

H/V.

346577

3000



346577

memoria descriptiva

CLASE DE REGISTRO PATENTE DE INVENCION, por veinte años en España

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE GENERAL ELECTRIC COMPANY
- sociedad EE. UU. -

RESIDENCIA Y DOMICILIO New York, N.Y. 10016 (EE. UU.)
159 Madison Avenue

OBJETO " PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR EL AUMENTO DE DUREZA DE CIERRES DE NIOBIO DE PAREDES DELGADAS "

PRIORIDAD: Solicitud patente USA Nº 590.568 del día 31 de Octubre de 1966.

INVENTOR: D. William Charles Louden; de nacionalidad norteamericana.

346577

30



1.

1

El presente invento se refiere a un procedimiento para reducir el aumento de dureza de cierres de niobio de paredes delgadas, para cerrar herméticamente partes metálicas refractarias respecto a cerámica de alúmina y más particularmente para controlar la dureza de capuchones terminales de niobio mientras se cierran herméticamente los mismos sobre tubos cerámicos de alúmina para fabricar envueltas de lámparas.

5

10

15

20

25

Envueltas de alúmina policristalina transparente de alta densidad se utilizan para lámparas de descarga de vapor de metal de álcali, porque resisten al ataque de los vapores aún a elevadas temperaturas. La patente de EE. UU. 3.243.635 - " construcción de lámpara cerámica ", concedida el 29 de Marzo de 1966 a la solicitante, describe una construcción de lámpara cerámica, particularmente adecuada para lámparas de vapor de sodio o cesio de alta presión, que utiliza un capuchón terminal de niobio efectuando un ajuste íntimo sobre el extremo de un tubo de cerámica de alúmina y cerrado herméticamente sobre el mismo por una delgada capa de material de junta. El material de junta es una mezcla eutéctica o casi eutéctica comprendiendo principalmente óxido de aluminio y óxido de calcio y opcionalmente óxido de magnesio, y es resistente al ataque del vapor de metal de álcali. El material de junta está presente como una capa delgada, teniendo un grosor en el alcance de la tracción capilar, alojada entre las superficies emparejadas de la envuelta de cerámica y el capuchón terminal de niobio y unida a ambas superficies.

30

Al cerrar herméticamente capuchones terminales de niobio sobre tubos de cerámica de alúmina, un problema consiste en un incremento en la dureza del niobio. Según el niobio aumenta

300



346577

2.

1 en dureza, se hace quebradizo y relativamente frágil y tampoco pue-
de soldarse ya en frío. El presente invento evita, o por lo menos re-
duce, el aumento de dureza del niobio como resultado del cierre her-
mético respecto a la cerámica, por medio de una mezcla de junta o
5 vidrio consistente principalmente en calcia y alúmina.

Se ha encontrado que un revestimiento de hidruro
de circonio sobre la cara externa del capuchón terminal de niobio,
puede reducir la dureza del niobio sustancialmente a su nivel origi-
nal. Deseablemente el hidruro de circonio es revestido sobre la ca-
10 ra exterior de los capuchones terminales antes del vacío o del calen-
tamiento en gas inerte, por lo que las partes son unidas hermética-
mente entre sí. Excluyendo el endurecimiento de trabajo como un fac-
tor, la dureza del niobio está directamente relacionada con el con-
tenido de oxígeno del metal. Resulta que durante la operación de cie-
15 rre hermético de niobio adquiere oxígeno desde la composición de jun-
ta de calcia-alúmina o de otras fuentes dentro del sistema y esto ha-
ce que aumente su dureza. El revestimiento de hidruro de circonio sir-
ve para reducir el contenido de oxígeno del niobio y por ello rebaja
su dureza y aumenta su ductilidad.

20 En el dibujo, la fig. 1 muestra una lámpara com-
pletada, incorporando el invento, y la fig. 2 muestra el conjunto
de partes de lámpara, preparatorio al cierre hermético.

Haciendo referencia al dibujo y más particularmen-
te a la fig. 1, la lámpara ilustrada, o tubo de arco 1, comprende
25 una envuelta 2 de tubería cerámica consistente en alúmina policris-
talina, sinterizada, de alta densidad. Tal material y un método pa-
ra preparar el mismo, se describe en la patente de EE. UU. N^o
3.026.210 de Coble por "alúmina transparente y método de prepara-

30



346577

3.

1 ción ". Los extremos del tubo están cerrados por cierres de niobio,
semejantes a dedales o capuchones terminales 3, 3', herméticamente
cerrados sobre la cerámica, por medio de una composición de junta o
vidrio comprendiendo un óxido de aluminio u óxido de calcio princi-
5 palmente. En el extremo superior del tubo, que se muestra secciona-
do, el vidrio de junta, exagerado en grosor para permitir la ilus-
tración, se indica en 4 en el espacio entre la porción 5 de hombro
expansionado del capuchón terminal y el extremo lateral del tubo ce-
rámico. Un tubo 6 de niobio penetra dentro del dedal y es soldado a
10 la porción 7 de collar de diámetro reducido. Un electrodo 8 termió-
nico está montado en cada extremo del tubo de arco y consiste en una
bobina de alambre de tungsteno de doble capa, con los intersticios
rellenados con material activado, en la forma de óxidos alcalino-té-
rreos. La bobina de tungsteno es enrollada sobre un vástago de tungste-
15 no 9, que está soldado en el extremo interno 11 rizado del tubo de
niobio 6. El tubo 6 del capuchón terminal superior 2 está abierto en
12 hacia el interior del tubo de arco y se usa como un tubo de esca-
pe durante la fabricación subsiguiente para introducir el relleno de
gas y la dosis de amalgama de sodio-mercurio dentro del tubo de arco.

20 De acuerdo con el invento, con el fin de reducir
la dureza del niobio, que se ha encontrado que aumenta con un resul-
tado del cierre hermético, se dispone un revestimiento de hidruro de
circonio sobre la superficie exterior del capuchón terminal de nio-
bio, como se indica en 14. El hidruro de circonio puede aplicarse co-
25 mo una pasta en un aglutinante adecuado, sobre la cara exterior del
capuchón terminal, es decir sobre la cazoleta 5 y sobre el tubo de
escape 6 o tubo simulado 6'.

Un método preferido para aplicar el hidruro de

346577

30



4.

1 circonio en la fabricación de la lámpara consiste en preparar prime-
 ramente una pasta, moliendo con bolas, hidruro de circonio, en un
 aglutinante acrílico (Acryloid A-10 - Rohm & Haas Co.) diluido con
5 acetato Cellusolve, como sea necesario para formar una pasta. Des-
 pués de moler con bolas, la viscosidad se ajusta añadiendo acetato
 de Cellusolve, como se requiera para formar "una pintura", que pue-
 de ser aplicada por medio de un pincel, como un delgado revestimien-
 to sobre los tubos de escape y cazoletas. Un tubo cerámico 2 es reu-
10 nido con un par de capuchones terminales revestidos con hidruro de
 circonio, por apilamiento vertical en un patrón o bastidor adecuado,
 como se indica en la fig. 2. El capuchón terminal 3', provisto de un
 tubo de escape simulado, está situado en la parte más inferior y es-
 tá soportado sobre un pedestal 15. Una arandela de composición de
 junta está colocada dentro del hombro expansionado de la cazoleta,
15 y el tubo de alúmina 2 se asienta sobre el mismo. Otra arandela de
 junta 16 y un capuchón terminal 3, teniendo un tubo de escape, se
 colocan sobre el extremo superior del tubo de alúmina. Un peso 17
 es colocado sobre el capuchón superior terminal 3 con el fin de pren-
 sar todas las partes unidas. El conjunto es colocado después en un
20 horno de vacío, que es bombeado descendiendo a un alto vacío, ade-
 cuadamente 5×10^{-6} Torr., mientras que la temperatura del horno se
 eleva hasta alrededor de 1500°C. A esta temperatura las arandelas de
 vidrio de junta se derriten y se extienden hacia fuera entre las su-
 perficies emparejadas del tubo de alúmina 2 y los capuchones termi-
25 nales 3, 3' de niobio y rellenan las junturas. Después de enfriarse,
 las partes son unidas entre sí con solamente una pequeña red del vi-
 drio de junta, indicada en 4, mostrada en la juntura o en los filos
 encontrados. El revestimiento de hidruro de circonio es eficaz re-

30



30 000 267

346577

5.

1 cogiendo oxígeno durante la operación de cierre hermético y elimina oxígeno disuelto extrayéndole del niobio.

5 El uso de hidruro de circonio da por resultado una decidida mejora, reduciendo la dureza y aumentado la ductilidad de los capuchones terminales de niobio. Las mediciones han demostrado que la chapa de niobio, tal como se recibe del fabricante, puede variar en dureza desde 90 a 120 en unidades de dureza pirámica de diamante (DPH) por la tabulación de Vickers. Después de estampar el material de chapa en capuchones terminales de la configuración deseada, la dureza se incrementa a 180 - 190 DPH debido al endurecimiento de trabajo, ya que tiene lugar alguna oxidación. La dureza puede reducirse de nuevo por recocido en un vacío a 1300°C durante un periodo de media hora y esto dará por resultado 130 - 150 DPH. Cerrando herméticamente con una composición, consistente principalmente en

10 calcia y alúmina, de nuevo aumenta la dureza, dentro del alcance de 250 - 400 DPH, aparentemente debido a que el oxígeno se disuelve dentro del niobio desde la composición de junta. Sin embargo, al revestir hidruro de circonio sobre la superficie externa sobre el capuchón terminal de niobio antes del cierre hermético, reduce el contenido de oxígeno del niobio y restaura la dureza rebajándola al nivel original de 90 - 120 DPH. No se han observado efectos secundarios adversos debido a la presencia del circonio.

N O T A.-
=====

25

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para reducir el aumento de dureza de cierres de niobio de paredes delgadas en el procedimiento de

30

346577

30



6.

1 unirlas herméticamente a envueltas cerámicas, por medio de una com-
posición de junta, comprendiendo principalmente alúmina y calcia,
caracterizado por comprender las operaciones de revestir la superfi-
cie exterior de dichos cierres con hidruro de circonio, antes de ca-
5 lentar al vacío o bajo gas inerte, a una temperatura suficiente para
derretir dicha composición.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-
terizado porque la envuelta consiste en alúmina policristalina de al-
ta densidad, la composición de junta consiste en una mezcla casi eu-
10 tética de alúmina, calcia y magnesia y el calentamiento se efectúa
a una temperatura por lo menos de 1500°C.

3.- Procedimiento para reducir el aumento de dure-
za de cierres de niobio de paredes delgadas.

Según se describe y reivindica en la presente me-
15 moria descriptiva y se ilustra con los dibujos que a la misma se
acompañan.

Consta esta memoria de seis hojas foliadas y es-
critas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 30 de Octubre de 1967.

CARLOS ROEB

20

25

30