



Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 40d, 1/00

Zgłoszono: 25.III.1969 (P 132 559)

Pierwszeństwo:

MKP C22f 1/00

Opublikowano: 20.VII.1972

UKD

Twórca wynalazku: Antoni Grohman

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych), Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania kryształów nitkowych z litych metali lub stopów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kryształów nitkowych z litych metali lub stopów.

Dotychczasowe sposoby otrzymywania kryształów nitkowych metali z fazy stałej przy zastosowaniu ciśnienia nie pozwalały na ich otrzymywanie z jednoczesnym zapewnieniem kontrolowanej czystości chemicznej. Według najczęściej stosowanego sposobu wykorzystuje się prostokątne płytki stalowe, pokryte elektrolitycznie warstwą metalu grubości rzędu μm . Wywierając ciśnienie prostopadłe do powierzchni pokrytych elektrolitycznie płytek, wzrost kryształów nitkowych przyspiesza się znacznie.

W znanych sposobach wzrostu kryształów nitkowych z fazy stałej przy zastosowaniu ciśnienia, materiałem wyjściowym jest warstwa metalu nanoszona elektrolitycznie lub w podwyższonej temperaturze. Stosuje się również układy dyspersyjne miękkiego metalu, jak cyna lub ind, w twardszej matrycy, którą dobiera się tak, aby przy stopieniu lub podwyższonej temperaturze wzajemna rozpuszczalność materiału matrycy oraz wypełniacza cynowego lub indowego była możliwie mała. W dotychczas stosowanych sposobach metal wyjściowy dla wzrostu kryształów nitkowych jest wstępnie poddawany takim procesom fizykochemicznym jak elektroliza, obróbka cieplna, stapianie itp., w czasie których ulega on zanieczyszczeniu, trudnemu do ilościowego kontrolowania.

Celem wynalazku jest sposób otrzymywania kryształów nitkowych wychodząc z litych metali o założonej czystości chemicznej, a więc zarówno z metali o najwyższej czystości, jak i ze stopów o znanym składzie.

2

Cel ten został osiągnięty przez przeciskanie pod ciśnieniem litego metalu jak cyna, ind czy ołów o najwyższej czystości lub uprzednio przygotowanego stopu, przez otwór lub większą ilość otworów o średnicy rzędu $1\ \mu\text{m}$ w materiale o znacznie wyższej twardości niż metal przeciskany, takim np. jak stal „srebrzanka”. Proces przeciskania prowadzi się w temperaturze pokojowej, w której wzajemna dyfuzja praktycznie nie zachodzi.

Wytwarzanie kryształów nitkowych z metali o najwyższej czystości chemicznej oraz stopów o znanym składzie posiada bardzo duże znaczenie dla badań podstawowych własności metali w niskich temperaturach oraz dla miniaturyzacji urządzeń nadprzewodnikowych jak kiony, bolometry itp.

Według jednego ze sposobów wykonania wynalazku proces prowadzi się za pomocą prasy oraz filtru przedstawionych na rysunku, przy fig. 1 przedstawia ogólny widok urządzenia zaś fig. 2 przedstawia urządzenie w przekroju A—A.

Rolę prasy spełnia stalowy pierścień 1, będący np. zewnętrzną częścią łożyska kulkowego, który może być sprężyste odkształcany, oraz dwa cylindryczne wsporniki 2 wraz z gwintowaną nasadką 3 zakończoną półsferą 6 o średnicy równej średnicy kulki łożyska. Pokręcenie do oporu gwintowanej nasadki 3 w czasie sprężystego spłaszczenia pierścienia umożliwia, po zwolnieniu nacisku, długotrwałe zachowanie odkształcenia i stały nacisk na filtr.

Przedstawiony na rysunku model prasy stanowi ulepszony wariant znanego dotychczas urządzenia. Rolę filtru

spełniają zgodnie z wynalazkiem dokładnie odpolerowane czołowe powierzchnie stalowych cylindrów 4, zamocowanych na stalowym bolcu 5, mającym za zadanie stabilizowanie ich wzajemnego położenia.

Dzięki nadaniu dociskaniem powierzchniom odpowiedniej gładkości oraz kształtu, np. w formie pierścienia o średnicy około 10 mm i szerokości rzędu 0,1 mm, po umieszczeniu między nimi kawałka litego metalu i zastosowaniu ciśnienia, możliwe jest wypłynięcie nadmiaru metalu i zachowanie jedynie jego resztek w mikroszczelinach, będących pozostałościami procesu polerowania. Przy zwiększeniu nacisku, skierowanego prostopadłe do dociskanych powierzchni, obserwuje się na odpolerowanych krawędziach bocznych cylindrów trzy stadia procesu wyciskania kryształów nitkowych. Pierwsze z nich ma miejsce wtedy, kiedy obydwie dociskane powierzchnie filtru nie mają jeszcze punktów styczności, wówczas nadmiar metalu wypływa w postaci cienkiej folii, o charakterystycznie prążkowanej powierzchni.

W drugim stadium znaczna część obydwu powierzchni styka się już bezpośrednio z sobą a nadmiar metalu wypływa w postaci nieregularnych wstążek i nielicznych nitek. W trzecim stadium obydwie powierzchnie stykają się całymi czołowymi płaszczyznami, między którymi pozostają jedynie mikroszczeliny o średnicach odpowiadających w przybliżeniu średnicom użytego do polerowania proszku szlifierskiego, przez które to mikroszczeliny wypływają kryształy nitkowe oraz nieliczne nieregularne wstążki.

Cylindryczny kształt filtru ułatwia przeprowadzenie procesu docierania, szlifowania i polerowania jego roboczych powierzchni. Przy przeciskaniu metali o większej twardości celowe jest uprzednie zahartowanie pierścieni filtru. Zamiast stali można również użyć innych materiałów.

Za pomocą opisanego urządzenia przeprowadzono szereg prób stosowania sposobu według wynalazku mianowicie z indem, cyną i ołowiem oraz stopami, które wykazały, że wbrew istniejącym poglądom dostatecznym warunkiem wzrostu kryształów nitkowych jest przeciskanie metalu przez regularne otwory o dostatecznie małej

średnicy. Maksymalne długości otrzymywanych kryształów nitkowych wynosiły około 5 mm, co wymagało czasu od kilku minut do kilku dni. Pierwsze kryształy nitkowe pojawiają się po wywarciu dostatecznego ciśnienia w ciągu kilku minut.

Dotychczasowe próby hodowania kryształów nitkowych z folii metalowych o grubości powyżej 6 μm oraz płytek stalowych pokrytych elektrolitycznie zbyt grubą, tzn. powyżej 5 μm , lub zbyt cienką, tzn. poniżej 1 μm , warstwy metalu w urządzeniu znanym z Acta Met. 2,368 (1954), nie dały pozytywnych wyników. Jest to obecnie zrozumiałe z punktu widzenia sposobu według wynalazku. W dotychczasowych próbach stosowano zbyt duże powierzchnie docisku o niekorzystnej formie geometrycznej a także o niekontrolowanym stanie powierzchni. Powodowało to deformację plastyczną lub pękanie płytek ściskających, zanim udało się usunąć nadmiar metalu i osiągnąć mikroszczeliny o dostatecznie małej średnicy. Sądzone, że baza wzrostu kryształów nitkowych nie jest określona a warunkowana jedynie przypadkową korzystną konfiguracją dyslokacji.

Ze sposobu według wynalazku wynika, że korzystne warunki dyslokacyjne dla wzrostu kryształów nitkowych pojawiają się tam, gdzie istnieje dostatecznie mały i regularny otwór w filarze.

Wynalazek został praktycznie zbadany i wypróbowany w odniesieniu do cyny, indu i ołowiu oraz ich stopów, jednakże do otrzymywania kryształów nitkowych mogą być użyte inne metale i stopy. Dlatego też rodzaj materiału wyjściowego nie ogranicza zakresu wynalazku.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kryształów nitkowych z litych metali lub stopów za pomocą ciśnienia, **znamienny tym**, że metale lub stopy przeciska się przez otwór lub większą liczbę otworów o średnicy rzędu 1 μm wykonanych w materiale, zwłaszcza metalu, o wyższej twardości od tej, którą wykazuje przeciskany metal.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że przeciskanie prowadzi się w temperaturze pokojowej.

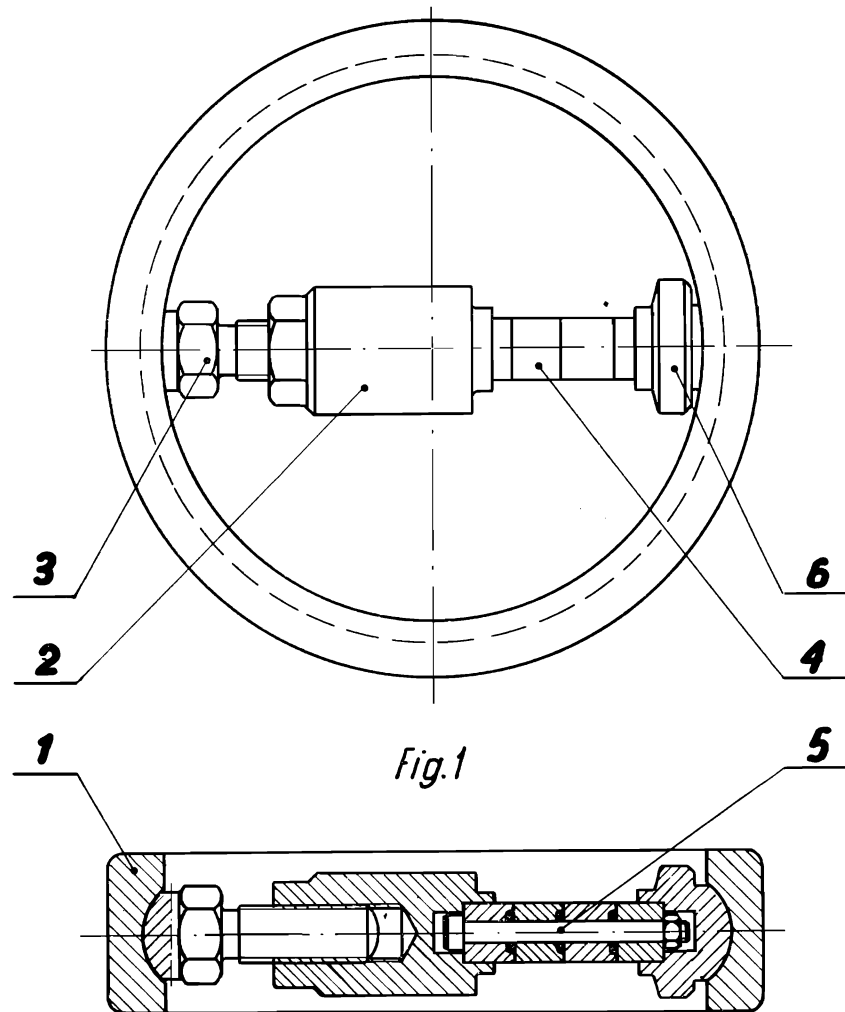


Fig. 2