

METALE NIEŻELAZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Metoda sprawdzania obecności składników lotnych w metalach stosowanych w przyrządach elektropróżniowych	0804-02
		Grupa katalogowa III 59

1. WSTĘP

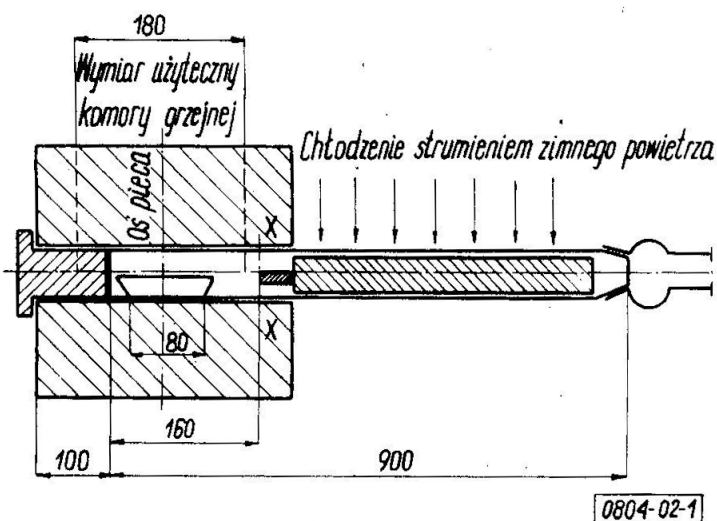
1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda sprawdzania obecności składników lotnych w metalach stosowanych do wyrobu części do przyrządów elektropróżniowych, głównie do lamp elektronowych.

1.2. Zastosowanie normy. Normę należy stosować w celu stwierdzenia w materiałach przeznaczonych do wyrobu przyrządów elektropróżniowych obecności składników lotnych i ewentualnego określania ich składu jakościowego za pomocą analizy spektralnej.

1.3. Określenia. Składniki lotne są to wszystkie pierwiastki, których prężność par jest większa od prężności par miedzi.

2. METODA SPRAWDZANIA

2.1. Zasada sprawdzania. Badany materiał umieścić w rurze kwarcowej w próżni i podgrzewać do określonej temperatury, większej od temperatury pracy danego materiału w gotowym wyrobie, np. w lampie elektronowej. Składniki lotne znajdujące się w materiale wydzielają się z niego i osadzają na powierzchni czołowej chłodzonej elektrody spektralnej, w miejscu X-X zaznaczonym na rys. 1.

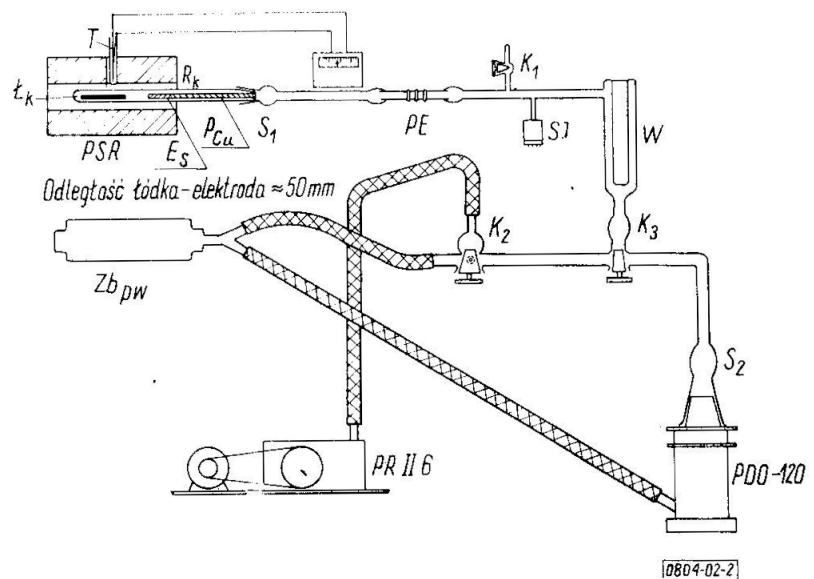


Rys. 1. Rozmieszczenie próbki elektrody spektralnej i pręta chłodzącego w piecu

Wystąpienie łatwo dostrzegalnego osadu na powierzchni elektrody wskazuje na zanieczyszczenie materiału składnikami lotnymi. Jakościowy skład osadu można określić przez dokonanie analizy spektralnej elektrody.

2.2. Urządzenie do sprawdzania obecności składników lotnych

2.2.1. Opis urządzenia (rys. 2). Urządzenie składa się z poziomo ustawionego elektrycznego pieca rurowego PSR-0, który może być przesuwany poziomo. Piec ma szafę sterowniczą z zasilaczem i z regulatorem temperatury z dokładnością do 1,5%.



Rys. 2. Schemat urządzenia

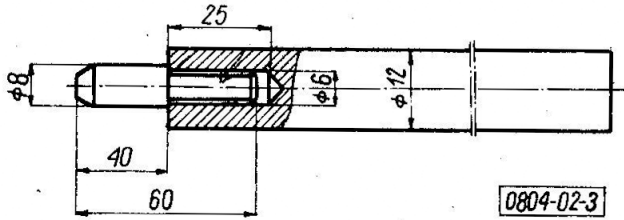
Wewnątrz pieca jest umieszczona przezroczysta rura kwarcowa, zakończona szlifem S_1 . Druga część szlifów jest wykonana ze szkła twardego i połączona elastycznym przegubem metalowym z wymiarką na ciekły azot W. Przegub elastyczny zabezpiecza rurę kwarcową przed uszkodzeniem podczas obsługi stanowiska, a szczególnie podczas przesuwania pieca.

Krany K_2 i K_3 umożliwiają wstępne odpompowanie urządzenia pompą rotacyjną, a następnie pompowanie pompą dyfuzyjną. Sonda S_3 , połączona z kanałem próżniowym, pozwala na pomiar ciśnienia w urządzeniu za pomocą próżniomierza jonizacyjnego. Kran K_1 służy do zapowietrzania rury kwarcowej bez konieczności wyłączenia pompy dyfuzyjnej. Wewnątrz

Przemysłowy Instytut Elektroniki

Ustanowiona przez Zjednoczenie Przemysłu Elektronicznego i Teletechnicznego „Unitra”
dnia 29 kwietnia 1967 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1968 r.
(Mon. Pol. nr 49/1967, poz. 247)

rury kwarcowej znajduje się łódka do umieszczania próbki, wykonana również z kwarcu, oraz pręt chłodzący z miedzi próżniowej. Sposób połączenia elektrody z prętem chłodzącym pokazano na rys. 3. Wystający z pieca koniec rury kwarcowej wraz z umieszczonym wewnątrz niej prętem chłodzony jest strumieniem zimnego powietrza.



Rys. 3. Połączenie elektrody spektralnej E_s z prętem chłodzącym P_{Cu} (lekko wciskane)

2.2.2. Wyposażenie

a) Piec sylitowy rurowy PSR-0 o średnicy otworu 25 mm z szafą sterowniczą umożliwiającą zasilanie pieca oraz regulację temperatury z dokładnością do 1,5%.

b) Rura kwarcowa przezroczysta R_k o średnicy zewnętrznej $20 \div 22$ mm, zakończona szlifem; długość rury wraz ze szlifem 1000 mm.

c) Szlif szklany S_1 .

d) Przegub elastyczny PE z tombaku oraz z dwóch rurek kowarowych.

e) Kran do zapowietrzania rury kwarcowej K_1 .

f) Sonda jonizacyjna SJ.

g) Wymrażarka na ciekły azot W.

h) Krany próżniowe szklane K_2 i K_3 .

i) Zbiornik próżni wstępnej Zb_{pw} .

j) Szlif na flanszę pompy dyfuzyjnej S_2 .

k) Pompa rotacyjna dwustopniowa PR-II-6 o wydajności $6 \text{ m}^3/\text{godz}$.

l) Pompa dyfuzyjna olejowa PDO-120 o wydajności 120 l/s.

ł) Pręt chłodzący P_{Cu} z miedzi próżniowej.

m) Elektroda spektralna E_s z miedzi spektralnie czystej.

n) Termometr termoelektryczny T.

2.3. Pobieranie i przygotowanie próbek

2.3.1. Pobieranie próbek. Po sprawdzeniu w materiałach obecności składników lotnych pobiera się próbki w ilości około 5 g z każdego wytopu. Próbki w taśmach powinny mieć kształt wąskich płytek, o wymiarach 2×60 mm i grubości odpowiadającej grubości taśmy. Próbki drutu otrzymuje się przez przecięcie go na odcinki długości 60 mm.

2.3.2. Przygotowanie próbek. Badaną próbkę należy dokładnie oczyścić przez mycie w trójchloroetylenie, alkoholu i wodzie destylowanej. Po umyciu próbkę wysuszyć.

2.4. Wykonanie sprawdzenia

2.4.1. Postępowanie przy sprawdzaniu zawartości składników lotnych. Przed przystąpieniem do pomiaru łódkę kwarcową oraz rurę kwarcową należy dokładnie oczyścić z wszelkiego rodzaju nalotów, plam i zabrudzeń. Jeżeli rura kwarcowa ma naloty lub plamy, których nie można usunąć przez mycie "chromianką", należy ją wyżarzyć w powietrzu /nie zamykając szlifi/. Maksymalna temperatura wyżarzania 1300°C . Odważoną i dokładnie odtłuszczoną próbkę umieścić w łódce i wsunąć do rury kwarcowej w jej położenie krańcowe. Następnie wsunąć elektrodę spektralną wraz z prętem chłodzącym tak, aby odległość między łódką a powierzchnią czołową elektrody spektralnej wynosiła ok. 30 mm. Połączyć rurę kwarcową za pomocą szlifi S_1 z układem pompowym i odpompować urządzenie pompą rotacyjną. Przed włączeniem pompy dyfuzyjnej sprawdzić próżnię za pomocą iskiernika lampowego /kolor wyładowania gazu bładniebieski/. Odpompować urządzenie do ciśnienia $1 \cdot 10^{-4}$ Tr. Po osiągnięciu wymaganej próżni nasunąć na rurę kwarcową piec elektryczny nagrany uprzednio do temperatury podanej w normie przedmiotowej dla danego materiału. Piec należy nasunąć na rurę kwarcową w ten sposób, aby łódka z badaną próbką znajdowała się w strefie najwyższej temperatury. W czasie podgrzewania i wygrzewania wystający koniec rury kwarcowej wraz z umieszczonym wewnątrz prętem chłodzić strumieniem zimnego powietrza.

W wyniku intensywnego ochłodzenia wystającego końca rury i pręta miedzianego oraz na skutek znacznie większego współczynnika przewodności cieplnej szkła kwarcowego w przekroju X-X (rys. 1) najzimniejszym punktem będzie koniec elektrody spektralnej. Pierwiastki lotne odparowujące z badanej próbki kondensują się na najzimniejszym miejscu, tzn. na końcu elektrody spektralnej.

W przypadku małych różnic temperatur czoła elektrody spektralnej i powierzchni szkła, odparowujące pierwiastki lotne mogą osadzać się również na powierzchni szkła.

Skład jakościowy nalotu ustala się metodą analizy spektralnej.

2.4.2. Ocena wyników. Wydzielanie się pierwiastków lotnych /wystąpienie nalotu na końcu elektrody spektralnej/ jest oznaką ich istnienia w badanym materiale i stanowi powód do niedopuszczenia badanego materiału do produkcji przyrządów elektropróżniowych i lamp elektronowych.

Materiały stosowane do produkcji lamp elektronowych i przyrządów elektropróżniowych nie powinny dawać nalotów pierwiastków lotnych.