

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL** (11) **234418**
(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **419248**

(22) Data zgłoszenia: **26.10.2016**

(51) Int. Cl.
C22C 13/00 (2006.01)
C22C 1/02 (2006.01)

(54) **Sposób otrzymywania materiałów odniesienia dla bezołowiowych stopów lutowniczych cynowo-indowych**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
10.04.2017 BUP 08/17

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
28.02.2020 WUP 02/20

(73) Uprawniony z patentu:

**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT
METALI NIEŻELAZNYCH, Gliwice, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

ANDRZEJ CYBULSKI, Wolbrom, PL
TADEUSZ GOREWODA, Gliwice, PL
JACEK ANYSZKIEWICZ, Gliwice, PL
JUSTYNA KOSTRZEWA, Gliwice, PL
KATARZYNA BILEWSKA, Gliwice, PL
**MAGDALENA EWELINA GRZEGORCZYK,
Zabrze, PL**
SZYMON MALARA, Gliwice, PL
**MAGDALENA KATARZYNA KNAPIK,
Gliwice, PL**
**JOANNA GOŁĘBIEWSKA-KURZAWSKA,
Orzesze, PL**

PL 234418 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania materiałów odniesienia dla bezołowiowych stopów lutowniczych cynowo-indowych.

Znany jest z opisu patentu PL195528 wysokowytrzymały, wysoce odporny na zmęczenie i wysoce zwilżający bezołowiowy stop lutowniczy, zawierający efektywne ilości cyny, miedzi, srebra, bizmutu, indu i antymonu, oraz posiadający temperaturę topnienia pomiędzy 175 a 215°C. Charakteryzuje się on tym, że zawiera wagowo od 76% do 96% Sn, od 0,2 do 2,5% Cu, od 2,5% do 4,5% Ag, 0–12% In, od 0,5% do 5,0% Bi oraz 0,2% do 2% Sb. Znany jest z opisu patentu PL201507 stop lutowniczy zasadniczo bezołowiowy o podwyższonych własnościach, zawierający od 88,5% do 93,5% wagowych cyny, od 3,5% do 4,5% wagowych srebra, od 2,0% do 6,0% wagowych indu oraz od 0,3% do 1,0% wagowego miedzi. Stop ten może zawierać również do 0,5% wagowego antyutleniacza lub dodatku przeciw korozji. Znany ze zgłoszenia P.334729 bezołowiowy stop cyny dla połączeń lutowanych zawiera do 0,25% wagowych indu i dodatek dla rozdrobnienia ziarna, którym jest stop zawierający wagowo od 2,5 do 10% aluminium, od 1 do 5% magnezu i dopełniający cynk. Znany jest z opisu patentu PL216987 bezołowiowy, modyfikowany lut cynowo-cynkowy do lutowania miękkiego, charakteryzujący się tym, że zawiera wagowo 88,80–93,99% cyny, 6–11% cynku oraz 0,01–0,2% litu. Znany jest także ze zgłoszenia P.410962 sposób otrzymywania materiałów odniesienia dla stopów lutowniczych cynowo-cynkowych o zawartości czystego Zn w zakresie 10–30%, polegający na wtapieniu do stopu dodatkowych pierwiastków, który charakteryzuje się tym, że pod przykryciem węgla aktywnego w pionowym piecu sylitowym, w tyglu grafitowym nagrzewa się do temperatury 1150°C cynę oraz zanieczyszczenia w postaci Fe i Cu wytrzymując w tej temperaturze 15–40 minut, następnie po zebraniu z powierzchni ciekłego metalu węgla aktywnego stop schładza się do temperatury 660°C, dodaje na powierzchnię ciekłego metalu Al i Sb, korzystnie As, w ilości od 0,1–0,001% masy stopu, i miesza mieszadłem obrotowym w czasie 1–5 minut, kolejno zaś wtapia się w temperaturze 480°C Zn i zanieczyszczenia w postaci Cd i/lub Bi i/lub Pb i miesza mieszadłem obrotowym w czasie 1–5 minut, i tak wytworzony stop chłodzi się do temperatury odlewania 350°C, miesza mieszadłem obrotowym w czasie 1–5 minut i odlewa do kokili stalowej o średnicy 40 mm i wysokości 300 mm, poddaje ochłodzeniu aż do uzyskania stanu stałego i procesowi cięcia na krążki o wysokości 30 mm. Tak wykonany materiał odniesienia, nazywany wzorcem analitycznym, powinien cechować się jednorodnością składu chemicznego w całej jego objętości, i nie powinien posiadać wad materiałowych w postaci rys, pęknięć itp. Odlany materiał odniesienia powinien posiadać mikrostrukturę drobnoziarnistą, którą można uzyskać poprzez jak najszybsze schłodzenie odlewanej stopu.

Celem rozwiązania jest wytworzenie materiału odniesienia dla stopów lutowniczych cynowo-indowych, służącego do kalibracji urządzeń spektralnych wykonujących analizę chemiczną stopów Sn-In o różnym stosunku procentowym Sn/In. Istotą wynalazku jest sposób otrzymania materiałów odniesienia dla bezołowiowych stopów lutowniczych cynowo-indowych.

Istotą wynalazku jest sposób otrzymywania materiałów odniesienia dla bezołowiowych stopów lutowniczych cynowo-indowych przy użyciu zaprawy cynowej, charakteryzujący się tym, że zaprawę otrzymaną poprzez stopienie czystej cyny, lub zaprawy SnIn, oraz Cu, Fe, Ni w piecu sylitowym w temp. 1200–1400°C, pod przykryciem węgla aktywnego w czasie od 1 do 2 godzin, w postaci stopu zawierającego Sn, Cu, Fe i Ni, korzystnie In, nagrzewa się w tyglu grafitowym do temperatury maks. 660°C i miesza przez 5 minut mieszadłem obrotowym, po czym wtapia się Sb, As, Ag, Au i Al w ilości 0,001–0,5% każdego pierwiastka, a następnie miesza się przez 10 minut, chłodzi do temp. 450°C jednocześnie wtapiając pozostałe zanieczyszczenia w postaci Zn, Bi, Cd i Pb oraz In w ilości: 0,001–0,5% Zn, 0,001–0,5% Bi, 0,001–0,5% Cd, 0,001–0,6% Pb, 5,0–54% In, po czym miesza się przez 10 minut, chłodzi do temperatury odlewania poniżej 245°C, miesza przez czas do 10 minut, po czym odlewa do kokili żeliwnej o temperaturze z zakresu 1–5°C.

Bazą do wytworzenia pożądanego materiału odniesienia może być czysta cyna lub zaprawa SnIn znaczenie różniące się składem chemicznym od docelowego składu podanego w normie PN-EN ISO 9453. Przykładowy skład zaprawy SnIn zamieszczono w poniższej tabeli 1. Zarówno główne składniki stopowe, jak również dodatki stopowe użyte do wytworzenia materiału odniesienia, można stosować w postaci czystych metali.

T a b e l a 1. Średni skład zaprawy SnIn52

Średni skład zaprawy Sn-In [%]						
Sb	As	Bi	Sn	Zn	Al	In
0,006	0,005	0,012	52,2	0,0005	0,0005	48,05
Cd	Cu	Ni	Pb	Ag	Au	Fe
0,0001	0,016	0,0026	0,025	0,0008	<0,001	0,0024

Po obliczeniu i naważeniu dodatków stopowych oraz stopieniu zaprawę odlewa się na stanowisku odlewniczym, wyposażonym w pionowy piec sylitowy z mieszadłem obrotowym oraz kokilą żeliwną, przy czym zaprawę topi się w tyglu grafitowym.

P r z y k ł a d

Proces technologiczny wytwarzania materiału odniesienia obejmował:

- przygotowanie stopu (zaprawy) z czystej cyny i składników trudnotopliwych: Fe, Cu, Ni,
- wtopienie zanieczyszczeń: Sb, As, Ag, Au, Al w temperaturze 600°C,
- wtopienie zanieczyszczeń: Zn, Bi, Cd, Pb, In w temperaturze 450°C,
- schłodzenie do temperatury odlewania 200°C.

Stop wstępny (zaprawę) wykonano z czystych metali w ilości 522 g Sn, 0,176 g Ni, 0,274 g Fe, 0,6 g Cu, stopionych w piecu sylitowym w tyglu grafitowym pod przykryciem węgla aktywnego, w temperaturze 1300°C. Kąpiel stopową wytrzymało w zadanej temperaturze przez 1 godzinę, przy czym jej powierzchnię przysypano warstwą węgla drzewnego w celu zapobiegnięcia utlenieniu ciekłego metalu. Tak przygotowaną zaprawę, składającą się z cyny oraz składników trudnotopliwych, zastosowano jako bazę do przygotowania pożądanego składu chemicznego stopu przeznaczonego na materiał odniesienia. Właściwy wytop prowadzono w pionowym piecu sylitowym wyposażonym w mieszadło obrotowe. Stop wstępny w ilości 523,05 g nagrzano w tyglu grafitowym do temperatury 600°C i mieszano przy użyciu mieszadła obrotowego przez 5 minut. Następnie na powierzchnię kąpeli stopowej dodano: 1,143 g Sb, 0,385 g As, 0,61 g Au, 1,1484 g Ag oraz 0,0153 g Al i mieszano przez 10 minut. Kolejnym etapem było schłodzenie kąpeli do temperatury 450°C, w której dodano: 0,82 g Pb, 1,146 g Bi, 0,0263 g Cd, 0,0166 g Zn oraz 560,5 g In i mieszano przez kolejne 10 minut. Ostatnim etapem było schłodzenie kąpeli stopowej do temperatury odlewania, która wynosiła 200°C. Przed samym odlewaniem kąpiel mieszano przez 5 minut po czym odlano do kokili żeliwnej o średnicy 40 mm i wysokości 400 mm, której temperatura wynosiła 5°C. Odlany wlew poddano analizie jednorodności składu chemicznego.

Tak otrzymany materiał odniesienia dla stopu lutowniczego cynowo-indowego zawierał ok. 48% Sn, resztę stanowił ind i zanieczyszczenia.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób otrzymywania materiałów odniesienia dla bezołowiowych stopów lutowniczych cynowo-indowych przy użyciu zaprawy cynowej, **znamienny tym**, że zaprawę otrzymaną poprzez stopienie czystej cyny, lub zaprawy SnIn, oraz Cu, Fe, Ni w piecu sylitowym w temp. 1200–1400°C, pod przykryciem węgla aktywnego w czasie od 1 do 2 godzin, w postaci stopu zawierającego Sn, Cu, Fe i Ni, korzystnie In, nagrzewa się w tyglu grafitowym do temperatury maks. 660°C i miesza przez 5 minut mieszadłem obrotowym, po czym wtapia się Sb, As, Ag, Au i Al w ilości 0,001–0,5% każdego pierwiastka, a następnie miesza się przez 10 minut, chłodzi do temp. 450°C jednocześnie wtapiając pozostałe zanieczyszczenia w postaci Zn, Bi, Cd i Pb oraz In w ilości: 0,001–0,5% Zn, 0,001–0,5% Bi, 0,001–0,5% Cd, 0,001–0,5% Pb i 5,0–54% In, po czym miesza się przez 10 minut, chłodzi do temperatury odlewania poniżej 245°C, miesza przez czas do 10 minut, po czym odlewa do kokili żeliwnej o temperaturze z zakresu 1–5°C.