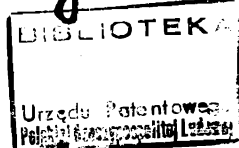


Warszawa, 16 stycznia 1939 r.

URZĄD PATENTOWY



H01j 61/36



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 27582.

Kl. 21 f, 82/04.

Patent - Treuhand - Gesellschaft
für elektrische Glühlampen m. b. H.
(Berlin, Niemcy).

Sposób wtapienia wolframowych lub molibdenowych drutów, doprowadzających prąd, w naczynia kwarcowe.

Zgłoszono 11 stycznia 1937 r.

Udzielono 17 listopada 1938 r.

Pierwszeństwo: 4 marca 1936 r. (Niemcy).

Przy wtapieniu wolframowych lub molibdenowych drutów, przeznaczonych do doprowadzania prądu, w naczynia kwarcowe występuje szereg trudności, wskutek nie tylko niejednakowej rozszerzalności cieplnej wolframu względnie molibdenu i kwarcu, ale też z powodu innych przyczyn, np. przede wszystkim wysokiej temperatury mięknięcia kwarcu oraz utleniania się wtapianego metalu, występującego w niezbędnych przy wtapieniu wysokich temperaturach. W celu wyrównania wpły-

wów niejednakowej rozszerzalności cieplnej kwarcu i metalu stosuje się już wtapienie drutu metalowego nie bezpośrednio w naczynie kwarcowe, lecz za pośrednictwem pewnej liczby warstw szkła, których współczynnik rozszerzalności cieplnej jest zawarty pomiędzy współczynnikami rozszerzalności kwarcu i metalu; takie stopniowane przejście od kwarcu do metalu ma na celu zmniejszenie możliwie najbardziej naprężeń mechanicznych w miejscach wtapienia. Do tego celu posługiwano się

dotychczas jako szklami o pośrednim współczynniku rozszerzalności cieplnej najczęściej szklami borowo-krzemowymi, przy czym warstwy po stronie kwarcu były wykonane ze szkła borowo-krzemowego o wysokiej zawartości dwutlenku krzemu, natomiast warstwy od strony metalu posiadały znacznie mniejszą zawartość dwutlenku krzemu, a zwiększoną zawartość metalów alkalicznych. Tego rodzaju szkła, stosowane do wtapiania drutów w naczynia kwarcowe i zawierające kwas borowy oraz metale alkaliczne, posiadają tę wadę, że skład procentowy szkła ulega bardzo łatwo zmianie z powodu łatwego ulatniania się kwasu borowego i metali alkalicznych podczas stapiania szkieł i podczas samego wtapiania drutów, co powoduje, że różne części jednego i tego samego szkła pośredniego posiadają różne współczynniki rozszerzalności cieplnej, różne temperatury mięknięcia i różne inne właściwości fizyczne, przy czym różnice te są często tak wielkie, iż niezawodne i prawidłowe wtopienie drutu znajduje się pod znakiem zapytania. Poza tym wymienione wyżej znane szkła pośrednie posiadają jeszcze i tę ważną wadę, iż ich temperatura mięknięcia jest zbyt niska, a zakres temperatur, w których szkła są ciągliwe, jest zbyt mały, wskutek czego trudne jest dobre ich złączenie w płomieniu z trudnotopliwym kwarcem.

Wynalazek dotyczy sposobu wtapiania wolframowych lub molibdenowych drutów, przeznaczonych do doprowadzania prądu, w naczynia kwarcowe, zwłaszcza stanowiące bańki elektrycznych lamp wyładowczych, np. wysokoprężnych lamp rtęciowych, za pomocą ciał pośrednich, nie posiadających wymienionych wyżej wad i umożliwiających wtopienie drutu, szczelne na gaz. Sposób wtopienia według wynalazku jest znamieny tym, że stosuje się ciała pośrednie, stwarzające przejście od drutu

wolframowego względnie molibdenowego do kwarcu, o składzie następującym:

65 — 96% SiO_2 ,

4 — 20% Al_2O_3 oraz

0 — 30% tlenków wapniowców, a przede wszystkim CaO i BaO . Ciała te nie zawierają więc ani kwasu borowego, ani potasowców i posiadają charakter ciał szklistych lub ceramicznych.

Ciała pośrednie według wynalazku posiadają wysokie temperatury mięknięcia i wykazują poza tym tę zaletę, że przy ich stosowaniu wystarcza stosunkowo bardzo niewielka liczba stopni pośrednich, przez co stapianie ich jest ułatwione i zajmuje mniej czasu. Nieraz, jak to będzie omówione dokładnie niżej, wystarcza nawet jedno tylko ciało pośrednie. Zaletą ciał pośrednich według wynalazku jest szczególnie duża jednolitość składu materiału, osiągnięta dzięki nieobecności łatwo ulatniających się składników w postaci kwasu borowego i potasowców. Wspomnianą wyżej wysoką temperaturą mięknięcia odznaczają się nawet te ciała według wynalazku, które, posiadając małą zawartość dwutlenku krzemu SiO_2 , wynoszącą np. od 65 do 70%, mają współczynnik rozszerzalności, zbliżony do współczynnika rozszerzalności metalu. Korzystną rolę odgrywa też mała skłonność szkła, użytego na ciała pośrednie, do krystalizacji, ponieważ ułatwia ona znacznie pracę wtapiania.

Podana poniżej tabela przytacza tytułem przykładu skład różnych szkieł na ciała pośrednie według wynalazku wraz z odpowiadającymi im współczynnikami rozszerzalności cieplnej, mierzonymi w temperaturze 50°C i wraz z odpowiadającymi im temperaturami mięknięcia. Podane temperatury punktów mięknięcia należy rozumieć jako temperatury, w których pręcik szklany o długości 10 cm i grubości około 3 mm, oparty na dwóch ostrzach, zaczyna się wyginać pod wpływem własnego ciężaru.

	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	CaO %	BaO %	Współczynnik rozszerzalności cieplnej $\alpha \cdot 10^{-7}$ 50° C	Punkt mięknienia
1	94,5	5,5	—	—	6,5	1175° C
2	93	5	1	1	7,0	1130° C
3	90,5	7,5	1	1	7,5	1060° C
4	89,5	7	1,75	1,75	11	1040° C
5	85	10	2,5	2,5	16,5	990° C
6	82,5	10	3,75	3,75	20	1010° C
7	80	10	5	5	25	970° C
8	75	10	10	5	33	845° C
9	65	13	7	15	38	865° C
10	65	8	10	17	46,5	780° C

Wybór składu szkła ciał pośrednich oraz liczba tych ciał zależy od grubości drutów wtapianych, od średnicy i grubości ścianek naczynia kwarcowego, a także od kształtu samych ciał pośrednich.

Na fig. 1 — 4 przedstawiono kilka postaci wtopienia o różnych liczbach szklanych ciał pośrednich według wynalazku.

Fig. 1 przedstawia wtopienie drutu, przeznaczonego do doprowadzenia prądu, w bańkę wyładowczej wysokoprężnej lampy rtęciowej z zastosowaniem pięciu szkieł pośrednich. Wtopienie takie nadaje się dla szczególnie grubych drutów wolframowych o średnicy od 2 do 3 mm przy obciążeniu prądem o natężeniu, przekraczającym 10 amp. Do naczynia kwarcowego *a*, wyciągniętego u dołu w rurkę cienką, przypojone są najpierw cztery szklane pierścienie *b*, stanowiące ciała pośrednie, a wykonane ze szkła, podanych w tabeli pod numerami 4, 5, 6 i 8, posiadającymi współczynniki rozszerzalności cieplnej równe odpowiednio 11, 16,5, 20, 33. Do ostatniego pierścienia, wykonanego ze szkła nr 8 przypojony jest zamykający kołpak *c*, wykonany ze szkła nr 9, który posiada współczynnik rozszerzalności cieplnej równy 38 i w który wtopiony jest bezpośrednio drut wolfra-

mowy *d*. Litera *e* oznacza elektrodę, litera *f* zaś — nasadkę rurkową z kwarcu, przypojoną do otworu naczynia kwarcowego i mającą na celu zapobieganie skraplaniu się pary rtęci w miejscu wtopienia cienkiej rurki.

Jeżeli zamiast drutu wolframowego stosuje się drut molibdenowy, to przy takiej samej w przybliżeniu jego grubości i takim samym obciążeniu prądem, wskazane jest wykonanie kołpaka *c*, w który wtapia się drut, ze szkła nr 10 o współczynniku rozszerzalności cieplnej równym 46,5, oraz zastosowanie jako ciał pośrednich pierścieni ze szkła nr 9, 8, 6, 5 i 4, przy czym szkło nr 4 jest przypojone bezpośrednio do kwarcu.

Fig. 2 przedstawia wtopienie drutu wolframowego w wysokoprężną lampę rtęciową; drut posiada średnicę około 1 mm i jest przeznaczony do doprowadzania prądu o natężeniu do 10 A, przy czym stosuje się trzy gatunki szkła pośrednich. Do naczynia kwarcowego *a* przypojona jest zwężająca się rurka *b'*, wykonana ze szkła nr 4 o współczynniku rozszerzalności cieplnej, równym 11, do niej zaś przypojona jest rurka *b''*, wykonana ze szkła nr 5 o współczynniku rozszerzalności cieplnej, równym

16,5. Koniec g rurki b'' jest spojony ze wstawką h , wykonaną ze szkła nr 6 o współczynniku rozszerzalności cieplnej równym 20, w którą wtopiony jest drut wolframowy d .

Fig. 3 przedstawia wtopienie drutu wolframowego przy zastosowaniu dwóch szkieł pośrednich; drut wolframowy posiada średnicę około 0,8 mm i ma być obciążony prądem o natężeniu do 6 A. Koniec i naczynia kwarcowego a , wykonany ze szkła nr 4, posiadającego współczynnik rozszerzalności cieplnej, równy 11, jest spojony ze wstawką h ze szkła nr 5, posiadającego współczynnik rozszerzalności cieplnej równy 16,5, w którą wtopiony jest drut wolframowy.

Fig. 4 przedstawia wtopienie drutu wolframowego o średnicy 0,6 mm, przeznaczonego do obciążania prądem o natężeniu do 3 A; znajduje tu zastosowanie tylko jedna warstwa pośrednia h , wykonana ze szkła nr 4, posiadającego współczynnik rozszerzalności cieplnej równy 11. Warstwa pośrednia h oraz zewężający się ku dołowi brzeg i naczynia kwarcowego są spójone ze sobą bezpośrednio. Jakkolwiek występuje tutaj dość znaczna różnica współczynników rozszerzalności cieplnej szkła warstwy pośredniej i wolframu, to jednak jak stwierdzono złącze takie wytrzymuje bardzo dobrze zarówno wysokie temperatury, jak i nagłe zmiany temperatury, co prawdopodobnie należy tłumaczyć tym, że właśnie te gatunki szkieł według wynalazku, których skład leży bardzo blisko punktu eutektycznego mieszaniny $SiO_2 - Al_2O_3$, dla którego zawartość SiO_2 wynosi 94,5%, wytrzymują znaczne naprężenia mechaniczne.

W lampach z bańkami o ściankach grubych, które rozgrzewają się bardzo silnie podczas pracy, wskazane jest unikanie bezpośredniego stapiania kwarcu ze szklami pośrednimi o współczynniku rozszerzalności, posiadającym wartość około $11 \cdot 10^{-7}$

lub wyższą. W tym przypadku wskazane jest raczej zastosowanie jeszcze jednej lub jeszcze większej liczby warstw pośrednich ze szkła o współczynniku rozszerzalności, zawartym pomiędzy wartością współczynnika rozszerzalności kwarcu a wartością $11 \cdot 10^{-7}$. Tak np. pomiędzy kwarc i szkło nr 4, posiadające współczynnik rozszerzalności cieplnej równy 11, można jeszcze wtopić szkło nr 1, posiadające współczynnik rozszerzalności cieplnej równy 6,5 oraz szkło nr 3, posiadające współczynnik rozszerzalności cieplnej równy 7,5.

Szklą do ciał pośrednich według wynalazku, a zwłaszcza szklą o dużej zawartości dwutlenku krzemu, wymagają do ich stopienia wysokich temperatur, leżących w pobliżu $2000^\circ C$. Tygle, używane w przemyśle ceramicznym, nie mogą oczywiście wytrzymywać tak wysokich temperatur. Jednakże nawet tygle z materiałów wysoce ogniotrwałych, np. z cyrkonu, nie nadają się do tego celu, ponieważ są one wrażliwe na działanie chemiczne stopionych składników mieszaniny i ulegają pełnemu zniszczeniu, tak iż zawarta w nich stopiona masa wycieka z tyglów.

Stwierdzono jednak, że tygle, wykonane z molibdenu lub wolframu, nadają się dobrze do tego celu, jeżeli są umieszczone w odpowiednim piecu, i jeżeli mieszaninę z której ma być wytworzone szkło, wymiesza się bardzo dokładnie oraz przed topieniem usunie się z niej w dostatecznej mierze gazy przez dłuższe ogrzewanie do temperatury około $1600 - 1800^\circ C$, co ma na celu usunięcie z mieszaniny ewentualnie pozostałych ilości tlenu, który działałby chemicznie na molibden, tworząc tlenek molibdenu, zabarwiający szkło. Jeżeli użyte materiały wyjściowe nie zawierają żelaza, to przy zastosowaniu takiego tygla otrzymuje się szkło bardzo dobrze przepuszczające promienie pozafioletkowe.

Warstwy pośrednie, które, zależnie od

kształtu, jaki ma mieć miejsce wtopienia, mogą mieć kształt rurek, kołpaków lub pierścieni, mogą być też wytwarzane sposobem ceramicznym, to jest bez stosowania tygli. W tym przypadku z dokładnie wymieszanej mieszaniny, najkorzystniej z zastosowaniem zwykłych surowców ceramicznych, np. piasku kwarcowego, kaoliny i szpatu wapiennego, wytwarza się przez stłaczanie przy zastosowaniu odpowiednich form bryły o takim kształcie, jaki mają posiadać warstwy pośrednie, stosowane do wtopiania. Można też wytwarzać bryły przez wlewanie do form zawiesziny wspomnianych surowców i następnie suszenie bryły odlanej. Bryły, otrzymane przez stłaczanie lub przez odlanie, ogrzewa się w odpowiednim piecu do temperatury tak wysokiej, aby uległy one spieczeniu na zwartą, a nawet szczelną na gaz masę ceramiczną oraz pokryły się na powierzchni warstwą szklistą, lub nawet uległy zeszkleniu w całej swej masie. Sporządzone w ten sposób warstwy pośrednie mogą być, jak stwierdzono w praktyce, stapiane zarówno z wolframem lub molibdenem, jak i z kwarcem oraz ze wszelkiego rodzaju szklami pośrednimi równie dobrze, jak i warstwy pośrednie, sporządzone ze szkła stopionego. W przykładzie wykonania według fig. 4 korzystnie jest drut wolframowy względnie molibdenowy poddać najpierw spiekaniu wstępnemu wraz ze wstawką, wykonaną przez stłaczanie, a następnie spiekać silnie w warunkach redukujących, po czym całą otrzymaną w ten sposób wstawkę stapia się z naczyniem kwarcowym. W temperaturze, w której zachodzi stapianie tej wstawki z kwarcem, wstawka otrzymuje w miejscu zetknięcia się z kwarcem konsystencję szklistą, co przyczynia się do bardzo ścisłego połączenia tych dwóch ciał.

Wytwarzanie ciał pośrednich według wynalazku, wolnych od kwasu borowego i metali alkalicznych, przez spiekanie upraszcza znacznie pracę i zmniejsza koszty

wyrobu całego naczynia kwarcowego; oprócz tego umożliwia ono też łatwiejsze nadawanie ciałom pośrednim potrzebnego kształtu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wtopiania wolframowych lub molibdenowych drutów, doprowadzających prąd, w naczynia kwarcowe, zwłaszcza stanowiące bańki elektrycznych lamp wyładowczych, np. rtęciowych lamp wysokoprężnych, znamieny tym, że stosuje się szklane lub ceramiczne ciała pośrednie zawierające 65 — 96% SiO_2 , 4 — 20% Al_2O_3 i 0 — 30% tlenków wapniowców, a zwłaszcza CaO i BaO , a nie zawierające ani kwasu borowego, ani potasowców.

2. Sposób wyrobu nie zawierających kwasu borowego i metali szkieł alkalicznych na ciała pośrednie, stosowane w sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że szkła wytapia się w tyglu molibdenowym lub wolframowym, przy czym dokładnie wymieszane ze sobą składniki mieszaniny poddaje się przed ich stopieniem dostatecznemu odgazowaniu w temperaturze od 1 600° do 1 800°C.

3. Sposób wyrobu nie zawierających kwasu borowego i metali alkalicznych ceramicznych ciał pośrednich, stosowanych w sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że z mieszanin składników masy ceramicznej sporządza się bryły stłoczone lub odlane, posiadające kształt ciał pośrednich, po czym ogrzewa się je bez użycia tygla, do temperatury tak wysokiej, aby powstało zwarte oraz szczelne na gaz ciało ceramiczne.

Patent-Treuhand-
Gesellschaft
für elektrische Glühlampen
m. b. H.

Zastępca: Inż. Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.

Fig.1

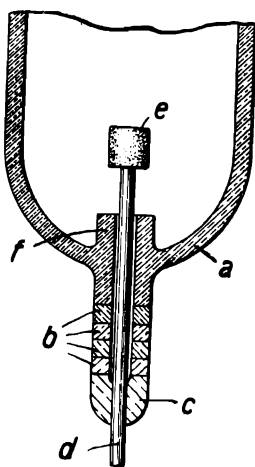


Fig.2

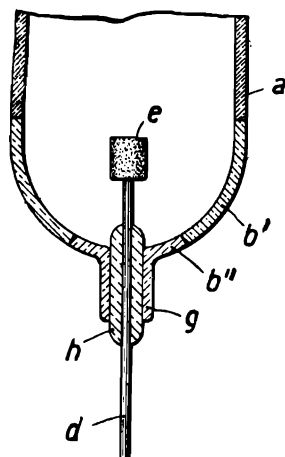


Fig.3

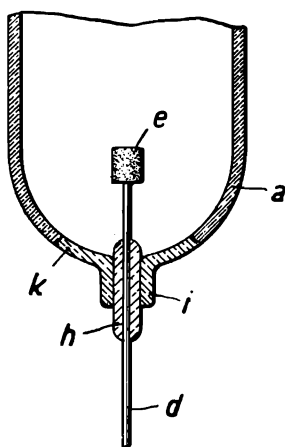


Fig.4

