenek stały, np. tlenek chromu zawieszony w roztworze w charakterze pigmentu, wpływa na to, że roztwór nie może gromadzić się na powierzchni drutu w postaci pojedynczych kropeł, jak to ma miejsce z samym roztworem wskutek napięcia powierzchniowego. Po wyparowaniu rozpuszczalnika roztworu tlenek przylega do powierzchni drutu przyklejony czteroboranem, zaś przy ogrzewaniu do wyższej temperatury częściowo już przy ogrzewaniu prądem, a częściowo podczas wtapiania w temperaturze około 880°C tworzy on zielonawe szkło boranowe.

Tak utworzona warstewka szkła nie tylko spełnia rolę środka uszczelniającego i wypełniającego niebezpieczne rysy na powierzchni metalu wtapianego, lecz równocześnie stanowi pewnego rodzaju lut szklany, czyli warstwę będącą naturalnym przejściem między powierzchnią wtopionego drutu a właściwym szkłem podstawki, do której drut wtopiono. Przy tym wstępne utlenianie powierzchni metalu staje się zbędne, ponieważ tlenki użyte w charakterze pigmentu, są tymi samymi tlenkami które by powstały na powierzchni drutu przez utlenianie; więc np. przy użyciu drutu ze stopu żelazo - chromowego używa się jako pigmentów tlenków obu tych pierwiastków o odpowiednim stopniu utleniania.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób szczelnego wtapiania do szkła prętów, posiadających na powierzchni drobne pęknięcia, zwłaszcza prętów ze stopów żelazo - chromowych, znamieny tym, że wtapiany pręt

ogrzewa się przed wtopieniem w ścisłym kontakcie ze środkiem uszczelniającym, stanowiącym ciekły w temperaturze pokojowej roztwór składnika szkła, rozpuszczającego na gorąco tlenki metali, przy czym roztwór ten posiada nieznaczne napięcie powierzchniowe lub też stanowi go wodny roztwór zmieszany z tlenkami metali, działającymi jako środek wypełniający.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako środek uszczelniający stosuje się roztwór czteroboranu sodowego w alkoholowym roztworze octanu sodowego.
3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako środek uszczelniający stosuje się ograniczoną mieszaninę wodnego roztworu czteroboranu sodowego z jednym lub większą ilością tlenków metali.
4. Sposób według zastrz. 3, znamieny tym, że jako tlenek metalu stosuje się tlenek jednego ze składników lub tlenki większej ilości składników wtapianego stopu metalicznego.
5. Sposób według zastrz. 1—4, znamieny tym, że do ogrzewania stosuje się prąd elektryczny o wielkiej częstotliwości, ogrzewanie zaś uskutecznia się wewnątrz zbiornika wykonanego z materiału izolacyjnego cieplnie i wypełnionego roztworem uszczelniającym.
6. Sposób według zastrz. 1—5, znamieny tym, że nasycanie materiałem izolacyjnym przeprowadza się po przycięciu i oczyszczeniu piaskiem prętów metalowych.
7. Sposób według zastrz. 1—6, znamieny tym, że środek uszczelniający przed zatopieniem usuwa się, najkorzystniej mechanicznie, np. za pomocą dmuchawy piaskowej, na stronie stanowiącej następnie styk zewnętrzny.

Tesla, národní podnik

Bohuslav Hrzek

Dr Werner Espe

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych