

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

136 758

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 82 11 05 (P. 238876)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 05 21

Opis patentowy opublikowano: 1987 05 30

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.³ C23F 7/02

Twórcy wynalazku: Joanna Jelińska, Aleksandra Łabędź-Majewska, Grażyna Malenta,
Anna Pytlak-Żółtowska

Uprawniony z patentu: Zakłady Kineskopowe "Unitra-Polkolor", Ośrodek Badawczo-
-Rozwojowy Elektroniki Próżniowej, Warszawa (Polska)

SPOSÓB PRZYGOTOWANIA DO SZKLIWIENIA MISECZKOWYCH KOŃCÓWEK ANOD KINESKOPÓW

Przedmiotem wynalazku jest sposób przygotowania do szklwienia miseczkowych końcówek anod kineskopów wykonanych ze stopu Fe-Ni-Cr o zawartości wagowo Ni 40% do 48%, Cr 4% do 8% przeznaczonych zarówno do kineskopów telewizji czarno-białej jak i kolorowej.

Podczas produkcji lamp kineskopowych w stożkową część balonu lampy wtapia się miseczkową końcówkę anody, wykonaną zwykle ze stopu Fe-Ni-Cr, przy czym złącze szkło-metal w miejscu wtopienia na całej powierzchni musi wykazywać dużą wytrzymałość mechaniczną i próżnioszczelność w szerokich granicach zmian temperatury. W tym celu, przed wtopieniem, powierzchnie miseczkowych końcówek anod zazwyczaj pokrywa się warstwą szkliva zmniejszającą naprężenia w złączu, chociaż w szczególnych przypadkach możliwe jest pominięcie tej operacji.

Aby powstało próżnioszczelne i wytrzymałe mechanicznie połączenie stopu Fe-Ni-Cr ze szkłem, powierzchnia detalu wykonanego z tego stopu musi być wstępnie utleniona tak, aby w skład warstwy tlenkowej wchodził głównie tlenek Cr_2O_3 . Warstwa ta powinna charakteryzować się dużą jednorodnością składu i grubości oraz dobrą przyczepnością do powierzchni metalu. Wytworzenie takiej warstwy tlenkowej na detalach obejmuje dwa etapy: przygotowanie zewnętrznej powierzchni detali poprzez zwiększenie jej chropowatości /rozwiniecie powierzchni/ oraz utlenianie poprzez wyżarzanie w temperaturze $1050^\circ - 1250^\circ\text{C}$ w atmosferze wilgotnego wodoru.

W stosowanej dotychczas technologii rozwijanie powierzchni miseczkowych końcówek anod uzyskuje się przez trawienie tej powierzchni w roztworze kwasów azotowego, siarkowego i solnego w czasie około 20 sekund, płukanie wodą, zobojętnianie w roztworze wodorotlenku sodowego, ponowne płukanie wodą a następnie alkoholem etylowym i suszenie. Drugi etap polegający na wytworzeniu na tej powierzchni warstwy tlenków umożliwiającej wytworzenie próżnioszczelnego i wytrzymałego mechanicznie połączenia metalu ze szklivem obejmuje jednokrotne lub dwukrotne utlenianie miseczkowej końcówki przez wyżarzanie w temperaturze $1050 \pm 20^\circ$ w łącznym czasie do 2 godzin w atmosferze wodoru przepuszczanego przez wodę o temperaturze pokojowej.

Niedogodnością znanego sposobu jest stosowanie roztworu kwasów wymagającego dużej ostrożności ze strony osób wykonujących trawienie, gwałtowność procesu trawienia i jego krótki czas nie zawsze zapewniają równomierne i powtarzalne rozwinięcie powierzchni miseczkowych końcówek anod. Wytwarzana podczas utleniania warstwa tlenkowa nie jest jednakowa na całej utlenianej powierzchni i nie zapewnia prawidłowego wykonania złącza ze szkłem.

Celem wynalazku jest uniknięcie tych niedogodności przez opracowanie sposobu równomiernego i powtarzalnego rozwijania powierzchni wszystkich przygotowanych końcówek anod i uzyskania równomiernej warstwy tlenkowej na tych przedmiotach.

Według wynalazku miseczkowe końcówki anod uprzednio odtłuszczone przygotowuje się do połączenia ze szkłem w dwóch etapach. Pierwszy ma na celu rozwijanie powierzchni i polega na bębnowaniu tych końcówek ze ścierniwem przez kilka do kilkudziesięciu godzin, co powierzchniom miseczkowych końcówek anod nadaje równomierną chropowatość. Po bębnowaniu miseczkowe końcówki anod płucze się i suszy. Drugi etap obejmuje utlenianie rozwiniętych powierzchni przez wyżarzanie w temperaturze od 1100°C do 1250°C w atmosferze wodoru nawilżanego podgrzewaną wodą o stałej kontrolowanej temperaturze zawartej w granicach od 25°C do 50°C przy czym proces ten kilkakrotnie powtarza się po każdorazowym przemieszaniu uprzednio wyżarzanej porcji detali.

Stwierdzono, że określenie konkretnych warunków dla uzyskania prawidłowo rozwiniętej powierzchni, tj. rodzaju stosowanego ścierniwa, stosunku ilości ścierniwa do ilości obrabianych detali i czasu bębnowania zależy zarówno od kształtu miseczkowych końcówek anod, jak i twardości materiału, z którego są wykonane. Warunki te należy ustalać doświadczalnie dla danego kształtu detali i konkretnego materiału /rodzaj, wytop, walcowanie i obróbka taśmy/.

Ponadto na uzyskanie równomiernej, o pożądanej grubości warstwy tlenkowej zasadniczy wpływ ma staranność mieszania każdej porcji detali między kolejnymi wyżarzaniem oraz ilość wyżarzeń. Ilość wyżarzeń ustala się doświadczalnie dla posiadanego pieca i dla danego kształtu końcówek anod ze względu na zróżnicowanie dopływu nawilżonego wodoru do ich powierzchni. Temperaturę wody, którą nawilżany jest wódór, ustala się również doświadczalnie dla danego stopu, a zasadniczym elementem procesu jest utrzymanie stałej wartości tej temperatury. Różnorodność optymalnych warunków przygotowywania powierzchni miseczkowych końcówek anod zasygnalizowana jest w podanych przykładach.

Sposób według wynalazku zapewnia całkowite wyeliminowanie stosowania silnych kwasów /azotowy, siarkowy i solny/, co jest korzystne ze względu na bhp i ochronę środowiska naturalnego.

Wprowadzenie do technologii zamiast trawienia, bębnowania ze ścierniwem zapewnia dobrą jednorodność rozwinięcia powierzchni. Natomiast uzyskiwanie warstwy tlenkowej zapewnia wytwarzanie prawidłowego złącza ze szkłem i bardzo dobrą powtarzalność procesu.

P r z y k ł a d I. Miseczkowe końcówki anod kineskopów wykonane ze stopu FeNi42Cr6 odtłuszcza się w trójchloroetylenie, miesza się z piaskiem w stosunku wagowym końcówek do piasku 1:4 i poddaje bębnowaniu przez 9 godzin. Oddzielone od piasku końcówki myje się w wodzie z dodatkiem 0, 1% detergentu, płucze w ciepłej bieżącej wodzie, a następnie w wodzie dejonizowanej. Wysuszone końcówki wyżarza się w temperaturze 1150°C w atmosferze wodoru przepuszczanego przez zbiornik z wodą o stałej temperaturze 50°C przez pół godziny. Wyżarzanie powtarza się czterokrotnie, przy czym każdą porcję przed kolejnym wyżarzaniem należy przemieszać.

P r z y k ł a d II. Miseczkowe końcówki anod kineskopów wykonane ze stopu FeNi42Cr6 odtłuszcza się w trójchloroetylenie, miesza się z piaskiem w stosunku wagowym końcówek do piasku 1:4 i poddaje bębnowaniu przez 22 godziny. Oddzielone od piasku końcówki myje się w wodzie z dodatkiem 0,1% detergentu, płucze w ciepłej wodzie bieżącej, a następnie w wodzie dejonizowanej. Wysuszone końcówki wyżarza się w temperaturze 1250°C w atmosferze wodoru przepuszczanego przez zbiornik z wodą o stałej temperaturze 30°C przez 20 minut. Wyżarzanie powtarza się sześciokrotnie, przy czym każdą porcję przed kolejnym wyżarzaniem należy przemieszać.

P r z y k ł a d III. Miseczkowe końcówki anod kineskopów wykonane ze stopu $\text{FeNi}_{42}\text{Cr}_6$ odtłuszcza się w trójchloroetylenie, miesza się z piaskiem w stosunku wagowym końcówek do piasku 1:4 i poddaje bębnowaniu przez 24 godziny. Oddzielone od piasku końcówki myje się w wodzie z dodatkiem 0,1% detergentu, płucze się w ciepłej wodzie bieżącej, a następnie w wodzie dejonizowanej. Wysuszone końcówki wyżarza się w temperaturze 1100°C w atmosferze wodoru przepuszczanego przez zbiornik z wodą o stałej temperaturze 25°C przez pół godziny. Wyżarzanie powtarza się pięciokrotnie przy czym każdą porcję przed kolejnym wyżarzaniem należy przemieszać.

P r z y k ł a d IV. Miseczkowe końcówki anod wykonane ze stopu $\text{FeNi}_{46}\text{Cr}_5$ odtłuszcza się w trójchloroetylenie, miesza się z tlenkiem glinu przy wzajemnym stosunku wagowym końcówek do ścierniwa 1:3 i poddaje się bębnowaniu przez 10 godzin. Oddzielone od ścierniwa końcówki myje się w wodzie z dodatkiem 0,1% detergentu, płucze się w ciepłej wodzie bieżącej, a następnie w wodzie dejonizowanej. Wysuszone końcówki wyżarza się w temperaturze 1150°C w atmosferze wodoru przepuszczanego przez zbiornik z wodą o stałej temperaturze 40°C przez 20 minut. Wyżarzanie powtarza się ośmiokrotnie przy czym każdą porcję przed kolejnym wyżarzaniem należy przemieszać.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób przygotowania do szklwienia miseczkowych końcówek anod kineskopów wykonanych ze stopu FeNiCr o zawartości wagowo Ni od 40% do 48%, Cr od 4% do 8% zawierający etapy odtłuszczania, płukania i suszenia, z n a m i e n n y t y m, że odtłuszczone miseczkowe końcówki anod poddaje się bębnowaniu ze ścierniwem przez kilka do kilkudziesięciu godzin, a następnie po wypłukaniu i wysuszeniu wytwarza się na ich powierzchni warstwę tlenkową przez wyżarzanie w temperaturze od 1100° do 1250°C w atmosferze wodoru nawilżanego wodą o stałej, kontrolowanej temperaturze zawartej w granicach od 25°C do 50°C , przy czym wyżarzanie powtarza się kilkakrotnie po przemieszaniu za każdym razem wyżarzonej uprzednio porcji końcówek.