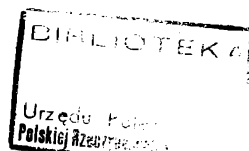


14 marca 1927 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

C226 61/00

Nr 5198.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken
(Eindhoven, Niderlandy).

Kl. 12 m 9.

40a 61/00

Sposób osadzania hafnu i cyrkonu na cieple rozżarzonem.

Zgłoszono 26 września 1925 r.

Udzielono 16 czerwca 1926 r.

Pierwszeństwo: 21 lipca 1925 r. (Niderlandy).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu osadzania hafnu i cyrkonu na rozżarzonem cieple.

Nowy ten sposób osadzania jednego lub obu wskazanych metali na żarzącem się cieple polega na tem, że ciało ogrzewa się w atmosferze, zawierającej jeden lub kilka jodków osadzanych metali, i jest o tyle wolne od zanieczyszczeń, że osadzone metale wykazują rozciągliwość. Znaleziono już dawniej, że hafn i cyrkon można osadzać na rozżarzonem cieple w ten mianowicie sposób, że ciało to rozgrzewa się w atmosferze, zawierającej jeden lub kilka jodków osadzanych metali. Okazało się jednak, że uzyskiwane tą drogą hafn lub cyrkon można wprowadzić uważać praktycznie za czyste, otrzymane metale nie są jednako-

woż rozciągliwymi. Dopiero gdy jodki hafnu lub cyrkonu, albo też materiały, z których jodki te powstają, zastosowane są w stanie nadzwyczajnej czystości, uzyskuje się hafn lub cyrkon w postaci rozciągliwej. Bardzo już drobne zanieczyszczenia wzmiankowanych jodków mogą hafn lub cyrkon pozbawić rozciągliwości; ilości zanieczyszczeń, niewykrywalne nawet analitycznie mogą pod tym względem spowodować niepomysłne wyniki. Rzecz możliwa, iż okoliczność ta daje się wyjaśnić w sposób następujący: skoro ciało rdzeniowe nagrzewa się w atmosferze, zawierającej oprócz jodków hafnu i cyrkonu drobną ilość zanieczyszczeń w rodzaju azotu, związków węglowych i t. d., nie powstają czyste metale: hafn lub cyrkon, lecz na rdzeniu owym osiadają związki haf-

nu lub cyrkonu w rodzaju ich azotków, węglików i tym podobnych. Gdy natomiast ilość wzmiankowanych zanieczyszczeń jest bardzo mała, natenczas osiada wprawdzie hafn lub cyrkon, ale obecne jeszcze zanieczyszczenia powodują powstawanie bardzo drobnych ilości związków hafnowych lub cyrkonowych, osadzających się pomiędzy hafnem lub cyrkonem metalicznym. Jakkolwiek drobna byłaby ilość tych związków, nawet analitycznie niedostrzegalna, mogą one przecież wywierać taki wpływ na własności osadzonego metalu, że staje się on nierozciągliwym.

Rzecz prosta, że zanieczyszczenia gazowe albo domieszki obojętne względem osadzanego metalu nie mogą wywierać nań żadnego wpływu.

Najwłaściwiej jest ogrzewać rdzeń do takiej temperatury, aby osiadający metal wzrastał w kierunku prostopadłym do powierzchni rdzenia w postaci jednolitego kryształu. Dla hafnu narastanie podobne zachodzi dopiero powyżej 1750°C , a dla cyrkonu powyżej 1500°C , w przeciwieństwie mianowicie do narastania wielokryształowego, rozpoczynającego się dla obu tych metali już w temperaturze 1400°C .

Bardzo pomyślne wyniki osiągnęto w ten sposób, że rdzeń nagrzewano pierwotnie w atmosferze, zawierającej jeden lub kilka jodków osadzanych metali, poczem inny rdzeń nagrzewano w naczyniu, zawierającym metal osadzony i czysty jod, a wówczas hafn, cyrkon lub oba te metale osiadają w stanie rozciągliwym.

Wynalazek niniejszy objaśnia poniżej umieszczony przykład wykonania. Załączony rysunek przedstawia w widoku perspektywicznym przyrząd do urzeczywistnienia niniejszego sposobu.

W naczyniu 1 mieści się rdzeń w postaci bardzo cienkiego drutu 2, np. wolframowego. Drut ten łączy się przewodząco np. małymi śrubkami z drutami doprowadzającymi 3, 4, szczelnie wlutowanymi w

szyjkę naczynia 1, co pozwala nagrzewać go prądem elektrycznym do pożądanej temperatury. Gazy z naczynia 1 odciągają się rurką boczną 5, posiadającą połączenie z pompką. Po wprowadzeniu do naczynia 1 jodku hafnowego albo hafnu metalicznego i jodu, które to materiały w wyższej temperaturze wytwarzają również jodek hafnowy, i nagrzaniu naczynia do takiej temperatury, aby jodek hafnowy wykazywał dostatecznie wysokie ciśnienie pary, para ta rozkłada się wskutek żarzenia i osiada na drucie hafn metaliczny. W tym celu należy drut wolframowy nagrzać do temperatury około 1450°C . Aczkolwiek hafn, uzyskany w ten sposób, może być nader czysty, tak czysty, że zanieczyszczeń nie podobna wykryć sposobami analitycznymi, okazało się jednak, że nie posiada on własności rozciągliwości w temperaturze zwykłej. Pod rozciągliwością należy tu rozumieć własność wyciągania metalu w kształt drutu lub walcowania w taśmę. Dla uzyskania hafnu w postaci rozciągliwej wprowadza się osadzany metal wraz z nader czystym jodem do przyrządu zupełnie odpowiadającego uwidocznionemu na rysunku. W charakterze rdzenia można znowu użyć drutu wolframowego o średnicy nadzwyczaj małej, nagrzewając go do temperatury powyżej 1750°C . Przy nagrzaniu naczynia do temperatury od 400 — 600°C powstaje jodek hafnowy i na drucianym rdzeniu wolframowym osiada hafn. Okazało się, że wytworzony w ten sposób hafn w zwykłej nawet temperaturze daje się przez odpowiedni kaliber wyciągać na drut bardzo cienki, jest przeto rozciągliwy. Jeżeli ten sam drut hafnowy poddać kilkukrotnemu procesowi narastania i wyciągania, to zawartość procentową wolframu, pochodzącego z drutu rdzeniowego, można uczynić w hafnie dowolnie małą.

Dla uzyskania rozciągliwego cyrkonu można zastosować zupełnie taki sam sposób, jaki stosowano dla hafnu z tą tylko

różnicą, że pierwszy drut rdzeniowy nagrzewa się do 1450°C , a drugi—najkorzystniej powyżej 1600°C . Najwyższą temperaturę, do jakiej wolno nagrzewać rdzeń, określa bądź temperatura topnienia drutu rdzeniowego, gdy jest on wykonany z tego samego metalu, jaki osadza się, bądź temperatura topnienia eutektyki z metalu rdzenia i metalu osadzonego, gdy mianowicie rdzeń wykonany jest z metalu innego, niż metal osadzany.

Przy wytwarzaniu rozciągliwego hafnu lub cyrkonu można również jako produktu wyjściowego użyć hafnu lub cyrkonu metalicznego, oczyszczonych sposobem innym, niż to opisano w przykładzie powyższym. Można wyżarzać np. hafn lub cyrkon w próżni.

Rzecz prosta, iż należy baczyć, aby naczynie, w którym wytwarza się rozciągliwy metal, tudzież zawarte w niem części metalowe były również wolne od zanieczyszczeń w postaci gazu, a przynajmniej aby nie mogły wydzielać tych zanieczyszczeń podczas wytwarzania rozciągliwego metalu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób osadzania hafnu, cyrkonu al-

bo obu tych metali na rozżarzonem ciełe, znamieny tem, że ciało to nagrzewa się w atmosferze, zawierającej jeden lub kilka jodków osadzanych metali i jest o tyle wolne od zanieczyszczeń, że osadzone metale są rozciągliwe.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że ciało ogrzewa się do takiej temperatury, iż osadzany metal narasta w kierunku prostopadłym do jego powierzchni, w postaci jednolitego kryształu.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tem, że rdzeń ogrzewa się w atmosferze, zawierającej jeden lub kilka jodków osadzanych metali, poczem inny rdzeń ogrzewa się w naczyniu, zawierającym osadzone metale i czysty jod, a zatem, wskutek nagrzewania, również i jodek metalu, przyczem cyrkon, hafn lub oba te metale osiadają w postaci rozciągliwej.

4. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tem, że jodki wytwarzają się z hafnu lub cyrkonu wyżarzonych w próżni.

N. V. Philips'
Gloeilampenfabrieken.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

