

381376

P.- 40.034

W.E. Case No
38.634

Memoria descriptiva

8.



para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION

entidad ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 3 Gateway Center, Pittsburgh, Pensilvania,
Estados Unidos de América.

por: "UN METODO PARA CARBURAR RAPIDAMENTE UN ELEMENTO
CONSTITUIDO POR TANTALO O POR UNA ALEACION QUE
CONTENGA PRINCIPALMENTE TANTALO"(Clase Internacional
023f)

10.12.1968



El empleo de carburo de tántalo como elemento de incandescencia para lámparas eléctricas fué propuesto por Von Bolton en la Patente de Estados Unidos Núm. 915.657, de fecha 16 de marzo de 1909. Después de este trabajo inicial, la aparición del wolframio como elemento de los filamentos para lámparas incandescentes hizo que resultasen carentes de valor práctico otros materiales eficaces para filamentos. En años recientes, no obstante, se han realizado considerables esfuerzos en lo referente al desarrollo del carbono de tántalo como material para filamentos debido a sus favorables propiedades de emisión espectral y a su punto de fusión (aproximadamente 4200°K), que es el máximo conocido para cualquier sustancia. Es bien sabido, por supuesto, que la radiación de un cuerpo es una función de la cuarta potencia de la temperatura y, además, que cuanto más alta es la temperatura de un cuerpo tanto mayor es el desplazamiento hacia las longitudes de onda más cortas que producen más radiación en la región visible y por tanto una fuente de luz más eficiente.

Con objeto de carburar el tántalo para uso en una lámpara incandescente, gran parte de los recientes esfuerzos se han dirigido a carburar el tántalo después de la fabricación de la lámpara, y esto se realiza normalmente incluyendo en la ampolla de la lámpara un hidrocarburo volátil tal como el etileno, por ejemplo, junto con otros gases adicionales tales como hidrógeno o halógenos. Representativas de tal técnica son las Patentes de Estados Unidos Núms. 2.596.469, de fecha 13 de mayo de 1952, y 3.022.439, de fecha 20 de febrero de 1962.

Es también conocida la carburación de un fi-



lamiento de tántalo antes de su incorporación en una lámpara, y un tal procedimiento se describe en la Patente Británica 1.116.617.

5 Elementos de carburo de tántalo distintos de filamentos, o aleaciones que comprenden principalmente carburo de tántalo, tienen aplicación en los casos en que los elementos han de someterse a temperaturas extremadamente elevadas, debido al muy alto punto de fusión del carburo de tántalo. Para tales aplicaciones, es frecuen-
10 temente necesario unir láminas finas de carburo de tántalo, o unir piezas de masa relativamente grande de carburo de tántalo.

Constituye el objeto general de la presente invención proporcionar un método mejorado para carburar
15 rápidamente un elemento que está constituido por tántalo o por una aleación que comprende principalmente tántalo.

Constituye otro objeto proporcionar un método para carburar rápidamente un elemento filamentosos que comprende al menos principalmente tántalo.

20 Constituye un objeto adicional proporcionar un método para carburar un elemento filamentosos de tántalo mientras se limitan las temperaturas máximas utilizadas para efectuar la carburación.

Constituye todavía otro objeto proporcionar
25 un método para unir elementos previamente carburados y de masa relativamente grande.

Constituye un objeto más proporcionar un método para unir elementos finos de tántalo mientras que simultáneamente se convierten los elementos en carburo
30 de tántalo.



Constituye todavía otro objeto proporcionar un filamento de carburo de tántalo que, antes de la incandescencia, contiene una pequeña cantidad de nitrógeno combinado químicamente.

5 Teniendo presentes estos objetos, la invención consiste en el método de carburar rápidamente un elemento formado por tántalo o una aleación que contiene principalmente tántalo, método que comprende: soportar dicho elemento en un recipiente de combustión constituido
10 esencialmente por carbono como único componente del recipiente que puede reaccionar con el tántalo; calentar dicho recipiente para llevar dicho elemento hasta una temperatura de 1800°C como mínimo, estando constituida la atmósfera de calentamiento por carbono, nitrógeno y gas
15 inerte y siendo la relación volumétrica de nitrógeno a gas inerte de 10/90 como mínimo; continuar dicho calentamiento hasta que el citado elemento adquiere el color dorado del carburo de tántalo prácticamente estequiométrico; y enfriar dicho elemento carburado en una atmósfera no-
20 -oxidante.

La invención resultará más clara a partir de la siguiente descripción ejemplar y de los dibujos que la acompañan, en los que:

25 La figura 1 es un diagrama del procedimiento de fabricación que muestra las etapas básicas del presente método;

La figura 2 es una vista en planta de un elemento filamentos de tántalo soportado en un crisol de grafito, antes del procedimiento de combustión;

30 La figura 3 es una vista en alzado del

13 DIC.



crisol de combustión y del elemento filamentosos soportado que se muestran en la figura 2;

5 La figura 4 es una vista en planta de un crisol modificado que está adaptado para soportar un filamento de sección múltiple durante el procedimiento de combustión;

10 La figura 5 es una vista en perspectiva del recipiente de combustión parcialmente abierto, mostrando cómo puede apilarse una pluralidad de elementos filamentosos durante el procedimiento de combustión;

La figura 6 es una vista en alzado, representada parcialmente en corte, ilustrando una lámpara de proyección que lleva un elemento filamentosos previamente carburado de acuerdo con la presente invención; y

15 La figura 7 es una vista en alzado, representada en corte que ilustra el recipiente de combustión y dos elementos carburados de gran masa en el procedimiento de ser unidos de acuerdo con la presente invención.

20 Con referencia específica a la forma de la invención ilustrada en los dibujos, las etapas básicas del presente método se muestran en el diagrama del procedimiento de fabricación de la figura 1, según el cual: A: soportar el elemento a carburar en un recipiente de combustión de carbono.

25 B: calentar el recipiente y el elemento a una temperatura de aproximadamente 1800°C como mínimo, estando constituida esencialmente la atmósfera de calentamiento por carbono y nitrógeno como constituyentes gaseosos reactivos.

30 C: continuar el calentamiento hasta que el elemento

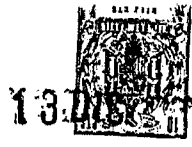
10.12.1968



adquiere un color dorado.

D: enfriar el elemento carburado en una atmósfera no oxidante. Más específicamente, y como se muestra en las figuras 2 y 3, para carburar un elemento filamento-
5 filamento de acuerdo con la presente invención, el elemento filamento-
filamentoso 10, que está constituido por tántalo o por una aleación que contiene principalmente tántalo, se soporta en toda su longitud en un crisol de grafito 12 que está provisto de una ranura 14 para alojar en la misma el
10 elemento filamento. En la figura 4 se muestra una construcción alternativa de crisol y filamento, en la que el elemento filamento 10a tiene la forma de un filamento de sección múltiple, tal como puede utilizarse en una lámpara de proyección. Este filamento está montado en el
15 crisol de combustión modificado 12a, el cual está provisto de una pluralidad de ranuras de alojamiento 14a adaptadas para retener el filamento de sección múltiple 10a durante el procedimiento de carburación, como se explica más adelante en la Memoria.

20 Desde un punto de vista de producción es preferible carburar una pluralidad de filamentos al mismo tiempo y esto se realiza fácilmente apilando una pluralidad de los crisoles 12a en un recipiente de combustión de grafito que los rodea por todas sus partes, 16, como se
25 muestra en la figura 5. El uso de los crisoles apilados tal como se muestra en la figura 5 se describe en la Patente Británica 1.116.617. Debe entenderse que el material filamento puede estar constituido inicialmente por tántalo o una aleación que contenga principalmente tántalo,
30 como es bien sabido. Por ejemplo, en la Patente Núm.



3.022.437, de fecha 20 de febrero de 1962, se describe que metales tales como titanio, torio, vanadio, niobio, molibdeno, wolframio y uranio pueden alearse con el tántalo en la formación del filamento de carburo. Asimismo, en la Patente Núm. 3.022.436, de fecha 20 de febrero de 1962, se describe que pueden alearse zirconio y hafnio con el tántalo antes de la carburación. Como cosa de carácter práctico, se ha encontrado que un carburo de wolframio-tántalo homogéneo que esté constituido aproximadamente por 90% en peso de carburo de tántalo y 10% en peso de carburo de wolframio forma el material filamentosos más adecuado para una lámpara de alta intensidad tal como una lámpara de proyección, cuando se carbura de acuerdo con la presente invención.

Conforme a la presente invención, el material filamentosos de tántalo o aleación constituida principalmente por tántalo se conforma en primer lugar con arreglo a su configuración deseada, que puede ser un arrollamiento, como se muestra en las figuras precedentes, o un doble arrollamiento, y una tal construcción es bien conocida en la técnica de fabricación de filamentos. El filamento a carburar se soporta en un recipiente de combustión que se compone esencialmente de carbono como único componente del recipiente que puede reaccionar con el tántalo, y en el ejemplo específico que se ha descrito antes en la memoria, el recipiente está constituido por grafito. En el caso de un filamento, el recipiente 16, como se muestra en la figura 5, se calienta a continuación para calentar el elemento filamentosos de una manera prácticamente uniforme en toda su masa a una temperatura comprendida



entre 1800°C aproximadamente y 2500°C aproximadamente mientras que simultáneamente se mantienen la temperatura de calentamiento por debajo de la temperatura requerida para fundir cualquier porción superficial del elemento filamentosos 10 ó 10a. La atmósfera de calentamiento dentro del recipiente se compone esencialmente de carbono, nitrógeno y gas inerte, y en ella la relación volumétrica de nitrógeno a gas inerte está comprendida entre aproximadamente 10/90 y aproximadamente 60/40.

5

El nitrógeno tiene un efecto totalmente inesperado al acelerar la carburación del filamento, y su uso permite que la carburación se efectúe de un modo muy rápido a una temperatura relativamente baja, lo cual contrasta con las temperaturas de carburación utilizadas en las prácticas de la técnica anterior. Se continúa el calentamiento del recipiente hasta que el elemento filamentosos adquiere el color dorado y el peso del carburo de tántalo prácticamente estequiométrico, y después de ello el recipiente y el elemento filamentosos se enfrían en una atmósfera no-oxidante, tal como una atmósfera de gas inerte.

10

15

20

Como se ha mencionado arriba, el nitrógeno tiene un efecto acusado al acelerar la carburación y existe cierta tendencia a fundir porciones de la superficie del elemento filamentosos durante las etapas iniciales del calentamiento si la temperatura de calentamiento es demasiado alta. Por esta razón, es preferible calentar inicialmente el elemento filamentosos a una temperatura comprendida desde alrededor de 1800°C hasta alrededor de 2100°C durante al menos 10 minutos aproxi-

25

30



madamente, estando constituida la atmósfera del recipiente durante este calentamiento inicial fundamentalmente por carbono y gas inerte. Después de ello, se introduce nitrógeno en la atmósfera en las proporciones arriba indicadas y se mantiene preferiblemente la temperatura de calentamiento entre 2100°C aproximadamente y 2300°C aproximadamente durante una hora poco más o menos. La relación de nitrógeno a gas inerte no es particularmente crítica, pero preferiblemente se mantiene en una relación volumétrica de nitrógeno a gas inerte de 30/70 aproximadamente.

En ensayos de control, se carburaron tres arrollamientos idénticos de 381 micras (90% Ta - 10% W) utilizando los mismos tiempos y temperaturas de calentamiento, variando únicamente las atmósferas. En un primer ensayo, el elemento filamentososo se calentó a una temperatura de 1800°C durante 20 minutos en una atmósfera de argón y carbono, y después de ello se calentó el mismo elemento durante una hora a una temperatura de 2400°C en una atmósfera de argón y carbono. El filamento resultante estaba muy defectuosamente carburado y se encontró que su composición era $TaC_{0,32}$. Se repitió el ensayo anterior con un filamento idéntico excepto que el calentamiento inicial a 1800°C durante veinte minutos se llevó a cabo en una atmósfera de 30 por ciento en volumen de nitrógeno y 70 por ciento en volumen de argón, efectuándose el calentamiento posterior a 2400°C en la atmósfera de argón. El filamento resultante estaba todavía deficientemente carburado y presentaba la composición $TaC_{0,65}$. En un último ensayo, el calentamiento inicial se llevo a cabo



en argón, y el calentamiento posterior a 2400°C se efectuó en una atmósfera constituida por 30 por ciento en volumen de nitrógeno y 70 por ciento en volumen de argón. Esto dió lugar a un filamento que era prácticamente TaC.

5 Debe entenderse que el carbono que está presente en la atmósfera durante la carburación es introducido por el carbono que se volatiliza del crisol de soporte y del recipiente del grafito circundante.

El presente procedimiento puede utilizarse también para unir el elemento filamentosos a un soporte de carburo de tántalo para el mismo durante el procedimiento de carburación. Más particularmente, haciendo de nuevo referencia a la figura 4, cada varilla soporte 18 está constituida inicialmente por tántalo y se inserta dentro de una porción extrema que se prolonga del filamento de secciones múltiples 12a. Durante la técnica de carburación tal como se ha descrito anteriormente en la Memoria, tanto el elemento filamentosos 10a como las varillas 18 se carburarán, y durante esta carburación se establecerá una unión o soldadura por difusión entre la porción más externa del elemento filamentosos 10a y las varillas 18.

10

15

20

Una lámpara de proyección 20 que incorpora el presente filamento de carburo de tántalo se muestra en la figura 6. En resumen, la lámpara 20 comprende una ampolla de vidrio transmisora de luz 22 que termina en una base 24 que tiene clavijas 26 unidas a ella para la finalidad de establecer el contacto eléctrico. Las clavijas van conectadas eléctricamente a un bastidor soporte 28 situado en el interior de la ampolla y que dispone de ejes 30 conectados entre sus extremos. El filamento 10a

25

30

13 DIC.



5 se monta mecánicamente dentro de la ampolla establecien-
do conexión eléctrica mediante elementos de soporte y
contacto 32 a las varillas 18, y las secciones indivi-
duales del filamento 10a van soportadas por alambres su-
10 plementarios de soporte 34. El gas de llenado de la am-
polla es preferiblemente nitrógeno o nitrógeno con gas
inerte. Un filamento 10 ó 10a, fabricado de acuerdo con
la presente invención, puede contener de 0,05 a 0,5 por
ciento en peso de nitrógeno, referido al peso total del
15 filamento, antes de que tenga lugar incandescencia al-
guna del filamento dentro de la ampolla de la lámpara.
Parece ser que la presencia de este nitrógeno combinado
químicamente se debe al presente método de carburación,
y actúa mejorando el rendimiento de la lámpara a tem-
peraturas de operación muy elevadas tales como 3500°K
o mayores.

El método precedente puede utilizarse también
para unir elementos finos de tántalo metálico o de alea-
ciones que contengan principalmente tántalo metálico
20 mientras que simultáneamente se convierten los elementos
en carburo de tántalo o en una aleación que contenga prin-
cipalmente carburo de tántalo, pudiendo carburarse y
unirse elementos que tengan hasta 1,27 mm de espesor.
La técnica es esencialmente la misma que se muestra en
25 las figuras 4 y 5, donde cada varilla 18 representa uno
de los elementos finos y las porciones más externas del
filamento 12a representan otro de los elementos finos.
En resumen, los elementos a unir se soportan en el re-
cipiente de combustión puestos en contacto entre sí. Se-
30 guidamente se calienta el recipiente para calentar los

10.12.1968



7301

5 elementos a unir de un modo prácticamente uniforme en
toda su masa hasta una temperatura comprendida entre apro-
ximadamente 1800°C y aproximadamente 2500°C, mientras se
mantiene la temperatura de calentamiento por debajo de
la requerida para fundir cualquier porción de la super-
ficie de los elementos a unir. La atmósfera de calenta-
miento, como en el caso anterior, se compone esencial-
mente de carbono vaporizado del recipiente, nitrógeno
y gas inerte, estando comprendida la relación volumétri-
ca de nitrógeno a gas inerte aproximadamente entre 10/90
y 60/40. Se continúa este calentamiento hasta que los
elementos adquieren el color dorado del carburo de tánta-
lo prácticamente estequiométrico, y después de ello se
enfrian los elementos en una atmósfera no-oxidante, Con
objeto de efectuar la carburación de un modo relativamente
rápido, la temperatura de carburación debería ser como
mínimo de unos 1800°C, y no debería exceder de los
2500°C aproximadamente para reducir al mínimo toda ten-
dencia a la fusión o a la pulverización del material que
se está carburando. Si bien el carburo de tántalo, por
naturaleza, posee un punto de fusión extremadamente alto,
al parecer el punto de fusión del sistema ternario
tántalo-carbono-nitrógeno es relativamente bajo.

15 El método presente puede utilizarse también
para unir elementos de masa relativamente grande que es-
tán constituidos por carburos metálicos refractarios, y
una tal técnica se muestra en la figura 7. De acuerdo
con la presente invención, los elementos de gran masa a
unir 36 se carburan previamente con arreglo a técnicas
conocidas. Después de esto, se colocan en el recipiente



1301

de combustión de grafito 48 y se pone entre los elementos a unir y en contacto con los mismos una lámina de tántalo metálica, polvo de tántalo o una aleación que contenga principalmente polvo de tántalo, 40. Después

5 de ello, se calienta el recipiente 38 para calentar los elementos a unir, 36, así como la lámina o polvo de tántalo 40 interpuesta entre ellos, a una temperatura de 1800°C como mínimo, estando constituida esencialmente

10 la atmósfera de calentamiento por carbono y nitrógeno como únicos gases reactivos, y siendo cualquier componente gaseoso residual gas inerte, siendo la relación volúmetrica de nitrógeno a gas inerte de 10/90 como mínimo. Se continúa el calentamiento hasta que la lámina o polvo de tántalo 40 adquiere el color dorado del carburo de

15 tántalo prácticamente estequiométrico, lo cual indicará que los elementos carburados 36 de gran masa se han unido. Después de ello, los elementos carburados unidos se enfrían en una atmósfera no-oxidante. Al unir estos elementos, la limitación principal en cuanto a la temperatura máxima parece ser la del recipiente de combustión, ya que la lámina metálica o polvo de tántalo 40 que se carbura para llevar a cabo la unión rápida puede fundirse durante el procedimiento de carburación y unión.

20 Por lo demás, no parece existir limitación alguna en cuanto al porcentaje de nitrógeno que se utiliza, y en algunos ensayos se han empleado temperaturas de carburación de 3100°C con una atmósfera constituida esencialmente por carbono vaporizado y nitrógeno como únicos constituyentes gaseosos, para unir rápidamente los elementos

25 carburados de gran masa. Aparentemente, el efecto del

30



430

5 nitrógeno en este procedimiento es acelerar el procedimiento de carburación, cualquiera que sea la temperatura de carburación. A temperaturas de carburación más bajas, tales como desde 1800°C a 2500°C, es extremadamente difícil efectuar tal unión sin el empleo de un 10% en volumen de nitrógeno como mínimo en la atmósfera de carburación.

10 La técnica precedente para unir los elementos carburados de gran masa puede utilizarse para unir cualquier carburo refractario tal como los carburos de tantalato, wolframio, molibdeno o niobio, aunque la aplicación de la técnica a la unión de elementos de carburo de tantalato o de elementos que contienen principalmente carburo de tantalato es probablemente la más útil debido a la temperatura de fusión extremadamente alta del carburo de tantalato.

15 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el día 18 de Enero de 1968, bajo el número 698.962, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de invención en España por veinte años son los si-



güentes:

5 1.- Un método para carburar rápidamente un elemento constituido por tántalo o por una aleación que contenga principalmente tántalo, método que comprende: soportar dicho elemento en un recipiente de combustión constituido esencialmente por carbono como único componente del recipiente que puede reaccionar con el tántalo; calentar dicho recipiente para llevar dicho elemento a una temperatura de 1800°C como mínimo, estando constituida la atmósfera de calentamiento por carbono, nitrógeno y gas inerte y siendo la relación volumétrica de nitrógeno a gas inerte de 10/90 como mínimo; continuar dicho calentamiento hasta que dicho elemento adquiere el color dorado del carburo de tántalo prácticamente estequiométrico; y enfriar dicho elemento carburado en una atmósfera no-oxidante.

10 2.- Un método según la reivindicación 1, en el que dicho recipiente se calienta para calentar dicho elemento de un modo sustancialmente uniforme en toda su masa hasta una temperatura comprendida entre 1800°C y 2500°C mientras que se mantiene la temperatura de calentamiento por debajo de la requerida para fundir cualquier porción superficial de dicho elemento filamentosos, estando constituida la atmósfera de calentamiento esencialmente por carbono, nitrógeno y gas inerte, y siendo la relación volumétrica de nitrógeno a gas inerte desde 10/90 hasta 60/40.

15 3.- Un método según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que dicho elemento está soportado prácticamente en toda su longitud por un soporte de grafito en dicho



recipiente de combustión.

5 4.- Un método según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, en el que dicho recipiente se calienta inicialmente para calentar dicho elemento a una temperatura comprendida entre 1800°C y 2100°C durante diez minutos como mínimo, estando constituida la atmósfera del recipiente durante este calentamiento inicial esencialmente por carbono y gas inerte.

10 5.- Un método según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, en el que dicho recipiente se calienta inicialmente para calentar dicho elemento en una atmósfera constituida esencialmente por carbono y gas inerte a una temperatura de 1800°C aproximadamente durante veinte minutos, y después de ello se calienta dicho recipiente para calentar dicho elemento en una atmósfera constituida esencialmente por carbono, nitrógeno y gas inerte a una temperatura comprendida entre aproximadamente 2100°C y 2300°C durante una hora aproximadamente.

20 6.- Un método como el reivindicado en la reivindicación 5, en el que la relación volumétrica de nitrógeno a gas inerte es aproximadamente de 30/70.

7.- Un método según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, en el que dicho elemento tiene forma de filamento.

25 8.- Un método según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, en el que dicho elemento comprende varios elementos formados por tantalio metálico o aleaciones que contienen principalmente tantalio metálico, los cuales deben unirse, mientras que simultáneamente se
30 convierten en carburo de tantalio o en aleación que contie-



ne principalmente carburo de tántalo.

5 9.- Un método según la reivindicación 8, en el que dicho elemento comprende elementos de masa relativamente grande de carburo de tántalo o carburo que contiene principalmente carburo de tántalo, y dicho método comprende soportar dichos elementos en contacto inmediato en el recipiente de combustión e incluye entre las porciones de dichos elementos a unir, y en contacto con dichos elementos, una lámina fina o un polvo de tántalo metálico o aleación de tántalo que contiene principalmente tántalo metálico.

10 10.- Un método para carburar rápidamente un elemento constituido por tántalo o por una aleación que contenga principalmente tántalo.

15 Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

La presente memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

13 MAR. 1969

Alberto de Euzkadi
Por Poderes

10.1.1969
SAPX



13 DEC

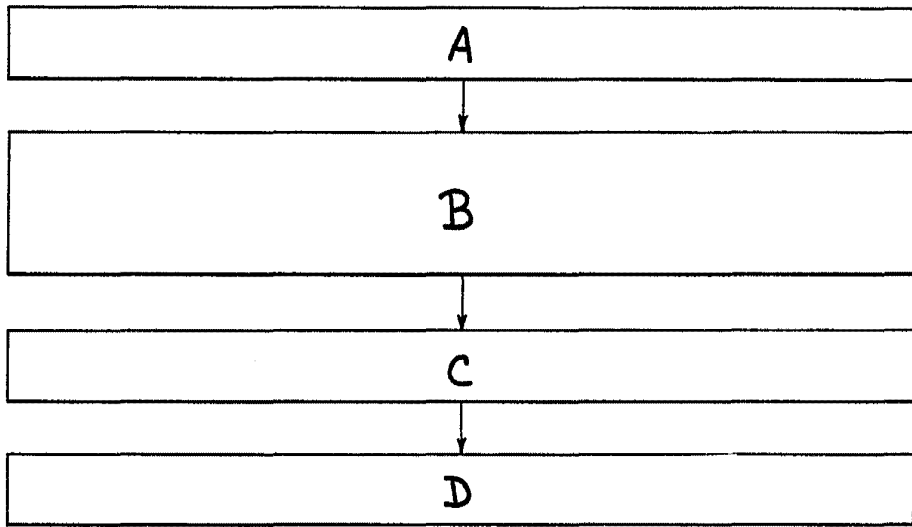


FIG. 1.

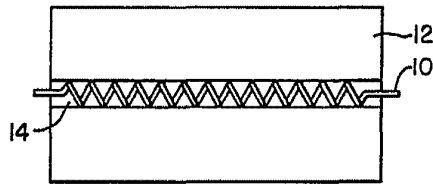


FIG. 2.

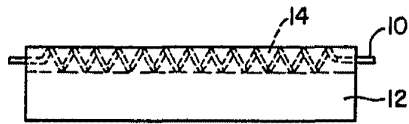


FIG. 3.

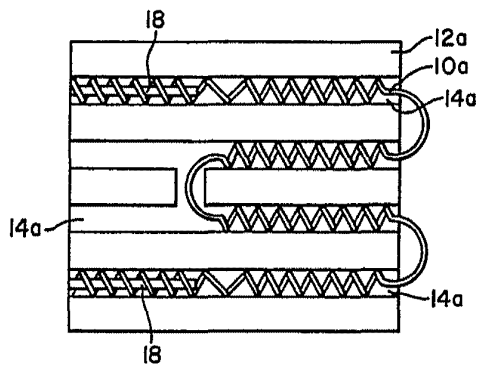


FIG. 4.

Handwritten signature or mark at the bottom right of the page.

13 DIL

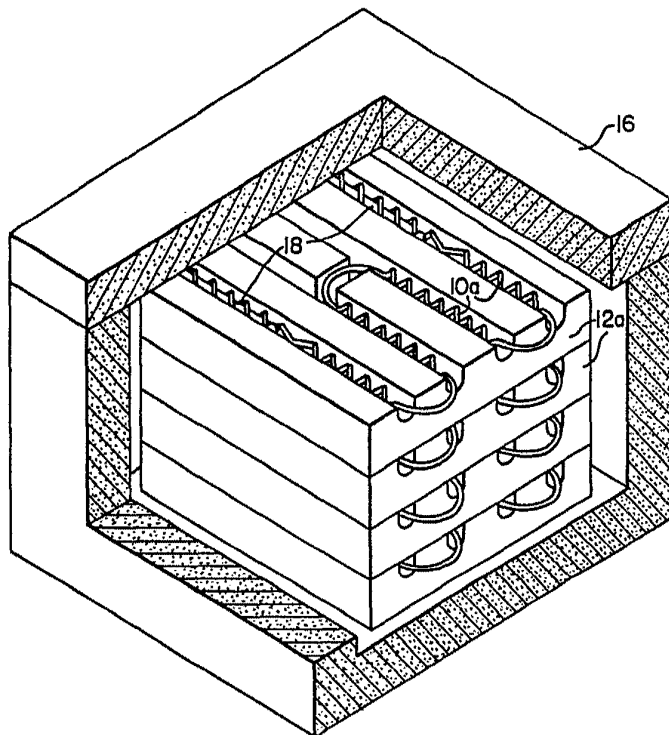


FIG. 5.

FIG. 6.

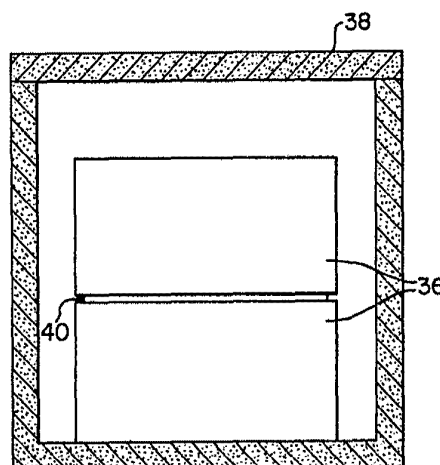
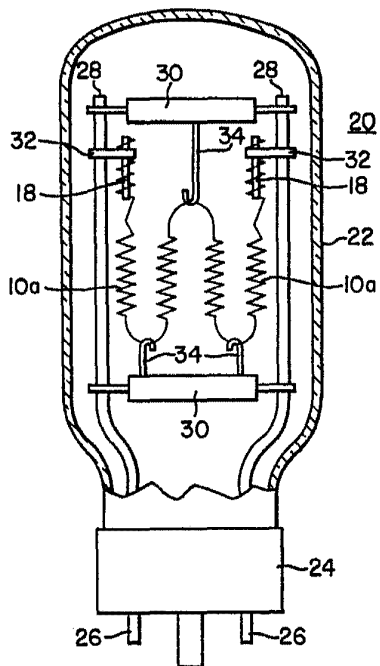


FIG. 7.

Handwritten signature or mark at the bottom right of the page.