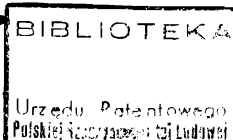


URZĄD PATENTOWY



C 226, 57/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 3569.

Polska Żarówka Osram Spółka Akcyjna
(Warszawa, Polska).

Kl. 40 a ⁴⁸

57/00

Sposób wyrobu drutu z wolframu ciągłego w stanie zimnym.

Zgłoszono 4 sierpnia 1923 r.

Udzielono 27 listopada 1925 r.

Pierwszeństwo: 17 sierpnia 1922 r. (Niemcy).

Druty z tak trudnotopliwych metali, jak wolfram, wyrabia się dotąd w ten sposób, że pręt z prasowanego proszku wolframowego ogrzewa się do wysokiej temperatury, aby się spiekł w jedną całość o strukturze z mniej lub więcej gęsto zbitych kryształów. Pręt taki kuje się lub wyciąga znany sposóbem przy wysokiej temperaturze, przyczem materiał kruchy, o strukturze pręta drobnokrystalicznej, zmienia się stopniowo na materiał ciągły o strukturze włóknistej, dający się giąć i wciągać na zimno.

Wielkość ziarn drobnokrystalicznego pręta nie zawsze da się przytem dokładnie zachować, tak że w praktyce pręty różnych serji mają często ziarna rozmaitej wielkości, co ma znowu wpływ na obrabialność i jeżeli nawet późniejsza obróbka mechaniczna jest zupełnie jednostajna, druty wy-

robione z takich prętów nie są zupełnie jednakowe.

W myśl wynalazku początkowo wyrabia się pręty składające się z jednego tylko lub kilku kryształów wolframu, przyczem pręty te obrabia się mechanicznie tak długo, aż zmieniają one swój stan kruchości i stają się ciągłe oraz giętkie na zimno. Końcowym produktem jest również drut o strukturze włóknistej, lecz druty wyrabiane w ten sposób są zupełnie jednolite, gdyż makrokryształy z których składa się materiał pręta, mają stale te same własności i nie podlegają przypadkowym zmianom.

Do wyrobu prętów z jednego lub kilku wielkich kryształów wolframu można użyć prętów prasowanych z proszku wolframowego, mających średnicę 2 mm lub więcej, najlepiej jednak 7—10 mm. Pręty pod-

daje się, jak zwykle spiekaniu, naprzód wstępnemu — a potem ostatecznemu, poczem wyzarza się je w temperaturze bliskiej do punktu topliwości i w atmosferze obojętnej lub redukcyjnej dotąd, dopóki prasowany pręt uzyska strukturę o zawartości makrokryształów. Czas trwania żarzenia, po okresie spiekania, dobiera się i kontroluje, aż do czasu zanikania granic mikroskopijnych kryształów, wskutek ich przemiany na makrokryształy. Makrokryształy poznaje się po tem, że po słabem wytrawieniu wykazują one duże powierzchnie odbijające światło, zamiast wielu małych powierzchni odbijających światło rozmaicie, prócz tego makrokryształy łupią się w naturalnych płaszczyznach łupliwości, a po silnem wytrawieniu stają się kanciaste, nawet jeśli przedtem były okrągłe.

Przemiana kryształów wskutek dostatecznie długiego i wysokiego ogrzania, odbywa się najczęściej w ten sposób, że mikroskopijne kryształki prasowanego ciała wzrastają naprzód stopniowo i prawie jednostajnie, aż po pewnym czasie, co może trwać wiele godzin, powstaje w jednym miejscu makrokryształ, znacznie większy od wszystkich innych. Kryształ ten w stosunkowo krótkim czasie, np. w przeciągu kilku minut, pochłania sąsiadujące z nim kryształy i może przytem wzrastać tak szybko, że całe ciało składa się wkońcu z tego jednego kryształu. Może się także zdarzyć, że zanim kryształ rozprzestrzeni się na całe ciało, w kilku innych miejscach powstaną również takie zarodki kryształów, które potem równocześnie wzrastają, aż się zetkną ze swoimi równocześnie sąsiadami, z którymi jednak nie zlewają się. Całe ciało składa się wtedy z tylu kryształów ile ich zarodków powstało w czasie obróbki i potem, np. przez przecinanie, można otrzymać kilka części, z których każda zawiera tylko jeden makrokryształ. Okres przed rozpoczęciem się krystalizacji jest tem krótszy, im wyższą obierze się tem-

peraturę. Ilość kryształów powstających w przedmiotach wyrobionych z tej samej serii surowego metalu jest prawie taka sama, o ile warunki obróbki są takie same.

Stwierdzono, że proces ten najlepiej przeprowadzać w redukującej atmosferze i, że wtedy można wpływać na ilość powstających kryształów zapomocą pewnej, niewielkiej zawartości wilgoci w gazie. W tym celu najlepiej jest przeprowadzać wodór przez kwas siarkowy o określonym stężeniu. Jeżeli np. bloki pierwszej serii wolframu wykażą, przy użyciu najdokładniej osuszonego wodoru, 8—10 kryształów, to przeprowadzanie wodoru przez 50% -wy kwas siarkowy zmniejsza ilość kryształów do 3—5, a jeżeli wilgotność wodoru wzrośnie jeszcze bardziej — powstanie jeden tylko kryształ. Zbyt wielka wilgotność hamuje zjawisko całkowicie.

Zamiast nasycania wodoru wilgocią, można też zastosować określony dodatek tlenu lub innego gazu wydzielającego tlen.

Wyrób pojedynczych makrokryształów wolframu jest następujący. Krystaliczny para-wolframian amonowy przechodzi, przy ogrzewaniu do czerwonego żaru, na kwas wolframowy, który w porcelanowo rurkowym piecu redukuje się wodorem przy 1000°C na proszek wolframowy i z tego proszku wytłacza się w kształcie bloczków. Bloczki te wyzarza się przez pół godziny przy temperaturze 1300°, aby im nadać większą spoiistość, potrzebną dla dalszej przeróbki. Tak spieczony wstępnie bloczek ogrzewa się w prądzie zupełnie osuszonego wodoru do temperatury bliskiej punktu topliwości, zapomocą prądu zmiennego o małym napięciu, a wielkim natężeniu. Temperaturę tę podtrzymuje się około pół godziny, aby spiekanie się cząstek było dostosowane. Po ostygnięciu stwierdza się przez wytrawienie, czy nastąpiła pożądana krystalizacja. To wyzarzanie i próbne wytrawianie powtarza się tak długo, dopóki nie nastąpi całkowite

uksztaltowanie się jednego lub kilku makrokryształów. Jeżeli bloczek zawiera tylko jeden kryształ, to inne bloczki z tej samej serii wyżarza się tak samo długo i w wodorze o tej samej zawartości wilgoci. Jeżeli natomiast bloczek składa się np. z 10 cm makrokryształów, to następny bloczek ogrzewa się tak samo, lecz wodór przeprowadza się przez płóczkę z 50%-ym kwasem siarkowym. Jeżeli wtedy uzyska się bloczek jednokryształowy praca wtedy odbywa się dalej w ten sam sposób, w przeciwnym wypadku, zmienia się koncentrację kwasu siarkowego tak długo, aż się ten cel osiągnie.

• Mechaniczna obróbka, łącząca się z wytwarzaniem makrokryształicznej struktury, może być zastosowana do bloczków jednokryształowych i do bloczków, składających się z niewielu wielkich kryształów. Pręt wolframowy składający się z jednego lub kilku makrokryształów można też wytworzyć w danym razie np. przez narastanie podczas żarzenia w sferze gazu.

Obróbkę mechaniczną pręta wolframowego, składającego się z jednego lub kilku makrokryształów i nie będącego tak kruchym jak wolfram krystaliczny, lecz dającego się w pewnym stopniu odkształcać, wykonywa się przy ogrzaniu, przy czym pręt taki traci swą plastyczność, gdy zmniejszenie średnicy wynosi 10—20%. Można to rozpoznać np. w ten sposób, że równoległo-boczny kawałek nie daje się tak jak przedtem zgnieść powolnym naciskiem, lecz rozpryskuje się. Bloczek, wzgl. pręt, jest zatem stwardniały i kruchy. Metalograficzne badanie wykazuje, że kryształ, wzgl. makrokryształy, doznały pewnych przesunięć, bo pewne części kryształów przesunęły się względem siebie. W dalszym ciągu mechanicznej obróbki (kucie, prasowanie, walcowanie, wyciąganie i t. p.) wytwarza się stopniowo struktura włóknista, o ile obróbkę tę doprowadza się dość daleko, co jest przyczyną rozciągłości materiału tak samo jak w drutach, które wy-

rabia się znanym sposobem z drobnokryształicznych prętów. Od mechanicznej obróbki, np. od wielkości stopnia obróbki, temperatury, a przede wszystkim od początkowego przekroju, zależy jak szybko makrokryształy, wskutek doznanych przesunięć wewnętrznych, uzyskają strukturę włóknistą i czy przejściowy okres kruchości zaznaczy się mniej lub więcej wyraźnie.

Druły wykazujące przemianę makrokryształów na strukturę włóknistą odznaczają się dobrą i równomierną ciągliwością, przez co nadają się szczególnie do wyrobu drucików żarzących w elektrycznych żarówkach.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wyrobu drutu z wolframu ciągliwego w stanie zimnym, znamieny tem, że początkowo wyrabia się pręt wolframowy, składający się z jednego lub niewielu wielkich kryształów wolframu, następnie pręt ten obrabia się mechanicznie i w okresie tej obróbki struktura krystaliczna charakteryzująca kruchość przechodzi w strukturę włóknistą, która nadaje drutowi giętkość i ciągliwość w stanie zimnym.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że bloczek wyrobiony z proszku wolframowego i przeprowadzony, zapomocą spiekania w wysokiej temperaturze, w stanie drobnokryształiczny utrzymuje się w temperaturze bliskiej punktu topliwości wolframu tak długo, aż nastąpi przemiana drobnych kryształów na jeden lub kilka makrokryształów, poczem bloczek ten poddaje się obróbce mechanicznej.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że ogrzewanie skutecznia się w atmosferze redukcyjnie działającego gazu, który zasila się małą domieszką tlenu lub gazu zawierającego tlen, np. pary wodnej.

Polska Żarówka Osram
Spółka Akcyjna.
Zastępca: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.