

326 3/08

URZĄD PATENTOWY

w WARSZAWIE 603c 3/08

OPIS PATENTOWY

Nr 31114

Kl. 32 b, I

Vereinigte Glühlampen und Elektrizitäts Aktiengesellschaft, Ujpest

Sposób wytwarzania trudnotopliwych gatunków szkła

Zgłoszono 19 października 1938

Udzielono 5 listopada 1942

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania trudnotopliwych gatunków szkła pozabawionych baniek powietrznych.

Przy stapianiu szkieł trudnotopliwych proponowano stosowanie krzemionki w postaci dobrze zmielonej mączki, przy czym wielkość cząsteczek miała sięgać tak zwanej „wielkości koloidalnej“.

Stwierdzono, że temperaturę i czas trwania stapiania można znacznie obniżyć, jeżeli składniki mieszaniny strąca się za pomocą odpowiednich metod chemicznych w postaci mieszanin albo jeżeli mieszaniny te odparowuje się wszystkie razem. Dzięki temu osiąga się mieszaninę koloidalną, złożoną z różnych drobin, która nie jest bardziej heterogeniczna od stapianego szkła, wskutek czego stapia się w całości już w temperaturze mięknienia szkła. W przeci-

wieństwie do tego reakcja w mieszaninie proszków postępuje bardzo powoli na powierzchni poszczególnych drobin. Składniki stapiające się łatwiej otaczają składniki stapiające się trudniej, tak iż właściwe rozpuszczanie składników trudnotopliwych skuteczniają składniki łatwiej topliwe. Sposób niniejszy posiada tę zaletę, że ułatwiający się łatwiej składniki rozpuszczają się szybko, przez co zmniejsza się szybkość ich lotność. Poza tym skład szkła jest bardziej przybliżony do składu strąconej mieszaniny niż do składu mieszaniny proszkowej.

Przykład. Wytwarzanie szkła, złożonego z SiO_2 , Al_2O_3 i B_2O_3 . Kwas krzemowy zostaje wydzielony z wodnego roztworu związku krzemowego, np. ze szkła wodnego. Wodorotlenek glinowy strąca się ra-

zem z tym koloidalnym kwasem krzemowym, np. w ten sposób, że roztwór soli glinowej ($AlCl_3$, $Al_2(SO_4)_3$ itd.) wprowadza się do roztworu szkła wodnego, przy czym kwas krzemowy i emulsja żelatynowa wodorotlenku glinowego strącają się wzajemnie. W większości przypadków jednak pozostaje nadmiar szkła wodnego, który należy zobojętnić za pomocą kwasu. Zobojętnianie powinno kończyć się w chwili, gdy roztwór nie jest jeszcze dostatecznie kwaśny, aby rozpuścić wodorotlenek glinu. Najlepiej jest, gdy ostatnią porcję szkła wodnego strąca się solnymi roztworami NH_4 lub też nadmiar silnego kwasu zobojętnia się za pomocą NH_3 albo octanami itd. Mieszaninę emulsji żelatynowej przepłukuje się, aż do uzyskania czystości odpowiadającej czystości stapianego szkła, a następnie przesącza. Poza tym obliczoną ilość kwasu borowego rozpuszcza się w ciepłej wodzie, mieszając ją z wytworzoną poprzednio emulsją żelatynową, i całą tę mieszaninę odparowuje się w celu usunięcia wody. W ten sposób otrzymuje się mieszaninę zhomogenizowaną. Mieszaninę tę można stapiać w temperaturach, w których proszki te praktycznie biorąc nie wytwarzają jeszcze szkła. Szkło, złożone np. z 64% SiO_2 , 8% Al_2O_3 i 28% B_2O_3 , można wytwarzać w ciągu dwóch godzin w temperaturze 1430°C, podczas gdy mieszanina mechaniczna, złożona z ziemi okrzemkowej, ze strąconego $Al(OH)_3$ i z kwasu borowego, po czterech godzinach traktowania w temperaturze 1450°C nie wytwarza szkła. Szkło, zawierające 83,5% SiO_2 , 4,5% Al_2O_3 i 12% B_2O_3 , stapia się dopiero po czterech godzinach w temperaturze wynoszącej 1550°C.

Z roztworem szkła wodnego można mieszać również glin w postaci glinianu sodowego. Mieszaninę strąca się kwasem lub (i) solami ($CaCl_2$, $MgCl_2$ itd.) oraz traktuje się w sposób wyżej opisany. Dalszych składników, jak soli potasowców,

wapniowców i metali ciężkich, fosforanów, arsenianów itd., można dodawać do mieszaniny emulsji żelatynowej zależnie od ich natury chemicznej. Sole potasowców w postaci wodnych roztworów miesza się np. z przepłukaną mieszaniną emulsji żelatynowej; sole wapniowców, cynk itd. stosuje się w postaci rozpuszczonych soli lub wodorotlenków w celu strącenia kwasu krzemowego względnie krzemianów metali. Arsenianów i fosforanów można dodawać do szkła wodnego lub do czystej mieszaniny emulsji żelatynowej itd. Rzeczą najważniejszą jest to, że składniki zostają strącone razem lub też zostają zmieszane z rozproszynowymi produktami strącenia oraz zostają wytworzone z roztworów przez odparowywanie. W wynalazku niniejszym kilku składników szkła w stałej postaci można dodawać do roztworu wyjściowego lub do wilgotnej albo do suchej emulsji żelatynowej, pod warunkiem, że trudnoopliwe składniki przygotowuje się w sposób wyżej opisany.

Strąconej emulsji żelatynowej nie potrzeba przepłukiwać. W razie powstawania podczas strącania, np. ze szkła wodnego i z kwasu solnego lub chlorków, związków lotnych, np. chlorowcowych związków zasadowych, można dodawać natychmiast po strąceniu rozpuszczonych składników (kwasu borowego, boranów, alkaliów itd.), po czym całą mieszaninę można uwolnić od wody przez wyparowanie. Podczas stapiania chlorowcowy związek zasadowy służy z początku jako środek przyspieszający stapianie, później jednak w dostatecznie wysokiej temperaturze związek ten ulatnia się i pozostawia szkło o pożądanym składzie. Szkło nie powinno zawierać substancji, ulatniających się wcześniej niż chlorowcowe związki zasadowe. W przypadku stosowania nieprzepłukanej emulsji żelatynowej szkło wodne można zobojętnić częściowo, dzięki czemu zasady nie zobojętnione podczas stapiania pozostają w

szkle w postaci tlenków zasadowych, zasady zaś zobojętnione ułatwiają się podczas stapiania.

Suche emulsje żelatynowe posiadają nieraz bardzo dużą objętość, podczas stapiania powstaje zatem ciało gąbczaste, a następnie szkło o licznych bańkach powietrznych. Doświadczenia wykazały, że liczba baniek powietrznych staje się mniejsza, jeżeli suchą mieszaninę podda się silnemu stłaczaniu mechanicznemu. Korzystne jest również poddawanie mieszaniny działaniu ciepła w temperaturze niższej od temperatury spiekania tak, aby absorbowana woda mogła ulotnić się, zanim zostanie zamknięta.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania trudnotopliwych gatunków szkła, znamienny tym, że wszystkie składniki lub kilka składników mieszaniny strąca się razem z roztworów i odparowuje.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że składniki mieszaniny strąca się w postaci koloidalnych emulsji żelatynowych.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że strącone wspólnie składniki przepłukuje się, a czysty osad wraz z roztworami pozostałych składników osusza się przez odparowywanie.

4. Sposób według zastrz. 1 i 3, znamienny tym, że roztwory, zawierające szkło wodne, zobojętnia się częściowo za pomocą kwasu, przy czym nie zobojętniona część zasady pozostaje podczas stapiania w szkłe.

5. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tym, że osuszoną mieszaninę przed stapianiem poddaje się mechanicznie silnemu stłaczaniu.

6. Sposób według zastrz. 1—5, znamienny tym, że mieszaninę poddaje się ogrzewaniu w temperaturze niższej od temperatury spiekania tak długo, aż absorbowana woda praktycznie biorąc ulotni się, po czym temperaturę podnosi się do temperatury stapiania.

Vereinigte Glühlampen
und Elektrizitäts
Aktiengesellschaft
Zastępca: inż. W. Römer
rzecznik patentowy