

Бондаренко Ю.Н.

ЛАБОРАТОРНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

Изготовление газоразрядных источников света для лабораторных целей и многое другое

Содержание:

Предисловие

Часть 1. О материалах и оснастке

Глава 1. Стекло как материал	3
Глава 2. Не главное, но необходимое о стекле	6
Глава 3. Металлы	12
Глава 4. Токарная обработка деталей	21
Глава 5. Припой и пайка	29
Глава 6. Неметаллические материалы	31
Глава 7. Клеи и их применение	34
Глава 8. Оснастка и стеклодувные работы	36
Глава 9. Электролизёр для получения гремучего газа	47
Глава 10. Печи	50
Глава 11. Синтез материалов и веществ	54
Глава 12. Получение щёлочных и щёлочноземельных металлов	59
Глава 13. Приготовление припоев	63

Часть 2. Технология изготовления газоразрядных источников света и фотоэлементов для лабораторных целей.

Глава 14. Оболочка прибора	64
Глава 15. Откачка и заполнение	68
Глава 16. Стеклодувные операции	70
Глава 17. Отжиг	73
Глава 18. Отпайка изделий от поста	74
Глава 19. Изготовление ножек	75
Глава 20. Изготовление и тренировка ламп	77
Глава 21. Изготовление высокочастотных ламп-«шариков»	77
Глава 22. Изготовление трубок Гейслера	79
Глава 23. Тренировка гейслеровой трубки	82
Глава 24. Трубки с атомарным водородом	83
Глава 25. Изготовление фотоэлемента из Cs ₂ Te	86
Глава 26. Изготовление йодной ячейки	88

Часть 3. В заключение

Глава 27. Голография	91
Глава 28. Нечеловеческие формы жизни в лаборатории	94
Глава 29. Отношения с заказчиком (наиболее серьёзная тема)	96
Глава 30. Правила работы	97

Литература	97
------------------	----

Предисловие.

Как ни странно, для создания уникальных физических приборов наука до сих пор часто нуждается в услугах так называемых «народных умельцев», которые могут изготавливать всё, что нужно экспериментатору и если не на высшем уровне, зато по индивидуальным заказам экспериментаторов. При этом чаще всего приходится прибегать к приёмам кустарного производства. Это, в частности, касается и изделий из стекла.

П.Л.Капица смог поставить некоторые из своих уникальных экспериментов только потому, что у него работал отличный мастер — стеклодув Петушков. После того, как в Англии умер скромный мастер — оптик, возникли сложности с получением сверхточных плоскостей к интерферометрам Фабри-Перо, а уход на другую работу химика в США затруднил изготовление йодных ячеек для спектроскопии высокого разрешения.

Эти факты показывают, что, во первых, изготовление уникальных, часто единственных в мире изделий и, соответственно, постановка эксперимента, может зависеть от случайностей. С другой стороны, нельзя терять тот опыт, который приобретается годами и безвозвратно уходит вместе с мастером.

Следует помнить, что технические возможности всё время расширяются, меняется экспериментальная база. Было бы неправильно время от времени не издавать такие книги, как книга Стронга «Практика современной физической лаборатории» или Аггенера «Техника физического эксперимента». В эту же серию можно внести книгу Зимина «Стеклодувное дело» и многие другие.

(Большой список этих книг мы приводим в конце, но он, конечно, далеко не полный). Мы хотим обратить внимание читателя на вот какой факт: первые две написаны экспериментаторами-физиками, а третья — узким специалистом высокого класса.

У обоих типов авторов есть свои недостатки. С одной стороны — недостаточный профессиональный рабочий навык у физиков, которых более всего интересует сам эксперимент, а у профессионала-стеклодува ниже уровень понимания «физики изделия», которую он постигает больше руками, чем головой и понимания значения изготавливаемого прибора в комплексе эксперимента.

Автора этой книги трудно упрекнуть в недостаточной разносторонности, хотя он и изрядно поглупел за период «демократических преобразований», но ещё кое-что умеет и решил свой практический опыт не «зарывать в землю». Приведенные в этой книге сведения и приёмы найдены или самим автором или взяты из литературы. В большинстве случаев они не снабжены сносками. Каждый читатель вправе считать их своими и применять на благо науки и людей по своему усмотрению.

Часть 1. О материалах и оснастке

Глава 1. Стекло как материал

Большинство газоразрядных приборов (а к ним мы относим и вакуумные лампы) имеют стеклянную оболочку. О свойствах стекла написано очень много. Мы приведём только самые важные, на наш взгляд, сведения, а подробности следует искать в специальной литературе, список которой приведён в конце книги. Мы же укажем на специфические трудности именно единичного и мелкосерийного производства в условиях лаборатории.

Они таковы: часто приходится пользоваться стеклом случайного происхождения, и таким, которое долго хранилось в неподходящих условиях.

Из этого стекла приходится делать детали, которые в дальнейшем спаиваются между собой и с металлами на стеклодувной горелке. Учитывая тот факт, что только термостойких стёкол

типа «Пирекс» существует несколько сортов отечественного и зарубежного производства и они имеют коэффициент теплового расширения отличающийся, хотя и незначительно, друг от друга, бесконтрольное их применение может привести к растрескиванию уже готовых изделий, в том числе и у заказчика.

Спаивать стёкла одной плавки можно без ограничений, но в пределах даже одного класса стёкол (например, молибденовых) контроль уже необходим.

Поэтому предметом первой необходимости при наших работах будет **поляриметр** для контроля натяжений в деталях и готовых изделиях. Разумеется, применяться он будет как полярископ, то есть для качественных измерений, которых в нашем случае вполне достаточно. Как показали наблюдения автора, стеклодувы-профессионалы «ремесленного» типа таким контролем пренебрегают, полагаясь на многолетнюю практику. Это в корне неверно. **Поляриметр для стеклодува должен быть таким же повседневным инструментом, как штангенциркуль для токаря.**

Если нет полярископа промышленного изготовления, то следует изготовить хотя бы самодельный из стопы стеклянных пластин вместо поляризатора и поляризационного светофильтра от фотоаппарата вместо анализатора.

Обойтись без него можно либо для простых изделий, типа пробирки, да и то не всегда, либо в случае, если для уже известных, освоенных в производстве изделий применяется надёжный контролируемый отжиг.

С другой стороны, учитывая тот факт, что наличие видимых натяжений ещё не ведёт фатально к появлению трещин, и изделия на переходных стёклах, имеющие натяжения в допустимых пределах, вполне работоспособны в течении многих лет, следует подходить к вопросу о натяжениях, сообразуясь с опытом. В любом случае, если стекла в спае имеют отличный друг от друга К.Т.Р., весьма желательно изготовить несколько модельных спаев, поцарапать их ножом для резки стекла и оставить на несколько дней. Если появятся трещины, то таких спаев следует избегать (о том, как проверить соответствие К.Т.Р. спаиваемых стёкол друг другу — смотри ниже).

Состояние поверхности стекла имеет первостепенное значение как для стеклодувных работ, так и для готовых изделий. Сильно загрязнённое жиром стекло следует промыть чистым растворителем и протереть влажной тряпочкой.

После этого стекло не должно иметь видимых загрязнений. Если они остались, то трубку следует промыть слабым (5%) раствором азотной, а при нерастворимых и прочно сидящих на поверхности стекла загрязнениях — и плавиковой кислоты или бифторида натрия (фтористый натрий и какая-либо кислота по 5%).

Эта операция может привести к матированию поверхности некоторых стёкол, поэтому её следует применять с известной осторожностью (впрочем, заматированная таким образом трубка становится прозрачной после обработки на стеклодувной горелке). Обработка стекла кислотами с целью очистки эффективна только в том случае, если оно не загрязнено жиром. Мелкие изделия из стекла можно очищать от органики обжигом на пламени горелки или в печи для отжига с последующим травлением. При этой операции необходимо следить, чтобы не «поднять» с поверхности стекла загрязнения типа ртути, селена, мышьяка и других легко летучих ядовитых веществ. **Подобные работы, особенно со стеклом, бывшим в работе у химиков, необходимо делать только под хорошей тягой. Вообще говоря, химики должны тщательно очищать ту аппаратуру, которую они отдают в ремонт, но излишняя перестраховка здесь более уместна чем небрежность.**

Протирать трубки изнутри можно или продёрнув сквозь неё шнурок с привязанной чистой тряпкой — или с помощью длинного шомпола из металла (лучше нержавеющей), проталкивая сквозь трубку комки влажной ваты.

Арбузов — химик и стеклодув — в своей книге, ныне ставшей раритетом, предупреждает от возможности нанесения царапин на **внутреннюю** поверхность трубки при её протирке. Это

особенно важно при работе со стёклами, имеющими большой К.Т.Р. (платиновые стёкла) и толстыми стенками.

При быстром нагреве на горелке трубки с царапиной на внутренней поверхности она может растрескаться. Нагрев происходит неравномерно. Во внешнем слое трубки возникают напряжения сжатия. А внутренний слой с царапиной — будущей трещиной — растягивается (рис.1). Напряжения разрывают ослабленное трещиной стекло **вдоль трещины**. Появление продольных трещин при нагреве стекла может служить указанием на варварскую протирку внутренней поверхности. Стёкла группы «Пирекса» к таким повреждениям малочувствительны, а кварцевое стекло нечувствительно вовсе. Само собой разумеется, что чистить стекло песком или другими абразивами не следует. Очень грязное стекло, если так уж хочется, можно мыть мылом с чистыми опилками.



Рис.1

Промывка плавиковой кислотой позволяет использовать в работе и сильно повреждённое атмосферной коррозией молибденовое стекло, которое в непротравленном виде совершенно невозможно обрабатывать на горелке из-за сильной кристаллизации и образования микро течей в спаях. Внешний слой, обеднённый щелочными окислами и обогащённый кремнезёмом при этом удаляется.

Травильный раствор для стекла — 5% HF или 5% NaHF₂ всегда следует иметь под рукой в своей лаборатории. Хранить его, разумеется, следует в плотно закрытой полиэтиленовой (не стеклянной) посуде. На кожу рук он действует слабо, но **глаза при работе с ним следует защищать очками**.

Свойства стёкол определяются как химическим составом, так и физической структурой, которая, в свою очередь, может формироваться термической обработкой (см. технологию стёкол «Викор» и «кварцойдного» стёкла).

Например, алюмосиликатное стекло, из которых делают внешние колбы натриевых ламп высокого давления (довольно доступное стекло с К.Т.Р., немногим больше, чем у «Пирекса») имеет микроструктуру, невидимую глазом. Она возникает при охлаждении стекла после варки из-за того, что при низкой температуре стекло распадается на две не растворимые друг в друге при низких температурах стекловидные фазы. Структура этого стекла похожа по виду на поролон, и состоит из кремнезёмистого «скелета», в порах которого находится вторая фаза, обогащённая окислами бора и щелочных металлов. Это явление называется ликвацией.

Судя по тому, что стекло «Пирекс» прозрачно и не рассеивает свет, размер структурных элементов много меньше, чем длина световой волны.

Если изделие из этого алюмосиликатного стекла слегка протравить плавиковой кислотой для уничтожения богатого окисью кремния поверхностного слоя и затем выдержать в горячей разбавленной серной, соляной, а лучше — уксусной кислоте, то борно-щелочная фаза растворится, а кремнезёмистый скелет сохранит свою форму и внешний вид.

Нагрев затем изделие до температуры несколько сот градусов, можно наблюдать разрушение поверхностного выщелоченного слоя, который претерпевает сильную усадку при нагреве.

Этот слой, по структуре похожий на селикагель, удерживает в порах огромное (до 20%) количество воды.

Изделие из такого стекла с выщелоченным слоем при вакуумной откачке будет «газить», а при прогреве — разрушится, то есть для изготовления ламп оно негодно. (Но для других целей, например для изготовления полупроницаемых мембран, а может быть и адсорбционных криогенных вакуумных насосов, ловушек, оно может оказаться очень кстати).

Плавление выщелоченного стекла этой марки на кислородно-водородной горелке приводит к получению стекла с К.Т.Р. несколько больше, чем у кварца и менее тугоплавкого, чем он. Это стекло можно тем не менее с кварцем спаять.

Таким образом, хранение и обработка изделий из некоторых стёкол требует специальных условий и знания того, что можно и чего нельзя с ними делать. Если соблюдать условия хранения, обработки и эксплуатации, то стёкла описанного выше типа вполне пригодны для работы. (Колбы из этого стекла прекрасно могут служить **и годами служат** в натриевых лампах вне помещений).

Вообще говоря, неоднородное строение вследствие ликвации имеют многие стёкла, например, оптическое ЛК-5, «Пирекс», а также не стеклянные материалы, полученные из стёкол специального состава — ситаллы.

Специфические требования предъявляются и при обработке специальных стёкол — Линдемановского, — которое содержит ядовитую окись бериллия, очень «коротких» борлантановых и других. Да и мало ли ещё какие стёкла придётся паять!

Для стеклодува-универсала необходимо каждый раз подходить к изготовлению деталей из таких стёкол во всеоружии теоретических знаний и практических навыков. Большое значение имеет изучение как специальной, так и общеобразовательной литературы. Знания необходимо систематически пополнять и систематизировать.

Ниже мы приведём краткие сведения о стёклах, которые можно с пользой применить в лабораторной практике.

Глава 2. Не главное, но необходимое о стекле

Стекло известно человеку с древнейших времён. Ещё древние египтяне умели делать примитивные стёкла, сплавляя песок с содой и, вероятно, с другими компонентами. Не исключено, что технологию его плавки они подсмотрели при попадании соды в костёр, горящий на песке. Дальнейшее совершенствование технологии варки и выработки стёкол шло на протяжении всей истории человека. Делали стекло и в Киевской Руси. Большой вклад в технологию стекла внёс М.В. Ломоносов. Традиционным центром стеклоделия была средневековая Венеция, а позже — центральная Европа.

Мощный рывок в технологии стекла вызвала промышленная революция. Развитие приборостроения потребовало таких стёкол, о которых раньше и слыхом не слыхали.

Традиционные стёкла «построены на песке». Двуокись кремния составляет в них от 50% до 100%. Однако сейчас известны боратные, фосфатные, алюминатные, алюмосиликатные, боросиликатные, галлатные, германатные, теллуритные, фторбериллатные, халькогенидные и даже металлические стёкла. Есть ещё «жидкое стекло» — раствор силиката натрия или калия в воде и органические стёкла (плексиглас). Нас будут интересовать, в основном силикатные, боросиликатные и алюмосиликатные стёкла, которые применяются в виде полуфабрикатов — трубок, палочек, колб, листов.

Стекло можно обрабатывать на горелке, сверлить, шлифовать и полировать, получая детали с точностью поверхности до сотых долей микрона. Стеклодувы делят стёкла на «твёрдые» и «мягкие». Деление это условно и означает, в первом случае, тугоплавкое стекло с малым коэффициентом терморасширения, а во втором — легкоплавкое с большим. Есть также «длинные» и «короткие» стёкла. Первые медленно размягчаются при нагреве и медленно

затвердевают. Вторые быстро становятся жидкими, но зато и быстро затвердевают при понижении температуры.

Стёкла представляют собой, по существу, переохлаждённую жидкость, поэтому они не имеют температуры плавления, а имеют некую условную «температуру размягчения». Она определяется, исходя из ситуации. Выше неё стекло пластично, а ниже — это твёрдое тело.

Наиболее низкую из «нормальных» стёкол температуру размягчения имеет сплав окислов свинца и бора — около 250° . Наиболее высокую — 1200° — кварцевое стекло.

Будучи жидким, стекло может кристаллизоваться в определённом интервале температур. При обработке на горелке это приводит изделие в негодность. Однако, закристаллизовав стекло в специальных условиях, можно получить новый материал — ситалл. Ситаллов существует много видов и они имеют интересные и ценные для практики качества, но здесь мы их рассматривать не будем. Далее мы рассмотрим и кратко охарактеризуем те стёкла, с которыми наиболее часто приходится встречаться в лабораторной практике.

«Платиновые» стёкла

В них нет платины и других благородных металлов. Просто их можно спаять с платиной и этот спай не растрескается при охлаждении. Нет и молибдена в «молибденовом» стекле. А вот свинец в свинцовом стекле есть! Часто процентов тридцать окиси свинца. Такое стекло особо вакуум-плотное, «длинное» и хорошо паяется с другими стёклами, но темнеет при обработке на горелке. Посуду из свинцового стекла называют «хрустальной». С «горным хрусталём» — кристаллическим кварцем это стекло имеет не много общего.

Подробнее о стёклах можно прочесть в интересной книге М.В.Артамонова (и других авторов) «Химическая технология стекла и ситаллов.» — Стройиздат, 1983.

Стекло отечественных люминесцентных ламп может служить образцом «платинового» стекла. Оно хорошо паяется с платинитом и другими стёклами этой группы. (Тем не менее, при пайке с другими стёклами следует проверять наличие напряжений в спае). Это стекло «короче» чем аналогичное стекло ламп фирмы «Филлипс», не содержит свинца, затрудняющего обработку без кислорода, химически устойчивое. Оно может ограниченно паяться со свинцовым стеклом конуса кинескопа (последнее имеет меньший К. Т. Р. и рвёт колбу лампы при сквозном впае бусинки из такого стекла).

Если необходимо использовать ламповое стекло вместе с люминофором, то трубку необходимо отжечь в печи, установленной во дворе (не под тягой!) для полного удаления ртути при температуре около 500° Цельсия. При этой температуре ртуть испаряется, разлагаются окислы ртути и сорбированная люминофором ртуть переходит в свободное состояние и также улетучивается. Видимую глазом в лампе ртуть следует собирать для повторного использования.

Удалять люминофор с поверхности трубки можно или смывая его водой при помощи тряпки, либо стравливая кислотой. Ртуть при этом собирается в виде капель на дне сосуда с промыточной водой и её, после сбора и перегонки в вакууме, можно использовать для наполнения ламп. Люминофор можно также стереть чистой и сухой тряпкой. Отогнав из него ртуть в вакууме при продувке воздухом, можно повторно использовать его для различных целей. Если подразумевается повторное использование люминофора, то следует удалять и не использовать части люминофорного покрытия, загрязнённые продуктами разрушения электродов.

Отгонка ртути производится следующим образом: в трубку из стекла диаметром 10-15 мм и длиной 10-15 см вставляется плотная пробочка из прокалённого асбеста и рядом с ней делается перетяжка, для последующего отпаивания. Отступив от неё на несколько сантиметров, делаем ещё одну перетяжку, Это будет ампула для сбора ртути. Затем делаем такой же по диаметру, как перетяжка, капилляр длиной в 10 см, оканчивающийся оливкой для присоединения к вакуумному насосу. В трубку на пробочку из прокалённого асбеста насыпается столбиком длиной около десяти сантиметров сухой и, если надо, просеянный люминофор и поджигается другой пробочкой.

Для надёжного удаления ртути вакуумный насос должен просасывать воздух сквозь трубку с люминофором медленно, со скоростью несколько кубических миллиметров в секунду. На трубку надеваем остеклованный проволоочный резистор подходящего размера и мощности и нагреваем её до температуры 400-500 градусов. Ртуть отгоняется в расширение между капиллярами, где её можно запаять. Греть следует до прекращения отгонки ртути. После такой операции люминофор её уже не содержит. Кроме того, отжигаются радиационные и другие дефекты, возникшие в его кристаллической структуре при работе лампы. Из очищенного от ртути люминофора можно сделать, например, экран для обнаружения ультрафиолетовых лучей длиной 200-300 нм. Приведённый здесь способ очистки люминофора можно считать своеобразной лабораторной работой, которую можно проделать для «общей разминки способностей» (рис 2).

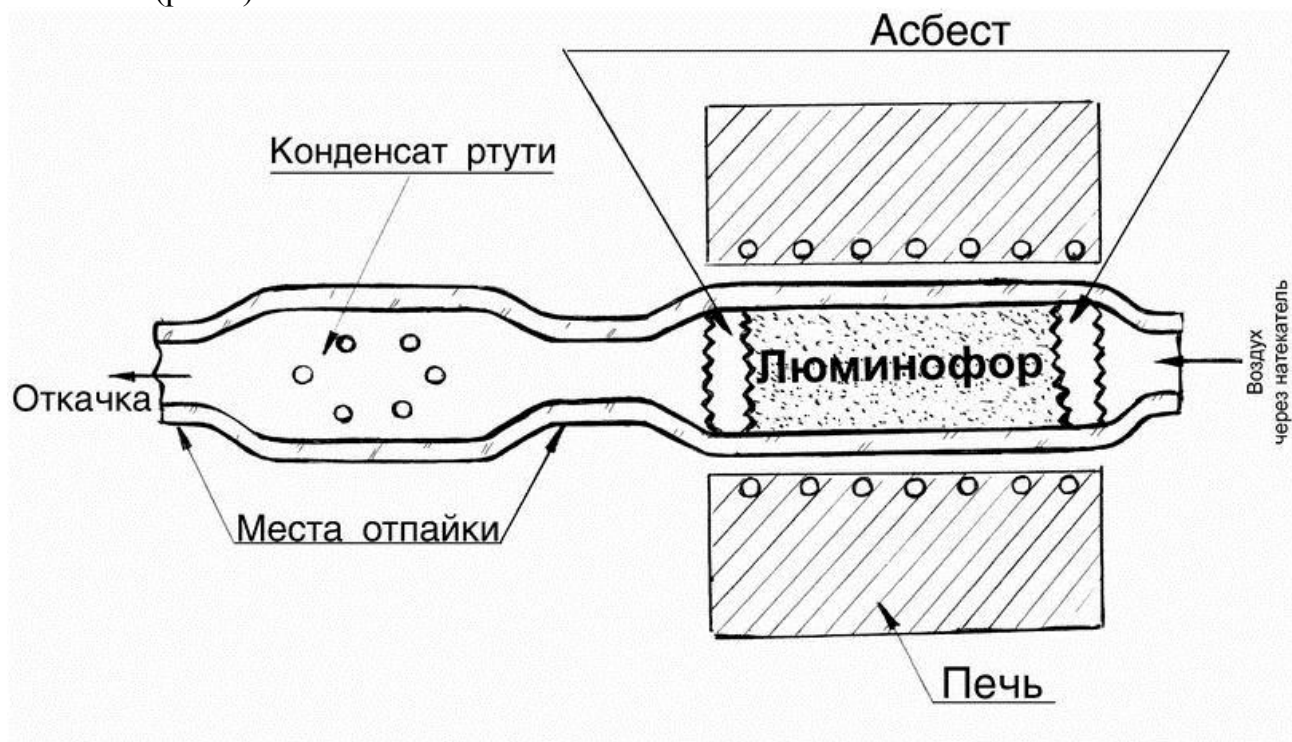


Рис.2

При таких работах следует остерегаться: попадания пыли со ртутью в помещение, в канализацию, откуда она может испаряться обратно в помещение, в вакуумный насос, где она может скапливаться. Вообще говоря, на выхлопе насоса всегда следует иметь противогазную коробку, а лучше выводить его во двор, за пределы помещения.

Опасность отравления ртутью часто преувеличивают, доводя её до свойственного «зелёным» общественного психоза, но лучше её преувеличить, чем приуменьшить. С ней, как и с другими ядовитыми материалами, следует обращаться аккуратно, спокойно, осторожно и тщательно продумывать возможные последствия своих действий.

Стекло для рекламных трубок отечественного производства тоже покрыто люминофорами, которые светятся различными цветами при возбуждении ультрафиолетовым излучением ртутного разряда и, если оно не было в работе, ртути не содержит. Это стекло полностью соответствует по К.Т.Р. стеклу люминесцентных ламп. (Возможно, это один и тот же состав стекла). Спай этих стёкол не даёт натяжений. Люминофор можно стереть тряпкой с водой. Иногда достаточно и сухой тряпки, одетой на «шомпол», или смыть кислотами. Трубку после этой операции можно также протравить плавиковой кислотой.

Стекло отечественных бактерицидных ламп. Это стекло увиолевое. По коэффициенту терморасширения соответствует стеклу люминесцентных ламп и может паяться с ним без ограничений. Химический состав его примерно соответствует составу стёкол люминесцент-

ных ламп. От него это стекло отличается отсутствием поглощающих примесей железа, титана, ванадия — повышенной чистотой. Зато в него добавляют кобальт, который не поглощает ультрафиолет, но окрашивает торец трубки в «кобальтовый» синий цвет. Это стекло пропускает ртутный ультрафиолет 254 нм. Из него можно делать ртутные лампы малой мощности и фотоэлементы на эту длину волны (Cs_2Te). Трубки из бактерицидного стекла имеют тонкие стенки и обрабатывать их неудобно. Но толстыми окошки из этого стекла делать не следует, т. к. и при такой малой толщине поглощение линии 254 нм. составляют до 50%. Лампы того же назначения фирмы «Филлипс» и «Тунгсарм» тоже делаются из «платинового» стекла. Его стеклодувные свойства нами пока подробно не исследованы, но следует ожидать, что оно несколько длиннее советского. (Оказалось, что это предположение неверно). «Длина» такая же, как и у советского бактерицидного. Но эти стёкла более легкоплавкие. При обработке на горелке они расстекловываются — «жухнут». Добавка в пламя паров соды или едкого натрия восстанавливает первоначальный блеск стекла. Зарубежные стёкла имеют ту же границу прозрачности, что и советское, но спад пропускания у них начинается в более коротковолновой области, так что их применение предпочтительно. Выигрыш в пропускании может достигать десятков процентов на длине 250 нанометров. Впрочем, того же эффекта можно добиться, сделав окно более тонким.

Торец трубок из этих стёкол белый, но всё же темнее, чем у кварца. Стёкла из работавших ламп имеют коричневый цвет из-за окрашивания стекла излучением. Эта окраска исчезает после прогрева. Не исключено, что оба названия стёкол относятся к одному и тому же сорту (химсоставу) стекла.

Зарубежные стёкла для трубок реклам (кроме стёкол китайского производства) содержат свинец и имеют более толстые стенки. Стекло более «длинное» и чернеет при обработке на восстановительном пламени горелки. Спаи следует контролировать на натяжения. «Китайские» стёкла содержат много щелочей и легко выветриваются при хранении. Изделия из них следует тщательно высушивать изнутри после изготовления или сразу откачивать.

Стекло конуса цветных кинескопов также содержит свинец. Химически оно вполне устойчиво. Оно является ценным материалом, если в лампе необходимо предотвратить перескакивание разряда с катода на место впая ввода.

При горении тлеющего разряда может происходить нагрев места впая и напыление на него металла электрода (например, титана).

Это приводит к восстановлению натрия из стекла, снижению в данном месте работы выхода электронов и перескакиванию и шнурованию на него разряда. Это крайне неприятное явление может быть подавлено следующим способом: бусинка впая делается составной. Её верхняя часть на длине 3–4 мм делается из стекла содержащего свинец, а нижняя — из того же стекла, что и баллон лампы. Поскольку расширяются эти стёкла по разному, то свинцовое стекло не должно быть припаяно непосредственно к колбе!

Если на свинцовое стекло напылится титан, то он восстановит не натрий, а свинец, имеющий большую работу выхода электронов, и разряд на вводе не загорится. Благоприятным, в данном случае, является и гораздо меньшая электропроводность разогретого свинцового стекла по сравнению с бессвинцовым.

Из кусков свинцового стекла можно сделать капилляр следующим способом (см. рис. 3): Кусок стекла размером 2–3 см с чистой поверхностью (протравить!) пинцетом вносится в мягкое, окислительное пламя горелки и медленно нагревается с одного края нему припаявается трубка или пруток из нержавейки диаметром 2–3 мм и на ней стекло доводится до размягчения. С помощью чистого пинцета оно грубо формируется в шарик. Его поверхность ватным тампоном смачивается крепким раствором буры в воде. Эта операция значительно уменьшает восстановление свинца пламенем горелки, потемнение стекла и, соответственно, теплоотдачу с его поверхности инфракрасным излучением. **Прозрачное для инфракрасного излучения стекло можно нагреть до более высокой температуры.**

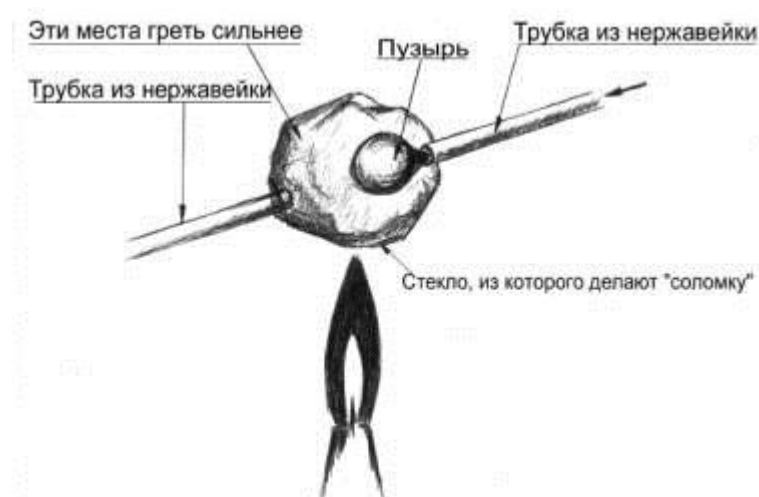


Рис.3

В размягчённое стекло со стороны противоположной трубке-державке вводится другая такая же (или кварцевая) трубка. Стекло вокруг неё следует хорошо разогреть и вынув из пламени и подстудив шарик стекла, не спеша, раздувать в толстостенный пузырь. Делать это надо следующим образом: вращая шарик в пламени, разогревать те места, к которым нужно «подтянуть» внутренний пузырь. Вынув стекло на воздух, вращать несколько секунд и после этого поддувать. **Этим способом мы раздуваем стекло преимущественно в тех местах, где оно толще, остывает медленнее и, таким образом, выравниваем толщину стенки шарика.** Повторив эту операцию несколько раз и добившись более-менее равномерной толщины стенок, раздуваем внутренний пузырь до 1/3 (визуально) диаметра шарика и, подстудив его при непрерывном вращении на воздухе растягиваем в трубку с наружным диаметром около трёх миллиметров. От кварца и нержавеющей остывающая трубка отвалится сама.

Из стекла колбы делаем такую же «соломку» и на платинитовый ввод напаяем оба отрезка, спаяв их на ней. Бусинка для впая готова.

Стекло экранов кинескопа, особенно цветного, тоже довольно ценный материал. Это также «платиновое» стекло. Оно не содержит окиси свинца, и, согласно справочникам, содержит большое количество окиси стронция. Действительно, это стекло слегка окрашивает пламя в красный цвет. На горелке оно не «выгорает», и довольно длинное. Это стекло почти не темнеет на горелке и после огневой обработки имеет блестящую поверхность. Для художественных поделок материал вполне подходящий! Из этого стекла можно сделать, тренировки ради, притёртые пробки для бутылок. После огневой обработки их следует поместить в печь с температурой 500 градусов и медленно охладить вместе с ней. Притирать следует только отождённые!

Если у читателя есть художественные способности, он может прославить своё имя, изготовив из этого стекла какой-нибудь шедевр.

Оконное стекло и стекло для фотопластинок тоже можно отнести к «платиновой» группе, но оно имеет меньший К. Т. Р. и «короткое». В специальных случаях оно вполне может найти применение для огневой обработки. На металлический цилиндр с наклеенной снизу резиной надеваем стальную втулку с напаянным победитовым режущим элементом. Вращая втулку на стекле, делаем кольцевой рез и обломав лишнее стекло, получаем кружок диаметром 40-70 мм (см. рис. 4).



Рис.4

Укладываем его на натёртую мелом и подогретую до двухсот градусов чугунную «чашку» с радиусом около ста миллиметров. Издали, аккуратно, нагреваем его огнём ручной горелки, усиливая нагрев, пока стекло не ляжет на чугун (см. рис. 5) и, чуть подстудив, уложим с помощью подогретого пинцета готовый мениск охлаждаться в печь, нагретую до трёхсот градусов.

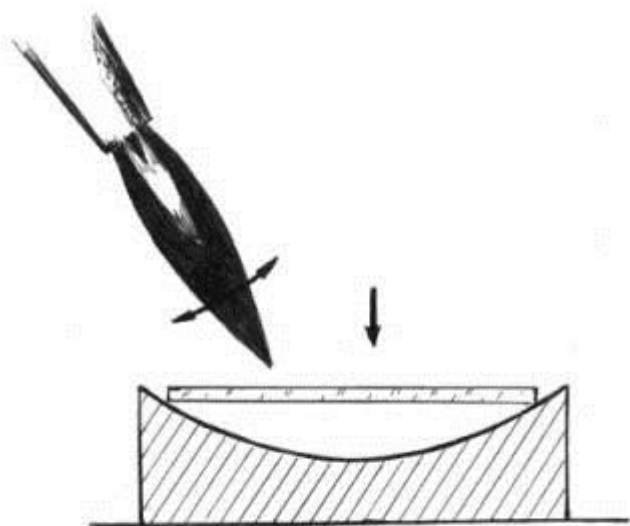


Рис.5

Наделав много таких менисков, их следует обернуть по одному алюминиевой фольгой, собрать в стопу. Затем их следует отжечь в печи по настоящему, нагрев до 560° и медленно охладив с печью.

Два таких мениска можно отшлифовать по ранту свободным абразивом и разогреть в специальной электропечи, сварить в двояковыпуклую, полую внутри линзу. Такую линзу следует отжечь в той же печи и подарить кому-нибудь, например девушке или начальнику, как сувенир, для поднятия собственного авторитета.

Бутылочное стекло может также применяться для поделок, вроде бусин, и для демонстрации своего высокого профессионального уровня. Автору известен случай, когда некий токарь прославился тем, что нарезал резьбу на внешней поверхности бутылки.

Другие стёкла этой группы читатель может обнаружить следующим образом: Надо взять

любое «платиновое» стекло и вытянуть из него палочку диаметром около полутора миллиметров. Такую же палочку следует сделать и из стекла, К.Т.Р. которого следует определить. Обе палочки надо вложить вместе вдвое, сплавить на горелке и вынув из пламени не спеша растянуть в нить. Если стёкла имеют одинаковый К.Т.Р., то после остывания нить останется прямой, а если нет, то изогнётся, причём, стекло с меньшим коэффициентом расширения будет с наружной стороны дужки.

Таким методом можно грубо определять К.Т.Р. не только «платиновых», но и других групп стёкол.

Молибденовые стёкла. Эта группа стёкол представлена не так щедро, как предыдущая. Сюда можно отнести стёкла из колб старых вакуумных ламп, мощных ламп накаливания, прозрачное для ультрафиолета стекло «УС-49» и, условно, ампульное стекло НС-3. Последнее стекло «короткое» очень прочное на излом и очень удобное для изготовления одноразовой лабораторной посуды и пипеток. Паять его с молибденовыми стёклами надо с большим мастерством и контролировать напряжения в спае.

Собственно молибденовые стёкла теперь, похоже, выпускаются мало и представлены лишь старыми запасами. Из них, правда, делают трубки гелий-неоновых лазеров, так как они меньше, чем стёкла «Пирекс» проницаемы для гелия. . Паять с молибденом и коваром можно без ограничений, но следует помнить о двух вещах: поверхность этого стекла сильно «выгорает» и в спаях легко возникают микротечи и не отожжённые детали (например, штенгеля) могут растрескаться в любое удобное для них время, например, через несколько лет. Это коварство надо пресекать с помощью отжига.

Стекло «УС-49» более легкоплавкое, чем классическая «молибденка» и даёт с ней не очень согласованный спай. Оно прозрачно до 200 нанометров. Однако, окна из него следует делать возможно более тонкими, так как линии излучения некоторых металлов лежат вблизи этой границы.. Для диаметра окна в 36 миллиметров шлифованное и полированное окно толщиной 0,6-0,7 мм, которое раздули в выпуклость со стрелкой около четырёх-пяти миллиметров вполне надёжно. Из этого стекла можно на горелке изготовить трубку теми же приёмами, что и из свинцового стекла.

Стёкла типа «Пирекс» — твёрдые и тугоплавкие. Они широко представлены в лабораторной практике и являются излюбленным материалом у стеклодувов, так как устойчивы к растрескиванию и не так требовательны к отжигу. При наличии кислородного дутья их обработка не представляет сложностей.

Они представлены несколькими марками отечественного и зарубежного производства. Поэтому любой попавший в Ваши руки «пирекс» следует проверить на совместимость по К.Т.Р. и **ни в коем случае не делать сложных спаев из разных стёкол этой группы.** Способы спаивания стёкол с близкими, но не одинаковыми свойствами будут нами описаны далее.

Глава 3. Металлы

Для работы с металлами необходимо знать их основные свойства и характерные особенности, так как зачастую именно они являются основанием для применения именно этого металла для конкретной детали.

Описания свойств металлов, обычно применяемых в вакуумной технике и при изготовлении газоразрядных приборов, в частности, есть почти во всех книгах по вакуумной технике и в некоторых книгах по стеклодувному делу. Вопросы получения спаев металл-стекло подробно описаны в книге М.А.Любимова «Спаи металла со стеклом» М.: Энергия. 1968 г.

Мы рассмотрим этот вопрос под углом зрения своих задач.

Поскольку в условиях мелкосерийного и единичного производства часто приходится использовать случайные детали из заводских ламп, то нужно научиться определять, из какого материала они изготовлены.

Довольно просто можно определить железо, никель и железосодержащие сплавы. Если они не магнитные сами, как нержавеющая сталь, то их окислы, полученные сжиганием на горелке, магнитом притягиваются, так как в них образуются ферриты. Это служит указанием на наличие в сплаве железа.

Тугоплавкие металлы, вольфрам и молибден дают волокнистый или хрупкий излом и дымят при нагреве. Сжигая металл на горелке, при некотором навыке можно отличить молибден от вольфрама. Окись молибдена окрашивает пламя в бледный зеленоватый цвет. Окислы молибдена более летучи и белее, чем у вольфрама.

Если металл впаян в стекло, то его можно определить по цвету спая. Молибден даёт коричневый, а вольфрам — жёлтый спай. Если спаиваемый металл имеет в своём составе хром и его перед спаиванием на заводе отожгли во влажном водороде, то спай будет иметь зелёный цвет. Ковар даёт серый, а платинит и медь — красные цвета. Вспаиваемый металл может быть покрыт медью и иметь красноватый цвет её окиси. Платина, а также другие металлы, если они были впаяны под вакуумом, например, молибденовая фольга в кварц, имеют естественный металлический цвет.

Тщательно осматривая спай металла со стеклом можно определить и его состояние. Это бывает необходимо, если лампа не работает или работает плохо. Особенно это касается ламп с кварцевыми баллонами, вводы в которые выполнены из молибденовой фольги. Если при осмотре фольги на ней с одной стороны обнаруживаются интерференционные цвета, как на мыльной плёнке, значит произошло отслоение металла от кварца и в прибор натёк воздух. Этим же методом можно определить и состояние не фольговых, обычных спаев, но для них подобные дефекты не характерны (мы имеем в виду заводские приборы).

Другие металлы можно определять по удельному весу (вольфрам и тантал тяжёлые, а молибден и ниобий — легче и более гибкие), по цвету окисной плёнки — титан и цирконий окисляются в пламени до красивого синего и фиолетового цвета.

По цвету искры, стачивая металл на наждачном камне, можно приблизительно определить тип стали. Искры от малоуглеродистой стали — длинные и с малым количеством звёздочек. Короткие искры со звёздочками указывают на высокоуглеродистую сталь. Их можно видеть, стачивая на круге напильник. Быстрорежущие стали дают длинные и красные искры. Легированные стали, даже не нержавеющие, имеют большую чистоту по сере, кислороду и фосфору и медленнее рекристаллизуются. Поэтому их излом более мелкозернистый, чем у углеродистых.

Особо чистые по неметаллическим включениям стали типа ШХ-15, быстрорежущие могут упруго деформироваться не разрушаясь. Их трудно сломать, они хорошо выдерживают удары. Сделать из них зубило, заточить поострее, да ещё термообработать как следует — и лучшего не надо! Но запасая большую энергию при деформации, такие изделия могут давать опасные для глаз осколки при разрушении. **Работать с таким инструментом надо обязательно в очках, удаляя детей из опасной зоны.**

Опилки титана, циркония, магния ярко вспыхивают в пламени горелки. Некоторые сплавы редкоземельных элементов искрят при ударе. При очень сильном нагреве титан, цирконий, ниобий и тантал горят и дают легко отслаивающуюся окалину с характерным «полуметаллическим» блеском.

Никель можно притянуть магнитом и аккуратно нагреть. У него точка Кюри намного ниже пятисот градусов. Если металл отпадает от магнита до красного каления, то это может быть никель.

Платина и палладий, а также их сплавы с благородными металлами плавятся на кислородно-водородной горелке не окисляясь и дают светлый шарик.

Сплавы меди, содержащие фосфор, при плавлении горелкой окрашивают пламя в зеленоватый цвет, а содержащие цинк (латуни) — в бледный сине-зелёный. При сильном нагреве расплавленная латунь с треском вскипает.

Отождествить материал с известной термо-ЭДС можно, сделав из него термопару с известным сплавом и нагрев её спай. Отсутствие напряжения на термопаре будет указанием на то, что оба её провода имеют одинаковый состав.

Нихром на горячем пламени горелки плавится плохо из-за образования на нём тугоплавких окислов хрома. Константан и родственные ему сплавы, не содержащие хрома, плавятся легче и окрашивают пламя имеющейся в их составе медью.

При «пробе огнём» надо работать аккуратно. Старую латунную пластинку Ваши предшественники могли для красоты натереть ртутью, и нагрев её на электроплитке, Вы с удивлением обнаружите капельки ртути на стоящем поверх неё стакане с водой. В легкоплавких сплавах может быть таллий, и нагревая образец горелкой, можно получить удивительно красивую зелёную окраску пламени и облысение в придачу. Коричневый цвет дыма при пайке серебряными припоями — верный признак того, что в воздух «летит» кадмий — крайне неприятный, ядовитый и канцерогенный металл.

Образуют летучие и вредные окислы цинк, осмий, бериллий. Не намного полезнее для человеческого организма барий, ванадий, свинец, мышьяк, селен, теллур, сурьма. Следует безусловно избегать попадания этих металлов в любом виде в атмосферу рабочего помещения, а ртути ещё и в тягу и канализацию, откуда она может испаряться длительное время.

Надо взять себе правилом: весь дым и вредные пары или — во двор, или — в тягу, но не в помещение. Если уж случилась такая необходимость — работать вне тяги, и в рабочую комнату проникли вредные испарения или дым от краски и т.д., то её необходимо покинуть и тщательно проветрить.

Перейдём теперь к применению металлов.

Металлы для вводов и их применение

Почти во всех газоразрядных приборах есть вводы. Лучшие материалы для них — вольфрам в стёкла типа пирекс и молибден в молибденовые стёкла. Наиболее ходовым материалом для впаев в «платиновые» стёкла служит платина и платинит — биметалл с сердечником из сплава железо-никель, покрытый снаружи медью.

Можно также упомянуть «несогласованный», «ножевой рантовый» спай медь-стекло. Он годится для всех стёкол, кроме кварцевых, но теперь применяется редко. Из промышленных приборов его вытеснил спай ковар-молибденовое стекло, а в лаборатории его имеет смысл применять только в специальных случаях, например, при работе с очень большими токами (в специальных импульсных лампах) или при необходимости отводить из прибора большие тепловые потоки. В любом случае, если необходимо применить не проволочные (не стержневые) спаи, следует обратиться к специальной литературе.

Герметичные спаи медь-стекло могут быть также выполнены впаиванием тонко расплющенной медной проволоки (аналог — фольговые молибденовые впаи в кварцевое стекло). Впаивание расплющенной медной проволоки описано у Стронга, но в настоящее время этот ввод практического значения не имеет, так как проволоку необходимо расплющить до толщины менее 0,05 мм. Её трудно впаять, не повредив. Длина ввода — значительна. Большой ток он тоже не выдержит. Такой спай практичнее делать на платините.

Если у стеклянной трубки на торце накопить немного стекла, чтобы стенка стала толщиной 1,5-2 мм и аккуратно припаять к нему тонкую медную фольгу, снятую, например, с фольгированного гетинакса, то получится спай, сохраняющий герметичность годами. После остывания такого спая до 300 градусов на воздухе, его надо приблизить к ватному тампону, смоченному спиртом, чтобы восстановить окислы на поверхности меди. Медь тут же можно облудить паяльником, применяя как флюс — канифоль и припаять к ней гибкий провод. Отжигать такой спай не нужно. Достаточно перед охлаждением обогреть трубку на мягком пламени горелки.

Интересный спай получается в том случае, если между тщательно отцентрированными и ровными торцами трубок поместить диск или шайбу из медной фольги толщиной до 0,25 мм и

нагреть её на горелке или т. в. ч. Такой дисковый спай выдерживает несколько сот циклов нагрева до 300 градусов, не занимает много места и позволяет пропускать через него большие токи. У него мала индуктивность. Сквозь такую толстую фольгу — фактически жёсть — можно пропустить толстый медный стержень и впаять его мягким припоем. К сожалению, химическая стойкость такого впаивания невелика. Попытка стравить окись с наружной части экспериментального спая медь-стекло марки НС—3 слабым раствором азотной кислоты привела к разрушению спая. Поэтому его надо беречь от сырости и защищать подходящей краской. **Все несогласованные спаи меди со стеклом не разрушаются из-за текучести меди. Длительное термоциклирование наклёпывает металл, он становится твёрже, рвёт стекло и спай теряет герметичность.**

Впаивание платинитовых вводов

Платинит является стандартным материалом для впаивания в мягкие стёкла с К.Т.Р. 80 — 100 ° 10⁷. Все электрические лампочки обычного типа имеют платинитовые впаивания. Заслуги платинита перед человечеством — неоценимы.

Если не удалось достать готового платинита на катушке, то его можно взять из готовых впаиваний. Проще всего его получить из спаев электродов рекламных трубок, выпускаемых московским заводом «Газосвет». Такая «добыча сыра из вареников» вполне себя оправдывает.

Разборку спая надо делать так: нагреть его на горелке до начала свечения (560°) и погрузить в воду. Остаток стекла аккуратно разбить на стальной плите молотком и, зажав один конец проволоки в тиски, слегка растянуть её плоскогубцами до выпрямления. Тянуть надо с такой силой, чтобы металл слегка «подался» — это универсальный способ. В той или другой форме, он пригоден для выпрямления всех проволок. Такая обработка не вредит платиниту (по крайней мере — советскому) и его можно паять обычным порядком, не опасаясь разрушения и неплотности в спаях.

Для получения бусинки на платинитовую проволоку, слабо прокалённую в окислительной зоне пламени, надевается отрезок капилляра, **вытянутого из того же стекла, что и колба прибора**, и, при необходимости, небольшой отрезок капилляра из свинцового стекла для защиты бусинки от перескакивания на неё разряда. Спай нагревается на горелке до образования бусинки. При необходимости он формируется с помощью пинцета и молибденовой иглы. Готовая бусинка впаивается в колбу прибора (см. рис. 6). Предварительное прокалывание платинита перед впаиванием необходимо для сжигания органических загрязнений на его поверхности и окисления поверхности.

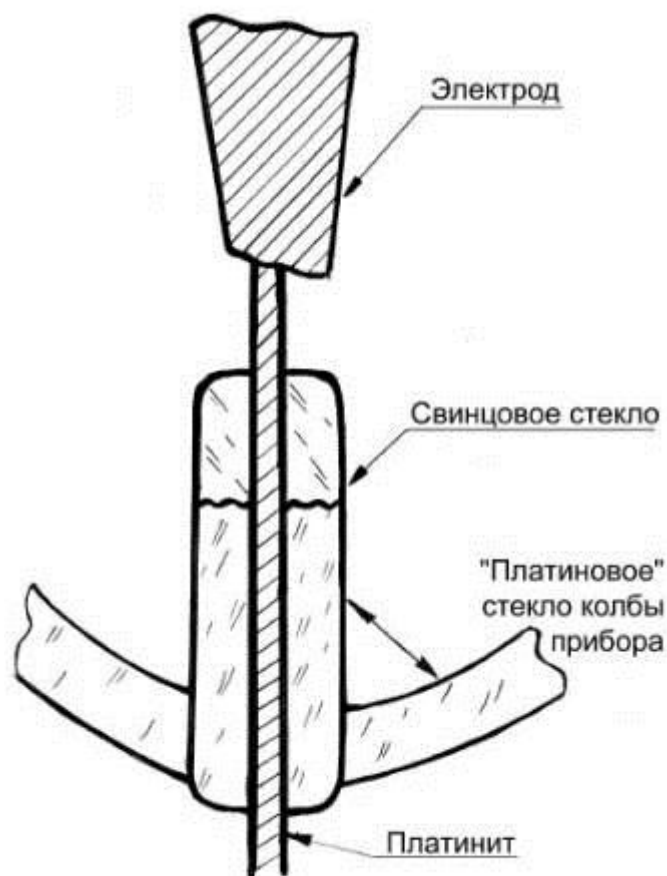


Рис.6

При впаивании платинита его внешний медный слой в местах, не покрытых стеклом, окисляется. Если на слой этой окиси в вакууме будут действовать пары щелочного металла, например рубидия или цезия, то окись меди восстанавливается, отстаёт от проволоки, и эти проводящие кусочки попадают в готовый прибор.

Избежать этого можно следующим способом: платинит с напаянными бусинками следует протравить в смеси из примерно равных количеств нитрата аммония, раствора аммиака и воды. Травить необходимо в сосуде, прикрытом стеклом, чтобы пары аммиака не шли в помещение. В присутствии воздуха такая смесь медленно растворяет медь, не действуя на никель-железный сплав сердечника. **При перетравливании деталей она растворяет и окись меди в спаяе, поэтому надо контролировать процесс травления и вовремя его прервать.** Однако, изменивший свой цвет спай в пламени приобретает прежний вид. На качестве спая его избыточное травление не сказывается. Если на одной стороне проволоки медь надо сохранить, то напаяв бусинку, эту часть ввода запаивают в ампулку.

Платинит прекрасно сваривается контактной сваркой с титаном, нержавеющей сталью, железом, никелем и многими другими металлами и сплавами. Если поверхностный медный слой удалить, то свариваемость значительно ухудшается. При сильном нагреве платинита в пламени, вакууме (или в инертном газе), например, при форсированном катодном распылении приваренного к нему титана, возможно плавление меди и разрушение впаивания.

Спай вольфрам — стекло и молибден — стекло

Бусинки на вольфрамовой и молибденовой проволоке при наличии вакуума можно делать следующим способом:

Из соответствующего стекла вытягивается толстостенный капилляр длиной в 20-30 см. С одной его стороны делается утолщение. Трубка здесь запаивается на горелке до тех пор, пока просвет не будет составлять одну-две десятых доли миллиметра. На этот конец трубки при

работе одевается тонкая хлорвиниловая трубка, идущая к водоструйному или роторному вакуумному насосу. **Если у роторного насоса есть газобалласт, то его надо обязательно включить.** Если нет, то между насосом и трубкой следует поставить стеклянную трубку достаточного объёма с высушенным при 180° силикагелем (алюмогелем) для улавливания подсыхаемых из пламени горелки паров воды.

Обычное стекло «Пирекс» плохо подходит для спаев с вольфрамом. У него слишком мал К.Т.Р. и в спае возникают напряжения, которые разрушают спай. Только проволока диаметром меньше 0,3 мм может быть впаяна надёжно. Более толстые проволоки отрываются от стекла, причём, процесс разрушения впаивая протекает медленно. Только через несколько месяцев может наступить разгерметизация прибора. Никаким обычным отжигом исправить положение невозможно, поэтому следует делать бусинку из **вольфрамового** стекла ламп ДРЛ (а они бывают и из молибденового стекла) и паять её к пирексовой колбе через переходное стекло из равных частей этого стекла и пирекса.

Вольфрамовую проволоку перед впаиванием следует тщательно выпрямить, слегка нагрев её, а затем нагреть в пламени до образования сильного дыма. Можно также сильно (добела) нагреть проволоку, если она не очень толстая, либо прямым пропусканием тока, либо горелкой в растянутом состоянии. Это приведёт к тому, что она станет прямой и хрупкой, а внешний слой вольфрама с дефектами — сгорит. Из-за рекристаллизации вольфрама исчезнет его волокнистая структура.

Хрупкую проволоку можно не резать на алмазном круге, а быстро наломать на нужные отрезки с помощью плоскогубцев. На качестве спаивания это не скажется, так как сильный нагрев при заварке в стекло всё равно сделает вольфрам хрупким.

Отжиг вольфрама при высокой температуре приводит к повышению температуры хладноломкости. Для вольфрама комнатная температура является лютым полярным морозом и поэтому он при комнатной температуре будет хорошо ломаться, не расслаиваясь, а подогрев такую рекристаллизованную проволоку горелкой, её можно легко гнуть.

Обожжённый вольфрам следует зачистить мелкой наждачной бумагой или, лучше, протравить в 20% растворе едкого натрия с добавкой 20% красной кровяной соли до металлического цвета и промыть водой.

Перед заваркой в стекло проволоку слегка окисляют, нагревая до слабого свечения в пламени, вводят на нужную глубину в капилляр при работающем вакуумном насосе и быстро нагревают конец капилляра до его сплавления с металлом. Выждав секунд десять для откачки воздуха из трубки, не спеша проплавливают стекло при вращении в пламени на нужной длине ввода. Вакуум обеспечивает отличное прилипание стекла к проволоке.

От наплывов, если они возникают, избавляются обычными стеклодувными приёмами — регулированием вращения, перемещением стекла при помощи молибденовой иглы или обкаткой. Спай повторно прогревают до свечения и, не выключая насос, отрезают стеклодувным ножом. Спай нужно внимательно осмотреть. Он не должен иметь чёрных пятен и пузырей, особенно в виде цепочек. Последнее указывает на наличие в проволоке сквозных продольных дефектов. Это верный признак наличия течи. Такие спаи следует безусловно браковать. Чёрные спаи можно дополнительно проплавить для получения окиси вольфрама нужного состава (и цвета). По здравому размышлению, спай следует делать соломенного цвета. Он и красив и прочность перехода металл-стекло в нём наибольшая.

Всякую вновь приобретённую вольфрамовую и молибденовую проволоку следует вначале обязательно проверить на вакуумную плотность, сделав из неё несколько пробных спаев. При отсутствии натеканий в пробный прибор, весь отрезок вольфрамовой проволоки можно считать качественным.

С молибденом следует работать так же, как и с вольфрамом, но он мягче, не такой хрупкий и менее стойкий химически. Травить его можно в смеси равных частей серной кислоты, азотной кислоты и воды. Тонкую проволоку можно резать ножницами, а толстые прутки — на

наждачном круге. Молибденовые прутки можно обрабатывать на токарном станке острым инструментом из быстрорежущей стали. Прутки склонны к расслаиванию, поэтому сверлить их надо обязательно хорошо заточенным новым сверлом. Если и это не помогает, то на пруток перед сверлением следует напрессовать стальную втулку.

Цвет качественных спаев вольфрама со стеклом — соломенный с различными оттенками или металлический. У молибдена — светло-коричневый или металлический.

Бусинки на вводах из этих металлов удобно делать и паять в колбы приборов с помощью горелки, работающей на гремучем газе. Её мощность не должна быть слишком велика. Компактное пламя такой горелки позволяет хорошо пропаять спай, не повредив ввод. Из-за яркого свечения разогретого стекла и окрашенного натрием факела горелки при этой работе следует пользоваться светозащитным щитком, похожим на тот, которым пользуются сталевары, или тёмными светозащитными очками. Место работы следует хорошо освещать, чтобы глаз был адаптирован к яркому свету. Яркое освещение снижает излишний контраст между расплавленным стеклом и окружающими предметами.

Титан, железо и стали хорошо свариваются с вольфрамом и молибденом с помощью контактной сварки. Если же с другими металлами сварка идёт плохо, то можно порекомендовать делать прокладки из подходящего металла, например, оборачивая проволоку из вольфрама никелевой фольгой либо тонкой нихромовой проволокой в месте сварки. В месте контактной сварки вольфрам сильно крошится, поэтому следует, по возможности, «утапливать» место сварки в стекло, чтобы оно не работало на излом.

Трёхзвенный ввод: медь-вольфрам (молибден)-нихром

Нихром плохо проводит тепло и слабо окисляется, он является подходящим материалом для внутриламповой арматуры, а иногда и для внешнего вывода. Медная проволока хорошо паяется мягкими припоями и тоже хороша для внешних выводов.

Чтобы получить трёхзвенный ввод, нихромовый стержене́к диаметром 1,5-2 мм нужной длины травим несколько часов в горячем растворе серной кислоты для удаления окислов. Конец его следует надсверлить для фиксации вольфрамового ввода, установить в простейшую оправку и пропаять стык латунью с флюсом Ф-209. На одну пайку, при правильной организации труда, уходит около минуты. На второй конец вольфрамовой проволоки одеваем короткий отрезок никелевой трубочки, свёрнутой из тонкого листа и, вставив в него с другой стороны голый медный провод, паяем на слабо восстановительном пламени горелки тонкой латунной стружкой или припоем ПСр-45 с добавкой буры. **Отличные результаты при пайке вольфрама даёт флюс Ф-100.** Сваренный ввод следует протравить в слабом подогретом растворе серной кислоты для удаления буры и окислов. После этого можно также слегка зачистить мелкой наждачной бумагой его вольфрамовую часть или протравить её в приведённом выше растворе с красной кровяной солью.

Пайка торцов вольфрамовых и молибденовых стержней медью служит дополнительной гарантией от натеканий по внутренним капиллярам в их толще, которые при этой операции запаиваются.

Однозвенные вводы надо стараться делать из достаточно толстой проволоки диаметром не меньше 0,8 мм, чтобы они имели достаточную прочность и не ломались.

Другие металлы

Прочие интересующие нас металлы можно разделить на четыре группы: материалы для изделий разного назначения не связанных с вакуумом, материалы для внутриламповой арматуры, материалы для геттеров и материалы для химических реакций (условно).

В лаборатории следует иметь возможность делать детали и оборудования специального назначения («инструмент для себя»). То есть следует владеть технологией пайки, отливки, гибки, штамповки, сварки и применять их для того, что называется «рацпредложениями». Такая возможность крайне ценна. Она резко расширяет возможности для работы.

Отливка заготовок из алюминия

Обязательно следует иметь возможность отливать различные детали из сплавов алюминия. Особенно ценна эта возможность при обработке стекла шлифовкой при изготовлении оптики. Инструмент из алюминия удобен, он легко изготавливается, лёгок, на нём отлично видна грязь и остатки абразивов, его легко подгонять по радиусу шабрением и алмазной шлифовкой. Для всяких служебных деталей алюминий также является прекрасным материалом.

Плавить алюминий можно в тигле из простого железа в любой подходящей печи. Тигли из нержавеющей стали применять нельзя. Алюминий припаивается к стенкам тигля, а затем начинает их растворять. Это приводит к авариям. Тем, кто не желает делать железные тигли, можно порекомендовать титановые, которые рекомендуются в книге Н.Н.Белоусова «Плавка и разливка сплавов цветных металлов» из серии «Библиотечка литейщика» для плавки сплавов, чувствительных к загрязнению железом.

Отливки можно разделить на несколько категорий: «блины» — отливки в виде диска относительно малой толщины. Они делаются следующим способом: на толстую металлическую плиту укладывается пропитанная стеклоткань из теплоизоляции теплотрасс или насыпается тонким слоем песок. На него укладывается «обечайка» нужного размера. Если она из жести, то её следует обсыпать снаружи влажным песком. Металл любого состава (из металлолома) плавится в тигле и после расплавления нужного количества и очистки от шлака и других примесей заливается в форму с возможно меньшей высоты. Полностью затвердевшая отливка закаливается в воде от температуры около 450° . Закалённые сплавы алюминия самоупрочняются в течении нескольких часов за счёт выделения фаз типа Al_nMg_m , $Al_nMg_mSi_k$. Простые сплавы алюминия с кремнием закалке не поддаются. «Блины» больших размеров при закалке могут треснуть, поэтому следует стремиться к тому, чтобы охлаждение было равномерным. Погружать отливку следует в горизонтальном положении, либо равномерно обливает водой из шланга.

Отливки, как правило, получаются пористыми. Для её устранения может применяться пропитка нагретой до ста градусов детали эпоксидной смолой.

Стержни из алюминия отливаются аналогично, но в металлические втулки с ровной внутренней поверхностью. Форму полезно смазать тонким слоем минерального масла.

Радиаторы для электронных приборов отливаются в металлические кокили. Отладка форм и технологии сложна и сам процесс отливки опасен из-за возможных взрывов внутри формы, поэтому мы его описывать здесь не будем. Изготовление радиаторов различного назначения может быть выполнено из алюминиевых сплавов токарными методами и фрезеровкой. Отливки прочих видов следует делать, изучив специальную литературу.

Следует особо отметить отливки по выплавляемым моделям и отливки по выжигаемым моделям из пенопласта в формы из песка с добавкой десяти-пятнадцати процентов цемента. Последние особенно хороши для единичных отливок сложной формы. Модель делается из пенопласта кое-как, её отдельные детали можно склеивать сплавом воск-канифоль, просто складывать, закрывая стыки полиэтиленовой плёнкой и т.д. Надо позаботиться о том, чтобы кристаллизация металла происходила в нужном направлении. Втыкая в пенопласт «холодильники» из алюминиевой проволоки, можно управлять кристаллизацией металла, предотвращая «ужимины», усадочные раковины и другие дефекты кристаллизации. К готовой модели из пенопласта приделываются литники и «прибыли» — резервуары для пополнения металла, который при твердении уменьшает свой объём. Их также делают из пенопласта.

При заливке металл сжигает пенопласт и заполняет форму. Дымят и воняют такие формы — бесподобно. Поэтому при работе с ними, как и при самой плавке, необходима хорошая вентиляция. **При работе с расплавленным алюминием (и расплавленным металлом вообще) подходить без очков к печи — недопустимо! Крайне опасно попадание воды в металлические формы.** Это приводит к сильным взрывам и выбросам расплавленного металла. Формы из песка с глиной могут быть влажными.

Литейные сплавы алюминия, как правило, плохо обрабатываются на металлорежущих станках. Обрабатываемость можно резко улучшить, добавляя в сплав несколько процентов меди или цинка и закаливая его в воде с 400° с последующим старением (см. выше), но коррозионная стойкость такого сплава низкая.

Гораздо лучше добавлять в сплав любого состава 2-4 весовых процента магния. Такой сплав тоже подвергается закалке и старению, стоек против коррозии в воде и не даёт липкой стружки.

При необходимости измельчить зерно в сплавах алюминий— кремний в них после расплавления добавляют около процента смеси равных частей хлористого и фтористого натрия и перемешивают. Через пять минут сплав можно разливать. Ничтожных примесей натрия, перешедших в сплав, достаточно для того чтобы сильно измельчить зерно и повысить прочность и пластичность сплава. При необходимости улучшить его обрабатываемость на станках следует применять смазку из керосина, бензина или уайт-спирита с добавкой спирта или скипидара.

Заевшую резьбу на алюминиевых деталях следует смочить спиртом и только затем развинчивать.

Если пилить алюминий или резать лист «царапкой» (см. рис. 7), то рез следует смачивать скипидаром или спиртом. Это резко улучшает работу. Пилить ножовкой магниевый и медные сплавы следует только новыми полотнами, которые не применялись для резки железа.

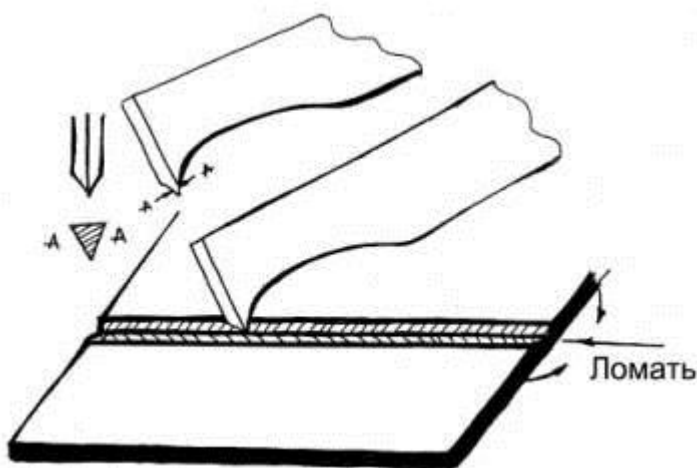


Рис.7

Разделку металлолома для плавки следует вести с помощью головы (см. рис. 8), молотка и других подходящих инструментов.



Рис.8

Разбивать отливки из алюминия следует таким образом, чтобы удар вызывал растягивающие напряжения в наиболее тонком сечении. Если деталь имеет рёбра жёсткости, то их можно надрезать, а тонкие участки между ними выбить с помощью стального стержня. Зубило для разделки алюминия подходит мало. Разбивать металлолом следует всегда на массивном основании, чётко представляя себе, какой участок Вы собираетесь разрушить именно этим ударом. Деформируемые алюминиевые сплавы (дюраль, АМГ) разбивать тяжело. Их следует распиливать.

Детали из магния также следует распиливать с помощью слесарной ножовки. Полотно для распиливания магния (и медных сплавов) обязательно должно быть новым и острым. Это позволяет ускорить работу в несколько раз.

Глава 4. Токарная обработка деталей

Обработка заготовок на токарном станке позволяет изготавливать почти любые поверхности на деталях. Она является универсальным способом изготовления деталей для лабораторного оборудования и других изделий, поэтому приёмами работы на токарном станке следует владеть в совершенстве. В мастерской при лаборатории обязательно должен быть токарный станок с набором необходимой оснастки. В неё входят резцы, свёрла, развёртки и специальные инструменты, например, оборудование для выдавливания деталей из листа, оправки для намотки катушек трансформаторов и т.д. Чем больше оснастки имеет токарь, тем больше и лучше работ он может сделать, поэтому не следует экономить на инструменте.

Предметом особой гордости работающего следует считать резцы. Они сразу позволяют определить как квалификацию работника, так и его отношение к работе.

Резцы подразделяются на виды как по материалу режущего элемента, так и по роду выполняемой работы. Наиболее универсальными следует считать резцы с наплавкой из твёрдого сплава. Они долговечны и позволяют обрабатывать почти любые материалы. В условиях колхозной ремонтной мастерской проходной резец, оснащённый напайкой из сплава Т15К6 может работать месяцами при ежедневной эксплуатации.

Твёрдые сплавы хороши для обработки углеродистых и легированных, в том числе достаточно твёрдых сталей, чугуна, дерева, пластиков типа текстолита, обладающих абразивными свойствами. Они позволяют работать при больших скоростях резания, не боятся ржавчины и окалины на заготовках. Наиболее универсальным является титано-вольфрамокарбидный сплав Т15К6. Он твёрдый и в тоже время достаточно прочный. Из него можно делать проходные резцы, передний угол которых берётся около десяти градусов для обычных материалов и от нуля до минус пяти для закалённых сталей. При обточке сталей на резце из этого сплава меньше образуется нарост, поэтому он больше подходит для чистовой обработки. Однако, он более хрупкий, чем сплав ВК8. Последним лучше оснащать отрезные и расточные резцы. Он очень хорош для обработки чугуна. Тройные титан-тантал-вольфрам карбидные сплавы марок ТТ7К12, ТТ10К8-Б рекомендуются для обработки титана и нержавеющей сталей.

Задний угол твердосплавных резцов не следует делать слишком большим из-за возможности скола режущей кромки. Обычно его делают «на глаз» как и остальные углы. Он должен составлять около десяти градусов.

Вершину резца часто закругляют в плане, либо наносят небольшую фаску между главной и вспомогательной режущей кромкой для упрочнения режущей кромки и повышения чистоты обработки детали (резец токаря-новатора В. А. Колесова). Также иногда наносят узкую (в пределах величины подачи) отрицательную фаску на режущую кромку, что увеличивает стойкость резца при тяжёлых условиях работы, например, резании с ударами. Резцы, специально рассчитанные на работу с ударами, могут иметь наклон главной режущей кромки в сторону детали, что упрочняет резец и ослабляет эффект от удара. Наиболее ходовые размеры резцов заводского изготовления часто оснащают сменными пластинками, на которых чётко видны приёмы заточки.

Твердосплавные резцы специального назначения, например, расточные можно делать самому, припаяв пластинку из твёрдого сплава к подходящей оправке. Паять следует латунью, в которую можно добавить немного никеля. Для титано-карбидных сплавов Т15К6 и Т30К4 следует применять флюс Ф-100, для сплавов с большим содержанием кобальта достаточно буры. Размеры пластинки следует брать не слишком большими, но и не малыми. Большие трудно затачивать, а малые быстро стачиваются или ломаются.

Затачивать твердосплавные резцы лучше всего на карборундовых кругах зелёного цвета, которые режут и «Победит» и сталь. Доводку режущей кромки лучше всего делать на алмазном круге. Если зелёного круга нет, то на обычном корундовом круге стачивают железную часть резца, а твёрдый сплав на алмазе, который быстро засаливается на железе. Точить резцы лучше с охлаждением водой. Особенно это касается алмазного круга. Охлаждать затачиваемый резец погружением в воду следует с большой осторожностью. Пластика может растрескаться, поэтому в воду следует погружать только железную оправку. Удобно также укладывать горячий резец на мокрую массивную металлическую плоскость, которая быстро отбирает тепло.

В основной рабочий набор следует изготовить проходной резец с углом в плане около 45° , то же с углом 0° (типа подрезного), резьбовой, отрезной, (длинный и короткий) и несколько расточных разного размера. Под конкретную работу можно изготовить специальные резцы (например, для нарезки ленточной или крутой многозаходной резьбы). Неплохо зарекомендовал себя универсальный резец для тяжёлых работ из сплава Т15К6, похожий на резьбовой, но с углом при вершине девяносто-сто двадцать градусов. Вершина резца слегка скруглена. Он

имеет передний угол 5° - 10° , уклон которого не влево и не в право, а назад, перпендикулярно оси центров, как у отрезного резца. Такой резец можно не поворачивая применять для подачи и вправо и влево, а с поворотом резцедержателя и для других операций, например, проточки поверхностей дисков с поперечной подачей. При поперечной подаче его можно применять для нарезки прутка вместо отрезного резца. После перерезания половины диаметра прутка он отламывается рукой. Отрезанные части сразу получаются с фаской.

Резцы высокой прочности и стойкости особенно ценны, если ими работает ещё кто-нибудь кроме Вас. В этом случае они экономят не только время, но и нервы (Ваши).

Для обработки очень твёрдых материалов, типа закалённой стали можно применять резцы с режущим элементом из эльбора («гексанит», «кубинит»). Это материал на основе нитрида бора обычно чёрного цвета и с твёрдостью, сравнимой с твёрдостью алмаза. Он не взаимодействует с металлами группы железа и термостойкий, поэтому, в отличие от алмаза, может применяться для их обработки (алмаз на них быстро тупится). Затачивать его нужно на алмазном круге, сохраняя те углы заточки, которые были сделаны вначале. Работа с такими резцами требует токарного станка повышенной жёсткости и вибростойкости.

Резцы из быстрорежущей стали («Рапида») имеют свои неоспоримые преимущества, которые не позволяют полностью заменить их твердосплавными. Они более прочные, что особенно важно для узких отрезных и длинных расточных резцов. Их можно острее заточить, что делает меньшим усилие резания и облегчает удаление стружки из зоны резания. Резцы из «Быстрореза» предпочтительны для небольших и не очень жёстких станков.

Обычно они изготавливаются шлифовкой из квадратного прутка. Такие заготовки, если они были правильно термообработаны на заводе, предпочтительны. Однако, их изготавливают и ковкой отожжённой стали. Откованную заготовку часто не подвергают специальной термообработке, а просто охлаждают на воздухе, отсюда и другое название такой стали «Самокал». Изготовленные таким образом резцы мягче обычных, но мягкую сталь точат неплохо. Есть несколько марок быстрорежущей стали, из которых, по совокупности свойств, следует признать сталь P18. Другие марки несколько хуже, но это не имеет практического значения в условиях мелкосерийного производства. Следует заметить, что быстрорежущая сталь применяется и для других инструментов. Из неё делают также почти все свёрла, часто — лерки, машинные развёртки. На них есть маркировка, например: P18. Эти стали позволяют работать при нагреве режущей кромки до пятисот градусов. Практически, при обработке стали средней твёрдости можно ориентироваться на цвет стружки. Если она синяя и деталь начинает желтеть, то требуется снизить скорость обработки или охлаждать деталь водой.

Эта сталь не пластична и плохо проводит тепло, поэтому при заточке и резком охлаждении водой резец может треснуть.

Высокая прочность быстрорежущей стали позволяет применить больший передний угол, доводя его при обработке алюминия и пластиков до тридцати градусов. Задний угол также можно несколько увеличить. Это снижает усилие резания и деформацию детали. Поэтому такие резцы выгодны для точения длинных винтов и валиков. Выгодны они и для мелких деталей, тем более что на них обычно не достигается предельная для рапида скорость резания.

Чтобы уменьшить отжимающие деталь усилия, главный угол в плане делают равным нулю. При этом проходной резец превращается, фактически в подрезной. На резцах из «Быстрореза» часто шлифуют канавку для завивания стружки, но она не обязательна, а при точении канавок на заготовках из вязких металлов (особенно для отрезных резцов) может способствовать налипанию стружки и даже поломке резца или детали.

Быстрорежущая сталь хорошо обрабатывает титан, цирконий, нержавеющей стали, но при этом не следует применять большие скорости резания. Нержавеющие стали при точении полезно смазывать маслом с добавкой нескольких процентов серы.

Резцами с напайками из твёрдого сплава (BK8) можно точить стекло типа флинта. Скорость резания следует выбирать небольшую — около метра в минуту и смачивать стекло скипида-

ром. Под поверхность при этом распространяются глубокие трещины, поэтому такую операцию можно применять только при самой грубой обработке.

Материалы для внутриламповой арматуры

Материалы для внутриламповой арматуры должны удовлетворять многим общим и специальным условиям, главные из которых — специальные свойства, лёгкость обезгаживания, лёгкая обрабатываемость, достаточная термостойкость, внешний вид и слабое распыление в разряде. Если прибор имеет ртутное наполнение, то не следует применять металлы, которые легко взаимодействуют с ней.

К ртути абсолютно инертны: тугоплавкие металлы, железо и его сплавы, никель, титан и цирконий. Данные по стойкости металлов к ртути есть в последнем, шестом томе «Руководства по неорганическому синтезу» под редакцией Г.Брауэра, раздел «амальгамы».

По литературным данным, как геттер в ртутных приборах может применяться магний. Алюминия, меди и её сплавов следует избегать. Медная оболочка платинита в приборах с парами ртути устойчива.

Наиболее подходящим материалом для катодов ламп с тлеющим разрядом следует считать мягкую нержавеющую сталь, тонкую трансформаторную сталь, мягкое железо, никель, титан, пермаллой. **Следует обратить внимание на максимальную чистоту этих материалов по углероду.** Материалы для сердечников трансформаторов тщательно очищаются от углерода, так как он ухудшает магнитные свойства.

Дело в том, что при работе газоразрядного прибора тлеющий разряд нагревает и распыляет катод. Углерод при этом за счёт диффузии уходит к поверхности и при катодном распылении попадает в объём прибора. Там он с неизбежно присутствующими парами воды и водородом образует окись углерода и метан, которые при содержании даже в ничтожном количестве — сотые и тысячные доли процента, могут значительно ухудшить параметры прибора и вывести его из строя. Не распыляемым титановым геттером они поглощаются слабо.

Пермаллой, мягкая нержавейка и никель углерода содержат очень мало, легко сгибаются и относительно стойки к катодному распылению. Титан, если из него сделать катод, легко насыщается водородом, который может выделять обратно в объём прибора. Поэтому, при недостаточно чистых условиях работы, когда в прибор при откачке и отпайке попадает много грязи, титана следует избегать как катодного материала, а делать из него анод и другие слабо греющиеся электроды. Их можно затем, при тренировке прибора, использовать для очистки газа от молекулярных примесей. Если же есть возможность прогреть титановый катод в хорошо обезгаженном и откачиваемом до 10^{-4-6} мм рт. ст. приборе с помощью токов высокой частоты, то эти возражения снимаются. В этих условиях в приборе остаётся мало адсорбированной на стенках воды, а водород из титана выделяется и откачивается насосом.

Медь для катодов не применима, в силу того, что легко распыляется в разряде, а алюминий, кроме того, нельзя как следует прогреть и он плохо сваривается контактной сваркой со вводами. Из него удобно делать радиаторы для охлаждения полых катодов.

Подводя итог, можно сказать, что идеальным материалом для катодов газоразрядных приборов (кроме, разумеется, ЛПК) можно считать пермаллой, мягкую трансформаторную сталь и даже жесть консервной банки, протравленную в крепком растворе едкого натра для удаления олова, а затем отожжённую во влажном водороде при 1000° в течении часа. Этот последний материал, по крайней мере, не является дефицитом. Для разборных приборов, например, демонстрационных вакуумных трубок, можно использовать «грязные» материалы, так как примеси откачиваются при работе прибора.

Хорошие катоды для **дугового разряда** в инертных газах и парах ртути можно сделать из танталовой трубки диаметром 1-2 мм и длиной 5 мм (рис. 9). Трубку можно свернуть из листа толщиной 0,2 мм. Её следует набить с помощью прутка заранее приготовленным цирконатом бария $2\text{BaO} \cdot \text{ZrO}_2$, замешанным на очень слабом растворе жидкого стекла. После активирования прогревом с помощью разряда с такого катода можно получить токи 0,1-2,0 А и

больше. Эти катоды прекрасно работают на переменном токе. Признаком правильного выбора диаметра трубки служит спокойное горение разряда и разогрев всей торцевой поверхности катода.



Рис.9

Материалы для геттеров

При изготовлении приборов трудно удалить все газообразующие примеси из материалов внутренней арматуры и колбы. Для их удаления требуются такие приёмы, которые не могут быть осуществлены, например, переплавка готовой детали в вакууме. Поэтому, в колбу прибора помещают специальные детали, или покрытия, которые могут поглощать газы на последних стадиях технологической обработки и при работе готового прибора. На стенках колб приёмно-усилительных ламп каждый внимательный человек видел серебристо-тёмное зеркало. Это слой бария, единственная задача которого — поглощать выделяющиеся при работе лампы газы. Без этого зеркала лампу надо было бы откачивать на посту часами, а с ним откачку завершают за несколько минут. Для поглощения газов в осветительных лампах применяют фосфор, а в остальных случаях — различные металлы.

Геттирующие металлы должны отвечать нескольким критериям. Они должны реагировать со всеми молекулярными газами, которые могут при откачке попасть в прибор, либо выделяться из электродов или стекла. Продукты этих реакций не должны быть легколетучими даже при нагреве. Весьма желательно, чтобы реакции поглощения или адсорбция происходили при рабочих температурах прибора, а обратного выделения газов при этих температурах не было. Этим требованиям более или менее отвечают многие металлы. Из них хорошо известен барий, который широко применяют в промышленных условиях при изготовлении радиоламп малой мощности. Как геттер используют также титан (особенно, в сверхвысоковакуумных насосах), цирконий, тантал, иногда магний, редкоземельные металлы. Часто применяют смеси веществ, выделяющие барий при нагреве.

Наиболее универсальным и удобным геттером в наших условиях следует считать титан. При катодном распылении он даёт на стеклянных стенках прибора тёмное зеркало. В момент образования оно поглощает все газы, которые «замуровываются» в плёнке намертво. При простом нагреве в вакууме титан начинает хорошо поглощать газы, начиная с семисот градусов. Кислород, азот, углерод и их соединения разлагающиеся горячим титаном, растворяются в нём. Этому способствует то, что титан, в отличие например от железа, способен образовывать со многими элементами фазы переменного состава.

Однако, азот даёт с титаном очень тугоплавкий нитрид золотистого цвета. Он растворяется в металле медленно и, к тому же, имеет малую работу выхода электронов. Поэтому наличие в приборе значительного количества азота затрудняет распыление титана и, соответственно, очистку газа.

Водород титаном тоже поглощается, но обратимо. Часть его поглощается напылённой плёнкой. Остаток водорода может быть поглощён распыляемым электродом после его охлаждения. То есть титан (и цирконий), а также тантал могут служить как распыляемым, так и не

распыляемым геттером.

Следует отметить, что галогены не образуют с титаном, цирконием и танталом фаз переменного состава, как азот, кислород, водород, углерод, сера и т.д. Это приводит к тому, что откачка титановым насосом например, йода, очень затруднена, если вообще возможна. Летучий йодид титана конденсируется на холодных стенках колбы. Для поглощения галогенов выгоднее применять магний или даже медь.

При напылении **в разряде** на стенки прибора **любого** металла происходит поглощение даже инертных газов за счёт «вколачивания» в напыляемую плёнку его ионов, с последующим их замуровыванием. **Этот процесс резко ускоряется при снижении давления.** Поэтому лампы, в которых с необходимостью происходит катодное распыление, например, спектральные лампы с полым катодом (ЛПК) выходят из строя именно из-за поглощения наполняющего инертного газа в катоде.

Магний, как геттер, более инертный, чем титан и слабее поглощает водород, зато он распыляется термически при слабом нагреве. Галогены и кислород, азот, а также пары воды он поглощает с образованием нелетучих соединений. Он хорошо себя зарекомендовал при изготовлении водородных трубок для получения Бальмеровской серии. Другие газы поглощаются магнием слабо.

Иногда также очень полезно поместить на титановый геттирующий электрод очень немного (несколько миллиграммов) магния. При нагреве этого электрода разрядом с него вначале испаряется термически магний, который поглощает кислород и пары воды, а затем катодным распылением на магниевое зеркало пылится титан. Это важно и в том случае, если поглощение основной массы газов производят в припаянном к прибору «насосе». После его отпайки он может быть разобран и после замены электродов использован вновь. Титан с магниевым подслоем со стекла колбы можно отмывать не плавиковой кислотой, а слабым раствором серной или азотной.

Если давление в приборе велико (например — 20 — 30 мм рт. столба) то катодное распыление становится очень неэффективным. Тогда следует применить геттирующий электрод в виде редкой спирали из толстой (0,5-0,7 мм) титановой полоски.

Шаг спирали должен быть таким, чтобы удерживать камешек от зажигалки. Его следует поместить на самом дальнем от ввода конце спирали. При нагреве из него вначале испаряется магний, затем оставшийся мишметалл плавится и растекается вдоль спирали. При катодном распылении он даёт белое свечение (в отличие от голубоватого у титана) и распыляется несколько быстрее. Поглощение примесей с таким комбинированным геттером идёт значительно лучше.

Полезно также поместить рядом два титановых электрода и попеременно подключать каждый из них в качестве распыляемого катода. При этом, на холодном, не работающем электроде поглощается водород, примесь которого в инертном газе сильно затрудняет катодное распыление. Водород поглощается лишь хорошо очищенной разрядом поверхностью титана.

При более высоких давлениях катодное распыление становится неэффективным. Геттирующий электрод приходится либо испарять термически, либо использовать как не распыляемый геттер, нагревая его разрядом или Т.В.Ч. до температуры выше 700°. При температуре 1100° — 1200° в вакууме становится существенным термическое испарение титана, но при высоком давлении инертного газа оно резко замедляется. В этом случае можно применить импульсный разряд, разряжая в режиме самопробоя конденсатор ёмкостью 0,1-1 мф. Распыляемый электрод при этом должен быть катодом (см. рис. 10).

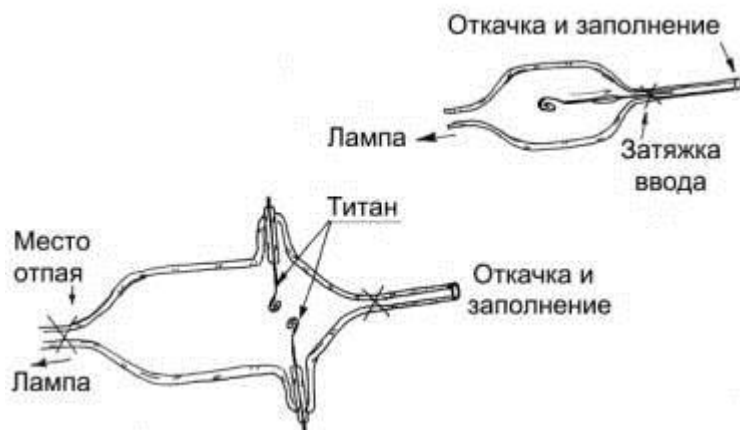


Рис.10

Полоску из мягкого титана можно получить, в виде толстой стружки на токарном станке, распуская трубку или диск из листа при помощи остро заточенного резца из быстрорежущей стали. Подачу следует установить 0,4—0,6 мм, работать на малых оборотах и оттягивать конец стружки плоскогубцами. После очень непродолжительного отжига при температуре 500°–600° (синий цвет побежалости) стружка становится пластичной и из неё можно гнуть нужные детали. (Таким же образом можно получать проволоку и ленту из магния и других мягких металлов).

В специальных случаях в качестве геттера можно применять даже медь. Удобными в работе могут также быть стойкие на воздухе сплавы барий-магний, стронций-магний и кальций-магний. Сплавы с магния с литьем более пластичны, чем чистый магний и из них легче получить сливную стружку, поэтому для получения ленты лучше применять сплав магния с добавками лития. Его количество следует выбирать таким, чтобы сплав ещё был устойчив на воздухе.

Но в большинстве случаев можно вполне обойтись распыляемым титановым электродом (например анодом) с загнутым в виде вопросительного знака концом для фиксации разряда дальше от ввода (рис. 11).

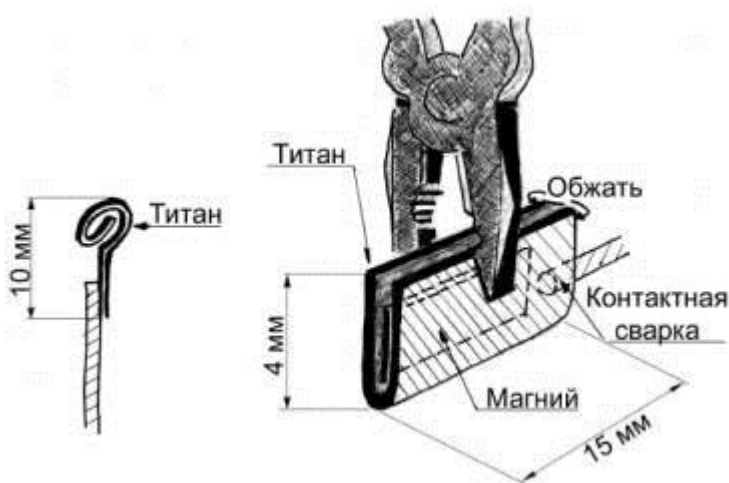


Рис.11

Металлы «для химических реакций в вакууме»

— Никому не следует говорить, что мы применяем в своих приборах цезий! Все знают, что он ужасно радиоактивный!

— Да ну! Кто об этом знает! Это мы с тобой не знаем, а любой человек с улицы знает это

отлично. (Невесёлый анекдот).

Это сурьма, селен, теллур для фотоэлементов, цезий, рубидий, калий и натрий. Они применяются в виде тонких плёнок или паров.

Легко летучие металлы, вроде теллура, можно испарять в вакууме со входного оптического окна фотоэлектрического прибора прямо на катод. Окно при этом несколько не страдает.

Надо только использовать выпуклое тонкое окно и очень аккуратно греть пылинку теллура с помощью горелки или потоком воздуха от накаливаемой спирали. Использование такой технологии сильно упрощает изготовление фотоэлементов.

При изготовлении катода Au-Cs стойкое при заварке золото можно напылять на катод предварительно.

Получать цезий и другие щелочные металлы (кроме лития) для получения фотокатодов, заполнения ламп их парами и активирования катодов тлеющего разряда можно только в вакууме или в инертном газе, восстановлением бихромата металла титановым или циркониевым порошком.

Титановый (циркониевый) порошок легко получить, прогидрировав стружку в кварцевой реторте чистым водородом. После этого гидрид титана легко растирается в ступке. Удалить водород можно, прокалив гидрид в той же реторте в хорошем вакууме (при 10^{-4} мм рт. столба) при 700° (цирконий при 800°) (см. главу «Синтез»).

На десять частей порошка титана берут одну часть бихромата (см. Соммера). Растёртую термитную смесь насыпают в гильзу, диаметром 3-4 мм и длиной около 15 миллиметров свёрнутую из тонкой жести из железа, никеля или титана. Гильзу помещают в запаянную с одной стороны стеклянную трубку, припаянную к прибору. Перед запайкой свободного конца трубки в прибор её следует прогреть до жёлтого свечения вокруг стекла и продуть от дыма. Это делается для удаления чрезвычайно вредных органических загрязнений.

После откачки прибора и тщательного обезгаживания его колбы и электродов распылением геттера, гильзу с термитную смесь аккуратно нагреваем горелкой через стекло со стороны запаянного конца (рис. 12).

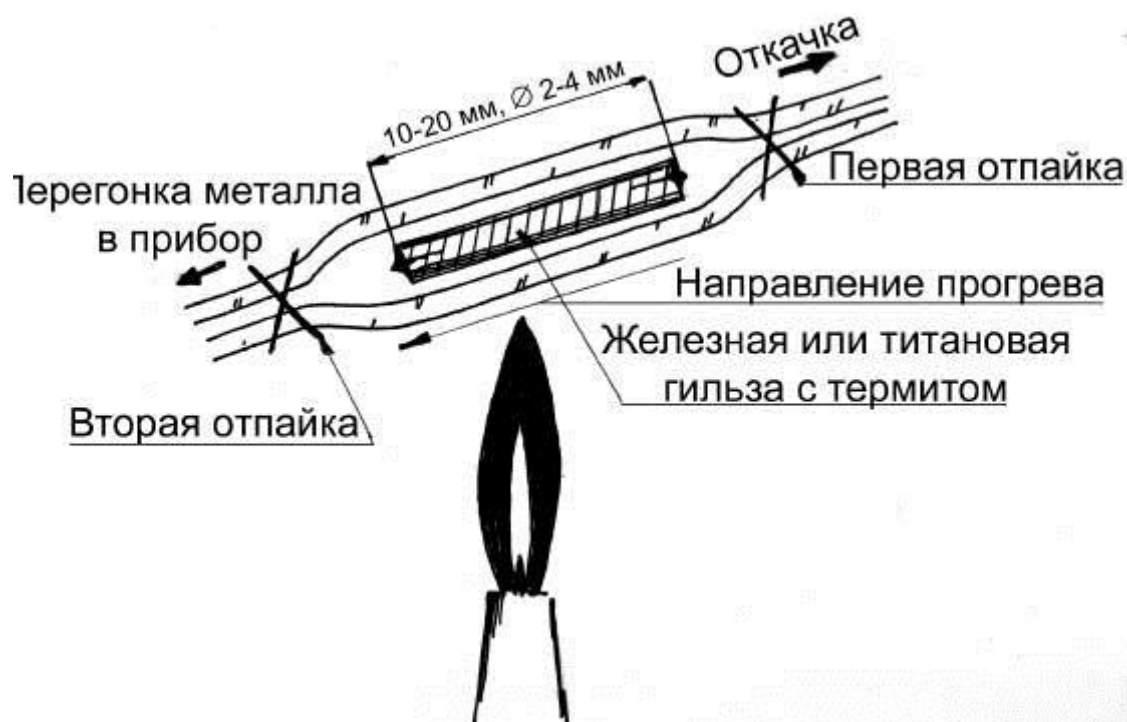


Рис.12

Стекло при этом осаждается на гильзу и при красном калении начинается отгонка щелочного металла в прибор. Нагретую зону перемещают в сторону прибора и затем отпайвают стек-

ло с гильзой. При этой операции в объём прибора выделяется довольно много газа, который следует повторно удалить с помощью геттера. **При использования такой технологии нельзя охлаждать гильзу с прилипшим стеклом. Из-за разности К.Т.Р. стекла и металла этот узел при охлаждении разрушается!** Восстановление металла производят в один приём и гильзу отпаивают, сохраняя стекло в размягчённом состоянии.

Каждую вновь изготовленную порцию термита следует проверить. Реакция в вакууме должна начинаться при температуре красного каления и протекать с незначительным разогреванием. Недопустимы взрывы и вспышки, при которых горячие продукты реакции могут попасть внутрь прибора. Если имеет место сильный экзотермический эффект, то следует добавить больше титанового порошка и повторить опыт. Испытание новой партии смеси следует производить, надев очки. Смесь и снаряженные гильзы можно готовить впрок. Нужно только хорошо их просушить и держать в закрытой стеклянной таре. Правильно приготовленный термит с нужным соотношением компонентов абсолютно безопасен в обращении.

Следует заметить, что порошок **гидрида** титана неплохо восстанавливает барий из его хромата — BaCrO_4 .

Стекло довольно стойко к парам щёлочных металлов, но его стойкость падает от цезия к натрию. Последний можно перегонять только в хорошем вакууме или в аппаратуре из специального стекла. Литий реагирует с горячим стеклом со вспышкой. Подробности можно узнать в специальной литературе, посвящённой изготовлению фотокатодов, например в книге Соммера.

Глава 5. Припой и пайка

Для спаивания деталей между собой служат разнообразные припои. Методам, технологии пайки, а также рецептам припоев и флюсов посвящена обширная литература. В практической работе приходится применять не так уж много и припоев, и флюсов и приёмов пайки.

Наиболее подходящими припоями для железа и сталей можно считать **твёрдые** припои. Например — медь с малой (до 1%) добавкой фосфора. Это мягкая фосфористая бронза (Бр0Ф4-0,25). Если её удастся достать в виде ленты (или стружки) то сталь лучше паять именно ею. Малая добавка фосфора не делает паяный шов хрупким, а припой не дымит, как латунь. Этот припой более тугоплавкий, чем латунь и менее стоек к обгоранию при повышенной температуре.

Резцы лучше всего паять или латунью или припоем ПСр-45. Последний не содержит кадмия. Это универсальный припой как для меди, так и для железа, никрома, нержавеющей стали.

При пайке твёрдых сплавов Т15-К6 и Т30-К4 — трудно паяемых сплавов типа «Победит» надо применять флюс Ф-100 состава: борфтористый калий — 46, бура безводная — 36, трех окись вольфрама — 14 и окись кобальта — 4. Для пайки других металлов, кроме вольфрама и молибдена, этот флюс малопригоден.

Пайка длинных и тонких пластинок из победита к стальной оправке по длинной грани приводит к тому, что из-за разности коэффициентов термического расширения в пластинке возникают трещины даже при пайке серебряным припоем. Поэтому, если инструмент не предназначен для тяжёлых условий работы (например, это нож для резки стеклянных трубок), то лучше пластинку облудить серебряным припоем и затем припаять к оправке оловянным припоем или же свинцом с добавкой трёх процентов серебра (Т. пл. ~300°). Разумеется, затачивать такой инструмент необходимо не спеша, без сильного нагрева.

Для нержавеющей стали, при пайке горелкой, надо применять флюс Ф-209, но мелкие, быстро прогреваемые детали из этой стали и никрома можно паять с помощью буры. Буру следует наносить в виде кашицы с водой. Тогда паяемые поверхности флюсуются с момента нагрева и не успевают окислиться.

Пайка термопар ХА, ХК, и нестандартной, но весьма удобной термопары никром-константан

легко производится в капиллярной кварцевой пробирке с коническим дном при внешнем нагреве горелкой на гремучем газе и флюсом из борфторида калия (рис. 13). Припоем служит более легкоплавкий провод термопары. Можно также обмотать будущий спай нихромом 0,4 мм (от электроплитки) и пропаять латунью с большим количеством буры на стеклодувной горелке. Этот метод применим до рабочей температуры около 600°. При более высокой температуре латунь интенсивно окисляется.

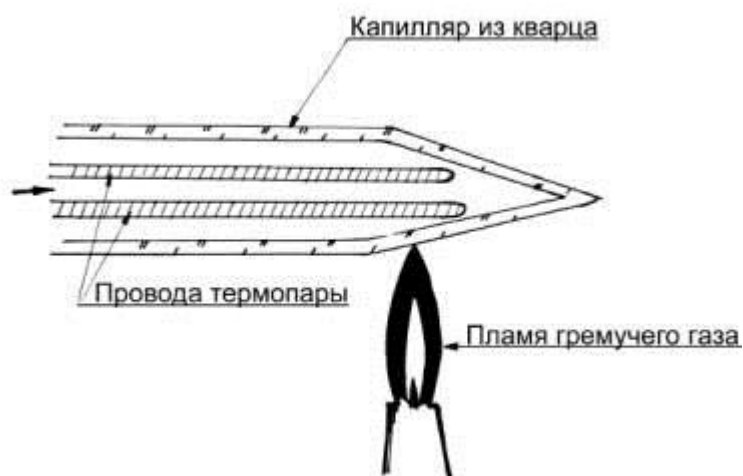


Рис.13

Пайка на воздухе вольфрама и молибдена возможна припоем Пср-45 или латунью с большим количеством буры или, лучше, флюса Ф-100. Очень полезно в этом случае иметь в спае никелевую деталь, чтобы в припой попала его примесь, это улучшит смачивание тугоплавких металлов.

Для пайки меди и её сплавов твёрдыми припоями наиболее подходящим является ПСр—45 и припои системы медь-фосфор. Последние, однако, уступают серебрянным по стойкости к коррозии при высоких температурах. Кстати, ими можно паять молибден и вольфрам. Никель тоже может прекрасно паяться этими припоями.

Сам никель в чистом виде можно применять для сварки стали пламенем гремучего газа с добавкой паров бензина (пайка больше похожа на автогенную сварку). Флюс при этом не требуется.

Мягкие припои можно применять для пайки меди, и её сплавов с флюсом из концентрированной фосфорной кислоты, который не является коррозионно-активным и обеспечивает прекрасное растекание припоя. Радиосхемы паять с этим флюсом нельзя. Если радиосхема будет промыта водой сразу после пайки, то можно применять флюс из равных частей глицерина и спирта. В этой смеси растворяется мочеви́на до насыщения.

При пайке радиосхем и их длительной наладке надо пользоваться старой доброй канифолью. Флюсов, в которые входит канифоль и растворимые в воде нелетучие компоненты невыгодны. Промыть их водой — недостаточно, т. к. остаётся канифоль и поэтому требуется промывка спиртом, в котором остальные компоненты могут быть, в свою очередь, нерастворимы.

Наилучший из флюсов для низкотемпературной пайки чёрных металлов — хлористый цинк с добавкой 50% хлористого аммония и (для нержавеющей стали) — соляной кислоты. Однако паять с его помощью следует под тягой или во дворе. Пары хлористого аммония и соляной кислоты, выделяющиеся при разложении хлористого цинка, сильно коррозируют и опасны для оборудования лаборатории.

Наилучшим из мягких припоев для обычных паяк следует признать ПОС—61. Другие рецепты следует применять, согласуясь с потребностями. Их свойства приведены в литературе.

Пайка алюминия представляет известные трудности. Из припоев можно рекомендовать силумин и сплав алюминий-цинк (из него делают автомобильные карбюраторы, дверные ручки,

ключи и другое точное литьё). При этом следует использовать флюс А-34. Этот флюс коррозионно-активный и его остатки следует тщательно удалять с места пайки. Для мягкой пайки проводов с помощью паяльника следует применять чистое олово или сплав олово-кадмий. В качестве флюса следует использовать парафин, зачищая провод под его слоем.

Очистка металла перед пайкой имеет первостепенное значение. Для высокотемпературной пайки ещё можно допустить ржавчину, но стали, содержащие хром и другие металлы с термостойкими и тугоплавкими окислами следует очищать очень тщательно. Наиболее надёжный способ — механический. Если его применить нельзя — применяют травление. Для железа достаточно десятипроцентной серной кислоты с ингибитором, для нержавеющей сталей, титана можно применять азотную кислоту с добавкой плавиковой, царскую водку и другие изверские смеси.

Особые требования предъявляются при пайке мягкими припоями, так как низкотемпературные флюсы хуже растворяют окислы металлов. Железо паяется с водным раствором хлористого цинка только свежезачищенное. Растворение следов ржавчины требует большого количества флюса и визуального контроля процесса пайки.

Медь тоже может преподнести «сюрприз». Если она была паяна оловянно-свинцовым припоем и длительно корродировала в воде, то перепаять шов можно только после его разборки и зачистки поверхностей до блеска. Это касается даже пайки с фосфорной кислотой и другими активными флюсами. Дело в том, что образовавшаяся при коррозии в шве окись олова очень плохо растворяется в кислотах, а механически удалить её можно не всегда. Тогда выручает следующий приём: Деталь посыпается твёрдым едким натрием, который следует расплавить. Это можно делать пламенем водорода или гремучего газа. Пламя, содержащее двуокись углерода, превращает щёлочь в тугоплавкую соду. Расплав щёлочи быстро растворяет грязь и продукты коррозии припоя. Деталь следует промыть в воде и паять с фосфорной кислотой. Если однократная очистка не дала эффекта, её повторяют. Этот способ применим только к деталям из медных сплавов и серебра.

«Странные» металлы

Современные методы изготовления проволоки и других металлических полуфабрикатов очень изощрённы. В результате их применения получается «волокнистая» проволока с «эффектом памяти». Сгибать её в одном направлении легче, чем в другом. Это касается специальным образом изготовленной стальной проволоки, а также вольфрама и, в меньшей степени, молибдена. Этот эффект связан, видимо, с волокнистой структурой металла и полностью снимается отжигом при температуре красного каления.

При попытке изготовления из стальной проволоки от линий электропередачи пружины для мышеловки она получилась «деревянной». Сила удара — слабая, «отрабатывает» медленно. Её свойства значительно улучшились после того, как намотанную пружину прогрели до 250° — 300°. Подобные свойства могут быть присущи и листовому металлу.

При гибке подвергнутой отжигу проволоки она упрочняется в месте сгиба и чёткий угол получить трудно.

Наоборот, листовой холоднокатанный пермаллой «ломается» в месте сгиба, оставаясь при этом целым. При этом угол сгиба необычайно острый.

Сплавы алюминия с кальцием и другие сплавы ЦЗМ при определённом соотношении компонентов могут саморастрескиваться на воздухе.

Глава 6. Неметаллические материалы

К ним относятся пластмассы, дерево, асбоцемент, камень и т. д. Они, как правило, неэлектропроводные. Наиболее доступным из них является дерево. Его обработка требует столярного искусства и специального инструмента, но простые работы с ним можно выполнять и более простым инструментом. Оно, в частности, прекрасно режется слесарной ножовкой. Для об-

стругивания можно применять острый сапожный нож (очень полезный инструмент), дерево хорошо точится на металлорежущем токарном станке, хотя и даёт много мусора. Наждачный камень оно засаливает (особенно мелкий). Заглаживать заусеницы на деревянных деталях удобно с помощью осколка стекла.

Наиболее твёрдыми и прочными из пород дерева является белая акация (идеальный материал для ручек молотков, топорниц, черенков лопат), дуб, бук (очень однороден), берёза, ясень. Сосна отлично колется ножом на лучины. Более мягкие породы используют для резьбы и вспомогательных деталей (например, временные оправки для намотки катушек индуктивности). Свежесрубленную древесину следует медленно высушить. Чтобы предохранить её от растрескивания, рекомендуют брёвна ошкуривать, оставляя на концах пояски из коры. Прямослойную (без сучков) белую акацию после сушки следует не пилить вдоль, а расколоть на заготовки, так как колотая древесина по понятным причинам прочнее распиленной, и отобрать подходящие куски.

Черенки для лопат можно делать и из сырой, свежеспиленной акации. Подходящую жердь отрезают по длине и заглаживают на ней неровности. Кору следует удалить. Такой черенок очень надёжен в работе. После окончательной сушки его поверхность следует повторно заглаживать от неровностей.

Из древесины тутовника и лоха, покрытой эпоксидным лаком, получаются красивые, золотистого цвета ручки отвёрток.

Неплохим способом отделки деревянных деталей является слабый обжиг на огне и последующее покрытие олифой, лаком или воском. Такая отделка отбивает охоту у проклятых древо-точцев лакомиться Вашими изделиями.

Из дерева часто делают инструмент для горячей обработки стекла и колодки с дырками для укладки горячих стеклянных деталей. Белая акация хороша и для таких применений. Для работы с горячим стеклом требуется твёрдое и плотное дерево, которое обязательно следует обуглить в пламени горелки. Тогда оно не прилипает к разогретому стеклу, и после сгорания не оставляет на стекле грязи.

Для этих же применений хорош и текстолит. Текстолит и гетинакс делают из хлопчатобумажной ткани (бумаги) пропитанных фенолформальдегидной смолой. Они плохо горят, прочны и термостойки. Вода, растворы кислот их портят, а растворы щелочей быстро разрушают. Из-за гигроскопичности они являются плохими диэлектриками во влажной атмосфере. Применять их следует там, где требуется прочность и малая теплопроводность. Удобно делать из них ручки инструментов.

При обработке текстолита на станках он сильно тупит инструмент, поэтому для обработки желательно применять твёрдые сплавы.

Сходными свойствами обладают пресспорошки (карболит). Они тоже имеют сильные абразивные свойства. К сожалению, эти прочные, надёжные и пожаробезопасные пластики постепенно выходят из употребления. Эти пластики имеют некоторую проводимость, которая усиливается во влажной атмосфере. Она существенна лишь для слабых токов и высоких напряжений (токи утечки).

Резины также могут считаться термореактивными пластиками. После вулканизации они, в лучшем случае, набухают в растворителях, теряя прочность, но растворить полностью их не удаётся.

Резины бывают на основе обычных, кремне-органических и фторсодержащих каучуков. Существуют и другие резиноподобные полимеры (например, полиизобутилен). Обычные резины набухают в бензине и маслах. Шайбы из маслостойкой резины можно извлечь из масляных фильтров автомобилей. Для смазки резины очень хороша касторка, которая совершенно её не портит.

Силиконовые резины выдерживают температуру до трёхсот градусов, они мягкие и могут применяться для хватков и пробочек в стеклотрувном деле. При повышении температуры их

прочность заметно падает. Стеклодувам следует собирать подходящие детали из этой резины. Лишними они не будут. Силикон проницаем для кислорода, но для систем низкого вакуума трубки из него вполне могут применяться.

Фторированные резины применяют для уплотнения прогреваемых вакуумных систем. Автору они не попадали в работу. Свойства можно узнать из специальной литературе.

Описанные выше пластики относятся к **реактопластам** (термореактивным). Их нельзя расплавить или растворить в чём либо без химического разложения.

К термопластичным пластикам относятся полиэтилен — прекрасный диэлектрик, слабо термостоек, очень стоек химически. Блочный полиэтилен, особенно твёрдый, поддаётся токарной обработке.

Он не склеивается обычными клеями, попытки сварить его с помощью паяльника не дают хороших результатов. Для прочной сварки в шов следует вплавлять металлическую сетку. Это касается и других свариваемых пластиков, (кроме винипласта). Плёнку из полиэтилена можно сваривать открытым огнём, зажав её между двумя металлическими или деревянными линейками и оплавляя выступающую полосу шириной два-три миллиметра. Плёнка должна при этом быть новой и возможно более чистой.

Из полиэтилена можно делать детали для работы в СВЧ полях, там, где нет нагрева и не существенны небольшие деформации. Полиэтиленовая посуда пригодна для хранения почти всех химических реактивов. Он слегка набухает в автомобильном бензине. На полиэтилен не действуют обычные растворители, но плёнку из него можно растворять в горячем парафине. Полученный сплав особо пригоден для изготовления моделей для литья по выплавляемым моделям. Он прекрасно обрабатывается резанием. При прогреве гипсовых форм до двухсот градусов в термостате этот материал впитывается без остатка и не мешает заливке металла. Полистирол выпускается в нескольких модификациях: обычный (прозрачный) и ударопрочные, которые представляют собой сополимеры стирола с другими мономерами. Из полистирола делают белый пенопласт.

Полистирол можно растворять в хлорированных растворителях, толуоле и стироле, полученном деполимеризацией пенопласта. Наиболее удобным растворителем следует считать хлороформ. Полистирол является высокоомным и высокочастотным диэлектриком. Он не очень термостоек. При длительной нагрузке способен растрескиваться. Бензин его разрушает.

Политетрафторэтилен (тефлон) может быть назван королём пластмасс. Термостоек до трёхсот градусов, прекрасный диэлектрик и химически крайне инертен. Действуют на него лишь расплавленные щелочные металлы и фтор. Прекрасный вакуумный материал, но склонность к ползучести требует постоянного поджатия соединений. Одетые на штуцеры трубки следует обматывать резиной или капроновой нитью. Никакие растворители на него не действуют, однако некоторые вещества, например: гелий, неон, семиокись марганца, йод (и, наверное, другие галогены) понижают сквозь тефлон и растворяются в нём. Поэтому йод в фторопластовой пробирке, даже плотно закупоренной, со временем «исчезнет».

Фторопласт прекрасно обрабатывается на станках острым инструментом из быстрорежущей стали и острым слесарным инструментом. Токарные резцы для него следует делать с слегка закруглённой в плане вершиной, что гарантирует более гладкую, без заусениц поверхность. Плёнка из него может применяться в конденсаторах с малыми потерями, как прокладка при намотке катушек трансформаторов.

Трубки из фторопласта можно раздавать на большой диаметр, натягивая их на горячие оправки из полированного металла и протягивать через конические отверстия, аналогично металлическим трубкам. Подогревать фильеру при этом не следует. Следует остерегаться сжигать фторопласт на огне без тяги, так как при этом выделяются вредные фторсодержащие вещества.

Сведения о других пластиках есть в специальной литературе, например, «Малой химической энциклопедии», «Справочниках радиолюбителя», различных пособиях по вакуумной и ради-

Глава 7. Клеи и их применение

Клеить в лаборатории приходится очень часто. К счастью, сейчас имеется большое количество клеев с самыми разными свойствами. Их можно условно разделить на три группы. Есть клеи, которые твердеют сами по себе (полимеризация). Есть клеи, которые твердеют в результате высыхания растворителя и клеи, которые получаются при растворении самих склеиваемых материалов.

К первой группе относятся, например, эпоксидная и полиэфирная смола и различные кремнеорганические «силиконовые» герметики.

Эпоксидные и полиэфирные смолы твердеют при добавлении специальных отвердителей, а силиконы — от действия компонентов воздуха. Такие клеи не дают при твердении большой усадки и могут быть применены для получения композитов. Эпоксидная смола с капроновыми или стеклянными нитями позволяет делать прочные бандажи, например, для сердечников трансформаторов, наружного упрочнения стеклянных сосудов. Эта технология даёт возможность наматывать из стекловолокна и из стеклоткани почти готовые изделия типа корпусов небольших кораблей, ракет и т. д. Опишем ремонт с помощью эпоксидной смолы электрической арматуры.

Заливая смолой выгоревшие места в карболитовых электрических выключателях, их нужно тщательно очистить от образовавшегося угля и смазать каверны толстым слоем смолы. Умеренно подогревая, подсыпать чистый, сухой и подогретый мелкозернистый песок до заполнения всего выгоревшего объёма. Образовавшийся материал также является композитом. Добавка песка позволяет экономить клей, получать более прочный и огнестойкий материал.

Со смолой прекрасно совмещается стеклянный порошок, тальк, резина, хлопчатобумажные нити. Ватные тампоны, пропитанные смолой, полезны для заделки больших зазоров. Для получения пластика возможно большей прочности наполнитель необходимо обезжирить прокаливанием, либо, если он не выдерживает этой процедуры, промывкой ацетоном. Клеевой шов можно формировать с помощью фторопластовой или полиэтиленовой плёнки.

Скорость твердения эпоксидки очень сильно зависит от температуры. На холоде она не твердеет часами, поэтому готовый к применению клей можно некоторое время хранить на морозе, опасаясь лишь конденсации на нём воды, а при ста—ста пятидесяти градусах твердеет в течение нескольких минут. Прочность образовавшегося термореактивного пластика так же зависит от температуры. Для её повышения «сушку» следует проводить при температуре около ста двадцати градусов в течение часа.

При полимеризации эпоксидного клея выделяется много тепла. Если его отвод затруднён (толстый слой в посуде, толстый клеевой слой на плохо проводящей тепло поверхности) то твердение самоускоряется и приобретает неуправляемый характер. Вся масса смолы пузырится, дымит и растрескивается. Поэтому следует вести заливку тонкими слоями, не сразу прогревать шов, не разводить много смолы одновременно. Наоборот, тонкие слои (например, трещины в алюминии) можно и нужно заливать при горячей детали, при температуре вскипания слюны. Добавки в смолу наполнителя или спирта снижают склонность к саморазогреванию.

Эпоксидная смола хорошо пристает к чистому стеклу, анодированному алюминию, окисленным металлам (кроме тех, слой окиси на которых легко отстаёт, например, окалина на железе или меди). Приклеивая алюминий, его следует либо анодировать, либо протравить щёлочью с последующей промывкой в воде и сушкой при 150° — 300° или прогреть при температуре 300° — 400° для очистки и окисления поверхности. Клеить следует ещё горячий металл. Тогда шов или покрытие получаются очень прочными. Если алюминий прокорродировал в воде, то его следует прогреть при температуре хотя бы 200° — 300° для обезвоживания продуктов

коррозии, остудить до 100° и клеить. Автор собирал на эпоксидке шкивы для станков, которые хорошо работают и поныне. (В этой конструкции шов работал не на разрыв, а на срез). Железо эпоксидный клей не защищает от сырости, и поэтому продукты коррозии разрушают шов. Склейка железа ненадёжна в сырости, и её можно в этом случае применять лишь для уплотнения. Но эпоксидный клей стойкий в нефтепродуктах и пригоден, например, для заклейки трещин в автомобильных картерах. В других случаях вопрос о его применении следует решать специально.

Эпоксидка прекрасно пристаёт к стеклу, но при полимеризации, особенно при горячей склейке стекла с алюминием, шов разрушается по стеклу из-за разного коэффициента расширения материалов. Для подавления этого эффекта надо так конструировать соединение, чтобы клеить детали с одинаковыми К.Т.Р. или добавлять в смолу большое количество резинового порошка, полученного стачиванием подходящей твёрдой резины на наждачном круге. Такой компаунд всё же следует признать неудачным для цоколёвки ламп и применять вместо него силиконовые композиты типа герметика «Прокладка».

Эпоксидные смолы совершенно не пристаю́т к парафину, полиэтилену, гладкому плексигласу и фторопласту. Из этих материалов можно делать формовочные приспособления. При необходимости их соединения, конструкцию следует делать «несъёмной» (например, проклеивать резьбу или заливать детали с выступами).

Кремне-органические компаунды можно применять для цоколёвки ламп, так как они эластичны и хорошо пристаю́т к стеклу. Ими же следует пользоваться для приклейки деталей, работающих при повышенных температурах — 200° — 300°. Оттирать их с деталей можно тампоном, смоченном спиртом, они разрушаются также ацетоном. Прочность полимеризованного компаунда не велика, но вполне достаточна для соединения лампы с цоколем.

Полимеризующиеся клеи не растворяются в обычных растворителях.

Клеи, которые твердеют от высыхания растворителя, обычно обратимы, то есть их можно растворить в том же растворителе, на котором они были приготовлены. Клеи «БФ» и шеллак при прогреве шва до 130° полимеризуются и теряют способность растворяться в спирте. Клеем «БФ-6» было удобно приклеивать повязки к мелким ранкам.

С такими повязками, которые представляют собой просто приклеенный к коже кусочек ваты, можно работать на станках, не опасаясь наматывания на шпиндель пальцев вместе с рукой. К этой группе клеев относятся также нитроцеллюлозные клеи, клей «ПВА», всякие суперцементы и прочие фирменные штучки. В последнее время в продаже стали появляться супер и гипер клеи, в том числе — «молекулярные» и автору приходилось видеть клей, дающий равнопрочное соединение со сталью. Этот клей при испытаниях оказался тоже гипер, в смысле «Г». По прочности он, правда, превосходил конторский сургуч, но до стали — далеко не дотягивал.

Свойства многих клеев можно найти в «Малой химической энциклопедии», в книге И.М.Чернова «Пора́дник сільського умі́льця» (на украинском языке) и в справочнике по химии.

Несколько особняком стоят клеи, растворяющие склеиваемые детали. Они, в принципе, могут дать равнопрочный шов. Это: ацетон для целлулоида, хлороформ, толуол, метилметакрилат и ледяная уксусная кислота для плексигласа, хлороформ, стирол и толуол (или даже автобензин) для полистирола.

Склеиваемые поверхности надо тщательно очистить, сложить вместе и закапать в зазор растворитель. После непродолжительного растворения деталей из шва выдавливают избыток образовавшегося клея и детали сушат в сжатом состоянии.

При отсутствии таких растворителей их можно добыть сухой перегонкой в стеклянной реторте соответствующего пластика. Кусочки плексигласа или переплавленный белый пенопласт смешивают с двойным объёмом крупного песка, и осторожно нагревая, перегоняют образующийся мономер — метилметакрилат или стирол. Самую первую и последнюю порцию по-

гона следует отбросить. В первой может быть вода, а в последней слишком много продуктов деструкции.

Следует также уделить внимание **неорганическим клеям** на основе систем типа: $\text{Al}_2\text{O}_3 - 0,5\text{Cr}_2\text{O}_3 - 2\text{P}_2\text{O}_5$. Они пригодны для склеивания металлов, керамики, стекла, получения в смеси с наполнителями керамики и цементов, а при добавке алюминиевой пудры — и пористой теплоизоляции. Эти клеи, особенно в смеси с наполнителями, очень жаростойки. Получить их можно, растворив при нагревании в фосфорной кислоте соответствующие оксиды. (Вместо оксида алюминия лучше взять металлический алюминий), а оксид трёхвалентного хрома после растворения восстановить спиртом при нагреве. Раствор следует упарить до плотности $1,5 \text{ г/см}^3$. Автором такие клеи освоены мало, но, по всей видимости, они перспективны. Цементы на их основе подходят для наклейки радиаторов на катоды ЛПК. После прогрева на воздухе до 450° вода из них в вакууме уже не выделяется.

К неорганическим клеям следует вспомнить и жидкое стекло (конторский клей). Это раствор силиката натрия в воде. Органические материалы он слегка разрушает, но незаменим, если надо приклеить к стеклу нечто бумажное. **Удалить бумагу после высыхания клея, не повредив стекло, очень трудно.** Этот же клей применяется для получения различных огнеупорных замазок и композиций.

Подготовке деталей к склеиванию следует уделять особое внимание. Их поверхность тщательно очищают, если надо — модифицируют (например, алюминий под эпоксидный клей). Грязь типа масел удаляют растворителями или выжигают до полного сгорания. Чистая, хорошо подготовленная поверхность даёт возможность получить хороший, прочный шов. Разборка клеевого соединения ведут либо с нагревом, которое разрушает клей (например, металл, склеенный эпоксидной смолой) либо действуя на шов подходящим растворителем. На эпоксидные клеи действует лишь диметилформамид, да и то медленно.

При нагреве в автоклаве (ампуле) многие термореактивные пластики можно разрушить нагретым до 150° ацетоном. (Например, разрушить корпус микросхемы). При этом надо соблюдать осторожность из-за возможности разрыва ампулы. (Очки и - обязательно - закручивающаяся защитная гильза!) Фенолформальдегидные пластики и цоколёвочные массы обычных электроламп быстро разрушаются растворами щёлочи.

Термопластические клеи можно либо нагреть, либо размочить подходящим растворителем. Для его подбора надо капнуть на клей растворитель и под его слоем клей поскоблить. Размягчение поверхности укажет на его пригодность для этой цели. Силиконовые клеи набухают в ацетоне. Очень хорош для разборки клеевых соединений молоток средней тяжести. Однако, при такой разборке эпоксидные клеи могут дать достаточно опасные для глаз осколки, поэтому работать необходимо в очках.

Глава 8. Оснастка и стеклодувные работы

Изготовление в лаборатории газоразрядных и вакуумных приборов требует многочисленных и разнообразных приборов и приспособлений. Они так или иначе должны заменять оборудование целого завода. В условиях дегенеративного перехода от тоталитарно-человеческого к обезьян-либеральному обществу комплектация оснастки существенно облегчилась, благодаря возможности использовать ресурсы разрушаемого мартышками народного хозяйства.

В любом случае, создание в лаборатории полного комплекта необходимой оснастки является процессом бесконечного приближения к идеалу. Всего желаемого оборудования получить не удастся никогда, но некий необходимый для работы минимум собрать вполне возможно. Разумеется, многие операции при этом придётся делать «на коленке», но в условиях единичного и мелкосерийного производства это обычное явление.

Дело в том, что многие операции имеет смысл делать на специальном дорогом оборудовании только в условиях массового производства. Если дорогой специальный станок загружен на

0,00 процента, то он не имеет смысла. Автор пишет это для того, чтобы ободрить своих последователей.

В мастерской при лаборатории во всяком случае необходимо иметь: основной слесарный инструмент (молоток, набор напильников, отвёртки, зубила и т. д.), наковальню весом килограммов десять и хотя бы небольшой токарный станок, с возможностью, при необходимости, иметь доступ к более мощному, сверлильный станок до 10 мм и, желательно, меньший, повышенной точности.

Крайне желательно иметь хотя бы примитивный шлифовально-полировальный станок (например, рычажный, описан у Стронга) для обработки стеклянных деталей и блоков размером до ста-ста пятидесяти миллиметров типа окон ламп (в том числе, в виде линз) с оснасткой (шлифовальники, абразивы, алмазная пила, свёрла, оправки и т.д.

Необходим электросварочный аппарат обычного типа для сварки сталей или лёгкий доступ к нему.

Следует иметь стеклодувную горелку с возможностью повышать температуру пламени сверх обычной, достижимой при сжигании газа или бензина в воздухе, ручную газо-воздушную горелку с регулируемым пламенем для обогрева приборов на откачке и несколько специальных горелок (например, для обогрева деталей при изготовлении спаев окошек и ножек ламп).

Очень полезен электролизёр для получения гремучего газа мощностью хотя бы 500 эквивалентных ампер (число ячеек, умноженное на их ток) с набором горелок различной мощности. Рядом с горелкой всегда должен находиться стеклодувный нож, напаянный сплавом Т15-К6 или Т30-К4. Это самые твёрдые из разработанных советскими исследователями металлокерамических твёрдых сплавов на основе карбида вольфрама. Они обеспечивают длительную работу инструмента без переточек. Более мягкие сплавы других марок лучше не использовать. «Напайки» из эльбора (паять его нельзя, эльбор следует клеить) почему-то показали себя не очень хорошо. Дело наверное в микрорельефе режущей кромки, но проверить это не представляется возможным из-за отсутствия сканирующего микроскопа (до «катастрофы» его не успели запустить в работу).

Крайне необходима **тяга** для удаления газов и дыма от горелок. Под тягой следует сделать местное освещение от лампы накаливания с резким светом (не люминесцентную) мощностью около сотни ватт, желательно с пониженным напряжением питания.

Для резки стекла и зажигания горелок нужно иметь накалившую нихромовую спираль из проволоки диаметром около миллиметра. Её следует укрепить на ручке и присоединить к шестивольтовому трансформатору гибким проводом (рис. 14).

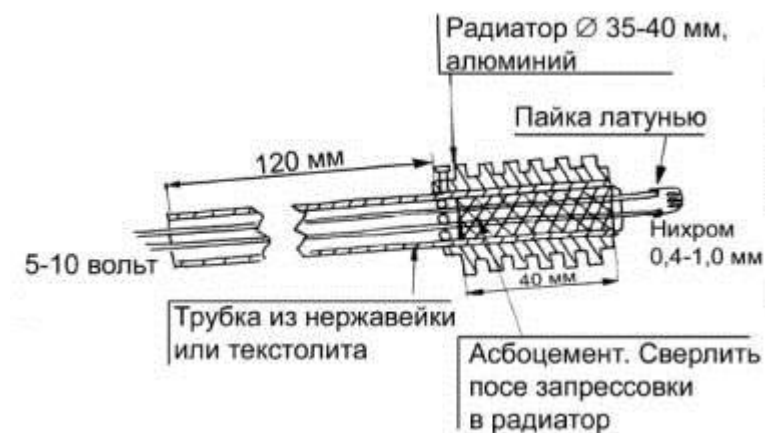


Рис.14

Стыки спирали и токоподводов следует обязательно пропаять латунью на горелке. Накал спирали следует подобрать таким, чтобы она не прилипла к стеклу и не повреждала его поверхности.

На отдельном столе следует иметь небольшую радиолaborаторию, так как обязательно приходится работать и с радио и с силовой электроникой. Блоки питания ламп и устройства для работы лучше делать (или, по крайней мере, конструировать) самому, так как никто, кроме Тебя не знает как их лучше сделать, это во-первых, а во-вторых, надо и отдохнуть от основной работы. Очень желательно для пайки радиоустройств и прочей электроники применять самодельный паяльник с низким напряжением питания. С ним намного удобнее паять всякую мелочь. Его устройство приведено на рисунке (см. рис. 15). Для изготовления такого паяльника вполне достаточно обычного оборудования. Очень крупные детали и толстые провода при пайке можно аккуратно подогреть микрогорелкой на гремучем газе.



Рис.15

На этом же столе можно поместить пост откачки, но оборудование тогда приходится менять по ходу работы. Для работы с лампами высоковольтный трансформатор напряжением около 5000 вольт и с током до 0,3 ампер следует включить через подходящий автотрансформатор (ЛАТР) и поместить рядом со столом. В первичную обмотку высоковольтного трансформатора следует включить подходящий дроссель (например, от лампы ДРЛ-400), чтобы ток короткого замыкания вторичной обмотки не превышал максимально допустимого для обмотки (около 500 мА). и весь источник питания имел «мягкую» внешнюю вольтамперную характеристику.

Очень хорошо иметь два дросселя и включать их параллельно, последовательно или только один, меняя максимальный ток. Это желательно потому, что характеристики ламп в процессе откачки и тренировки могут меняться в очень широких пределах. Совершенно не мешает иметь максимальную гибкость в быстром конструировании таких быстро сборных блоков питания, поэтому следует позаботиться о приобретении нескольких трансформаторов, мощных выпрямительных столбиков типа КЦ—1007, резисторов и высоковольтных конденсаторов. Соединять их проще всего при помощи штырьков от разъёмов.

Вторичную обмотку высоковольтного трансформатора ни в коем случае не следует заземлять! Это позволит избежать опасного поражения током при прикосновении ко второму кон-

цу обмотки.

Если будут применяться умножители напряжения (например, удвоители или учетверители), то следует позаботиться о том чтобы выводы **каждого** конденсатора были закорочены подходящими резисторами. **Их отсутствие неизбежно приведёт к поражению работающего высоким напряжением.** Мало не покажется!

Стол и окружающие предметы должны быть из непроводящего материала, например, сухого дерева. В пределах досягаемости не должно быть заземлённых предметов. Работать с высоким напряжением нужно **всегда одной рукой.**

Никогда не следует забывать, что работаешь с опасным напряжением. Человек, ожидающий электрического удара, имеет гораздо больше шансов остаться в живых при поражении током. Под столом для откачки ламп следует поместить вакуумный насос. Насос типа РВН-20 вполне достаточен для большинства работ. Автор работает с насосом, дающим меньший вакуум, что, правда, создаёт некоторые неудобства. Разумеется, лучше иметь менее шумный и дающий лучший вакуум роторный насос современного типа без шкивов и ремней и к нему, например, диффузионный.

На столе должен стоять ртутный манометр для контроля давления наполняющего газа до 100 мм рт.ст. Как его сделать, описано в книге Брауэра. Мы заметим только следующее:

Ртуть представляет собой очень тяжёлую и мало вязкую жидкость. Сжимаемость её тоже мала, поэтому, при её быстром течении могут возникнуть очень опасные для стеклянных трубок гидроудары. Для защиты манометра от разбивания ртутью при аварийном прорыве воздуха в систему, на вход манометра следует впаять пластинку из пористого фарфора, а перед измерительным коленом сделать сужение трубки. Это несколько замедляет измерения давления в системе, но позволяет в некоторой мере обезопасить манометр от разрушения. Весь манометр удобно поместить в футляр из оргстекла для сбора ртути при его разрушении.

Манометр (вакуумметр) от нуля до одной атмосферы произвольной точности тоже должен быть в лаборатории. Он предназначен для заправки расходных ёмкостей для газа и наполнения приборов типа импульсных ламп и разрядников. Специального манометра среднего и высокого вакуума, типа термпарного или ионизационного можно не ставить. Контроль давлений ниже одного миллиметра ртутного столба вполне можно вести по виду разряда, а наполнение до очень низких давлений обычно не применяется и особая точность здесь не нужна. (Разумеется, при необходимости такой манометр к установке можно добавить).

Нужно также изготовить небольшой стеклянный (с одной-четырьмя ячейками) титановый магниторазрядный насос типа вакуумметра Пеннинга (см. рис. 16). Он может применяться для откачки «чистых» систем типа сосудов Дюара и вакуумных рубашек высокочастотных ламп. Для откачки систем, имеющих много «грязи», он не пригоден. Такой насос, сам по себе, после калибровки может служить и манометром. По току его разряда можно определять давление в системе.

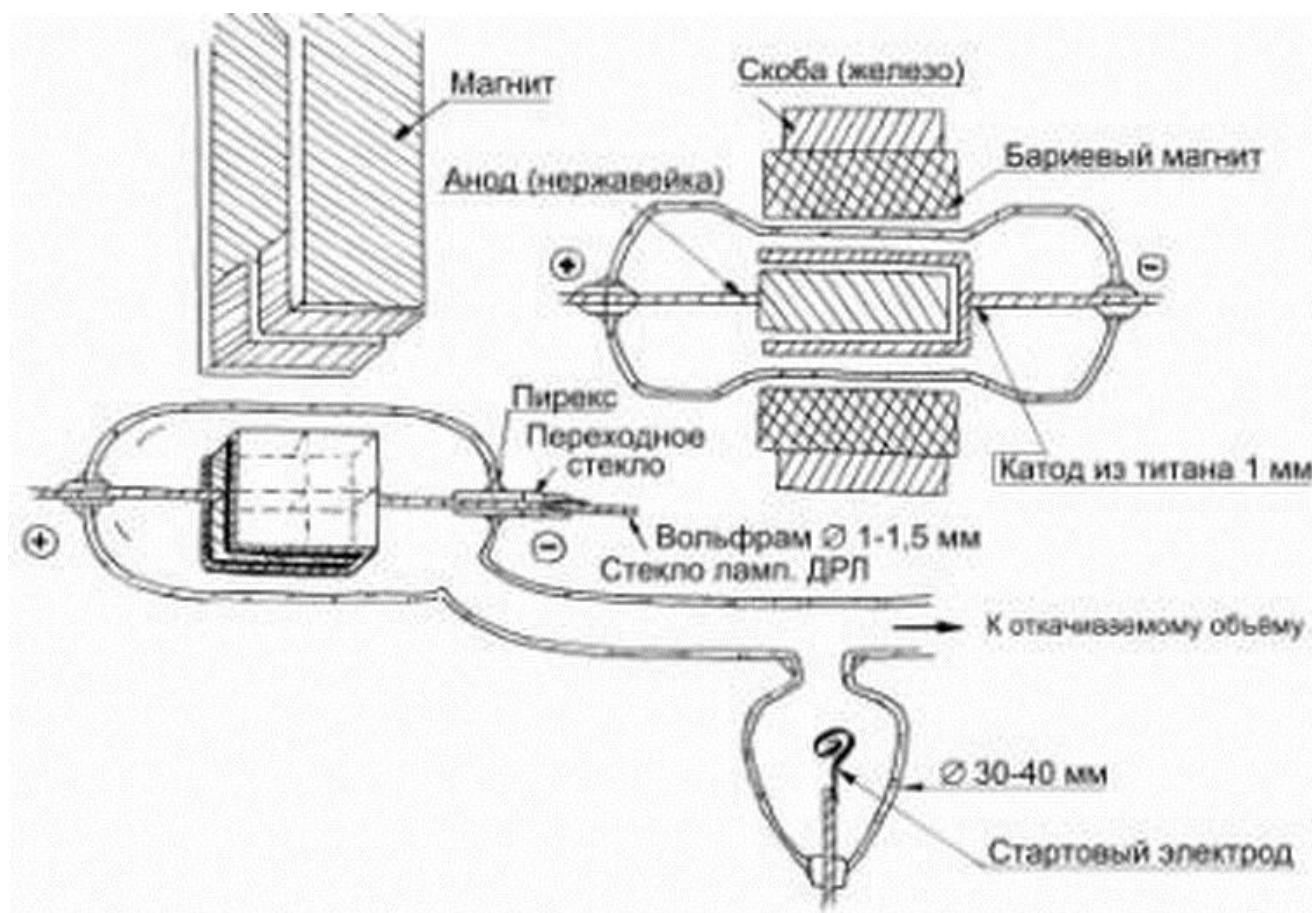


Рис.16

При небольших размерах и чистой, прогретой системе предварительная откачка роторным насосом до давления 10^{-2} мм рт. ст. вполне достаточна для его запуска.

Если возникают трудности с запуском, то к этому насосу следует допаять короткую разрядную трубку достаточного диаметра (30-40 мм) с небольшим титановым катодом в виде отрезка проволоки или полоски. Этот электрод после отпайки от масляного насоса следует нагреть током разряда докрасна. Быстрое катодное распыление такого электрода происходит при гораздо больших давлениях, чем катода в магнито-разрядном насосе. После того, как разряд с этого электрода станет невозможен из-за падения давления, можно будет запустить основной насос.

Очень интересно то, что такое простое решение для устойчивого запуска титанового насоса с низкого вакуума автором нигде в литературе не было замечено. Все жалуются на плохой запуск при низком вакууме, на перегрев электродов насоса, пробуют охлаждать электроды водой, а сделать небольшой **специальный** сменный электрод, который можно было бы нагревать током разряда до температуры самоочистки титана от окислов и быстрого распыления за счёт пониженной плотности газа вблизи нагретого электрода — никому в голову не приходит.

При изготовлении такого «стартового» насоса главная тонкость состоит в применении для его оболочки стеклянной трубки достаточно большого диаметра, иначе разряд с него погаснет ещё при низком вакууме за счёт ограничения прикатодных частей разряда.

Корпус магнито-разрядного насоса следует делать из пирекса, а при необходимости откачивать системы, изготовленные из других стёкол — припаивать его через переходные стёкла или присоединять через шлиф малого диаметра, склеенного **минимальным** количеством смеси канифоли с пчелиным воском 2:1. Сильно загрязнённый распылённым титаном насос можно протравить десятипроцентным раствором азотной кислоты с добавкой нескольких процентов плавиковой, затем промыть дистиллятом. Органику из насоса и всей системы

можно удалить отжигом в печи при 400° - 500° в воздушной атмосфере. При предварительной откачке роторным насосом, всю чистую часть системы следует прогреть горелкой для удаления основного количества загрязнений со стенок.

Питается такой насос высоким напряжением от специального источника (см. рис. 17). Для его работы необходим внешний магнит, который можно подобрать или сделать из железной скобы толщиной около десяти миллиметров с наклеенными бариевыми магнитами от динамиков. Общая толщина этих магнитов должна превосходить толщину насоса раза в полтора-два.

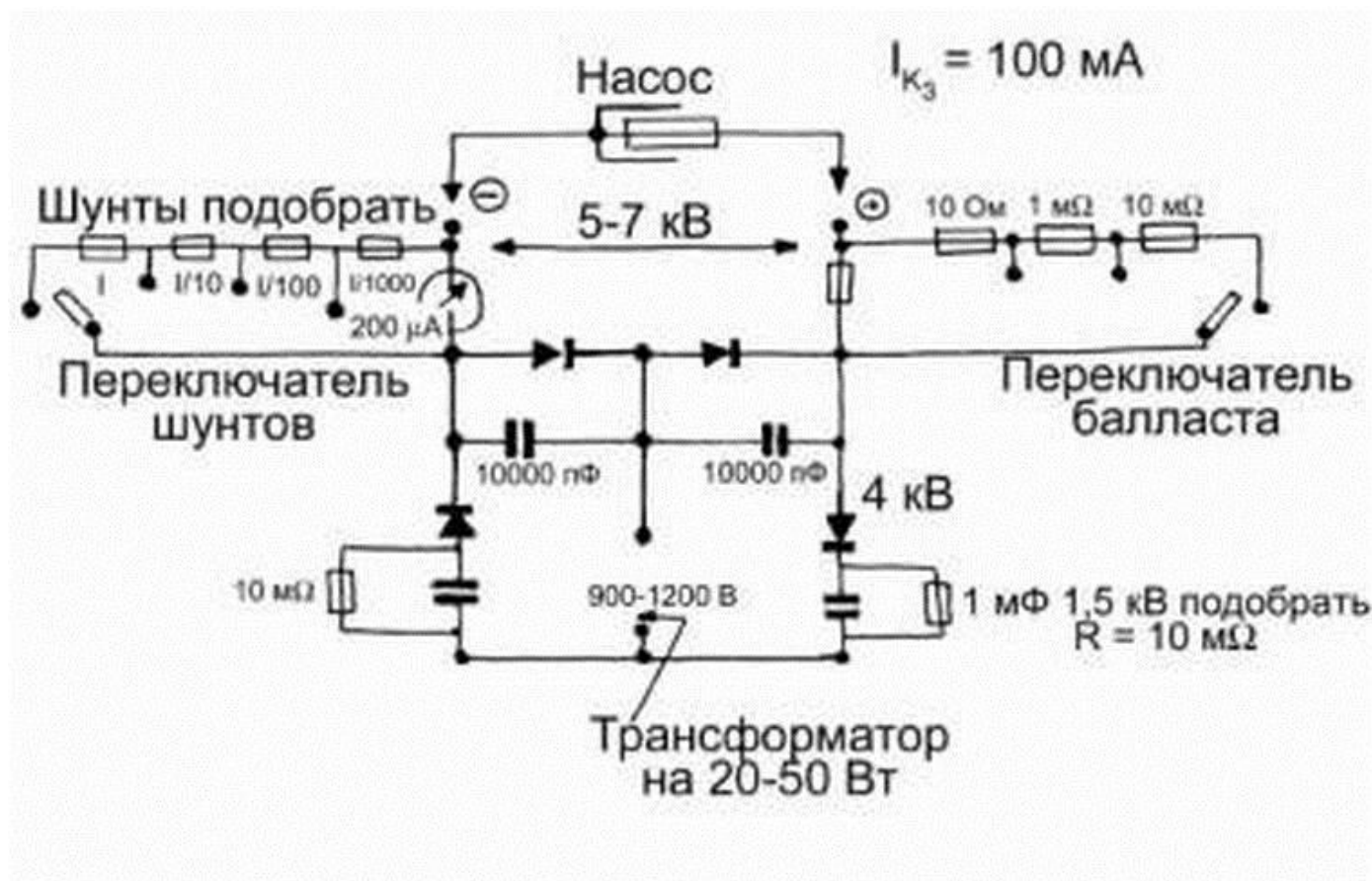


Рис.17

Неплохо также иметь в лаборатории мощный (до киловатта) трансформатор на напряжение 24—36 вольт и на ток 30—40 ампер. Подключая его к автотрансформатору, можно питать самую разнообразную нагрузку (например, печи разных размеров). При необходимости можно изготовить и установить и другое электрооборудование.

Следует изготовить самостоятельно или подобрать высокочастотный (ТВЧ) автогенератор с мощностью 50-200 ватт. и рабочей частотой около десяти мегагерц. Для начала вполне достаточен двухтактный генератор на двух лампах ГУ-50 при напряжении анодного питания 600—1000 вольт. **Анодное напряжение следует сделать регулируемым (ЛАТР) и не подавать его до полного прогрева катодов ламп. Генератор следует обязательно «отвязать» от сети трансформатором (см. схему на рис. 18).**

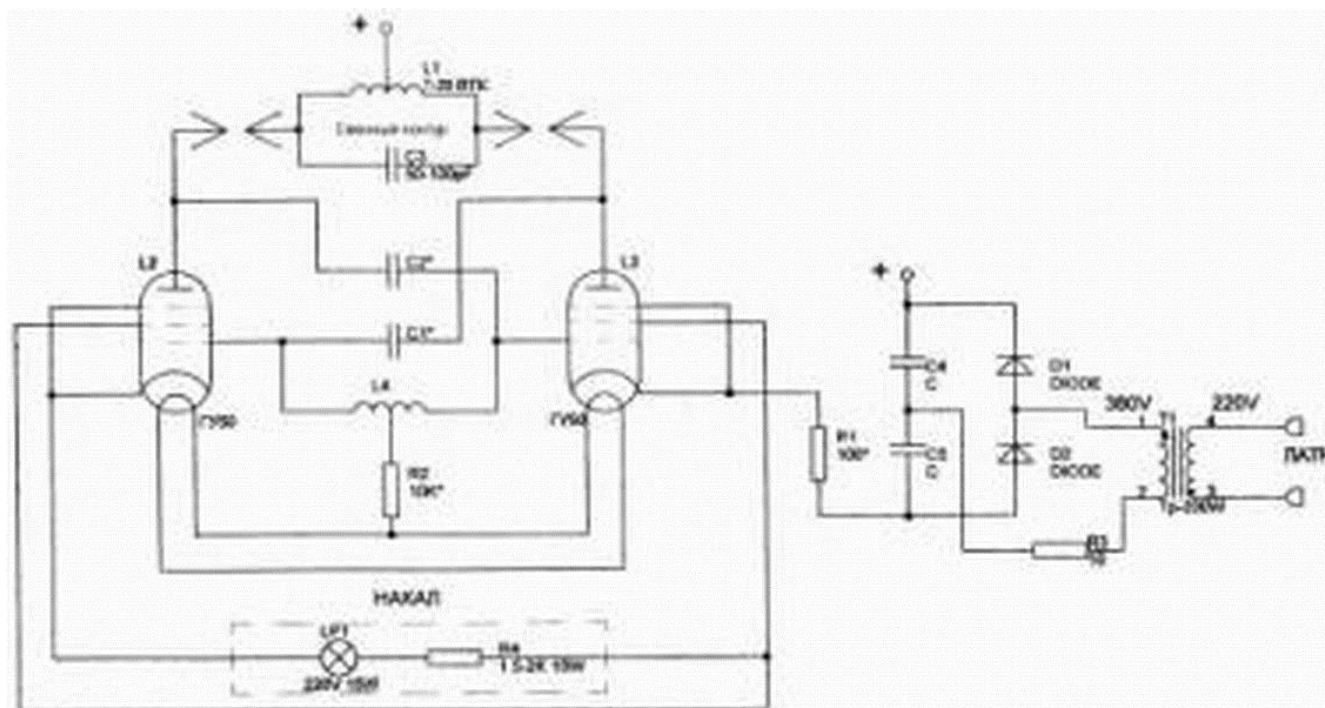


Рис.18

Применяя вместо ламп мощные транзисторы, можно сделать сам генератор небольших размеров, безопасным в смысле поражения высоким постоянным анодным напряжением и поэтому удобным для работы в разнообразных условиях. Громоздкий блок питания такого устройства можно разместить вне стола, соединив его с генератором гибким проводом и тонкими трубками водяного охлаждения.

Снабдив генератор сменными контурами различных размеров с подобранной ёмкостью и индуктивности, можно тренировать «шарики», нагревать в вакууме различные геттеры в виде кольца из титана или единичного электрода (разряд со вторым электродом «на пространство» — «ВЧ факел»), изготавливать спай металла со стеклом типа дисковых и колпачковых.

Удобно также иметь в комплекте генератора небольшой набор высокочастотных трансформаторов типа трансформатора Тесла, но с меньшим количеством витков во вторичной обмотке (коэффициент трансформации 3— 10 раз). Они могут применяться для распыления геттера разрядом типа «ВЧфакел», который проще зажечь при повышенном напряжении.

Разумеется, не помешает в лаборатории и мощный генератор с частотой до мегагерца на несколько киловатт, но работать с ним следует в экранированном помещении и на фиксированной частоте, чтобы не мешать радиоприёму. В промышленном производстве ВЧ нагрев широко применяется.

Предметом первой необходимости в лаборатории следует считать маломощную контактную сварку. Такая сварка широко применяется в электровакуумном производстве. Нам будет достаточно иметь сварочный аппарат, сделанный из трансформатора типа ТС-270 от старого телевизора. Этот трансформатор хорош тем, что его всегда можно найти и легко разобрать.

После аккуратной разборки трансформатора с катушек следует смотать все обмотки кроме сетевых. Сетевая обмотка самая нижняя и состоит из нескольких частей, которые следует соединить последовательно и убедиться при помощи миллиамперметра, стоваттной лампочки (балласта) и ЛАТРа, что включены они правильно. На обмотку одного стержня можно подавать 110 вольт, при этом ток холостого должен составлять не более ста миллиампер (разумеется, при собранном магнитопроводе). Обмотки обеих стержней следует соединить последовательно и согласованно (начало второй обмотки соединить с концом последней) и при первом включении последовательно трансформатору включить лампочку 100 ватт или медленно повышать напряжение ЛАТРОм, контролируя ток через катушки во избежание аварии. (Эта

технология применима всегда при работе с вновь изготовленными или неизвестными трансформаторами).

На оба стержня следует намотать проводом или шиной сечением около 20мм^2 по **одинаковой** обмотке на 3-4 вольта. (Если они будут иметь разное напряжение, то при параллельном соединении, возникнут уравнивающие токи, которые будут бесполезно нагревать трансформатор и могут его сжечь). Обмотки следует соединить параллельно (начало с началом, а конец — с концом). Сварочный ключ должен иметь длину около ста миллиметров и быть покрыт толстой теплоизоляцией. Сжимать его можно просто рукой, как пинцет. Медные губки можно сделать из толстого медного провода и заточить напильником до нужной формы. Их обратный ход обеспечивается за счёт упругости.

Для сварки встык коротких вольфрамовых электродов импульсных ламп с титановыми деталями в губках можно надсверлить выемки. Вообще, для конкретных сварочных работ следует подбирать и губки соответствующей формы.

Для коммутации тока в первичную цепь трансформатора следует включить несимметричный мостик из диодов и тиристоров на ток свыше 5-ти ампер и напряжение более 300 вольт. Поскольку катоды тиристоров в такой схеме соединены в одной точке, то относительно неё на управляющие электроды можно подать управляющее напряжение от ждущего мультивибратора с запуском от кнопки. Можно также в диагональ диодного мостика включить оптронный тиристор ампер на десять и, разряжая через сопротивление на его светодиод заряженный до 5 — 10 вольт конденсатор, получать на трансформаторе импульс тока необходимой длительности.

Конечно же, применив кнопку достаточной мощности, можно обойтись и без мультивибратора и без тиристорного коммутатора, можно применять вместо него даже штепсельную вилку, но тогда отрабатывать выдержку приходится вручную, что затрудняет сварку некоторых материалов. Кнопку следует расположить так, чтобы сжимать сварочный ключ и держать детали можно было обеими руками. Меняя длительность импульса и первичное напряжение с помощью ЛАТРа или (что лучше) ток с помощью реостата, можно подобрать режим сварки для различных деталей.

Регулировка тока с помощью реостата лучше подходит при сварке стальной проволоки и других деталей, склонных к пережогу. Очень полезно также последовательно первичной обмоткой включить галогенную лампу подходящей мощности (500-1000 ватт). Это позволяет получить более благоприятную форму импульса сварочного тока.

Сварочный трансформатор представляет собой тяжёлую нагрузку для тиристорного ключа из-за своей индуктивности, поэтому параллельно ключу (или, при отсутствии ключа — параллельно кнопке) следует включить конденсатор в 0,1 мФ. с рабочим напряжением не менее 500 вольт. Надо быть готовым к возможному выходу этого конденсатора из строя и тогда его рабочее напряжение следует удвоить. Неплохо предусмотреть также возможность несложной перекоммутации вторичных обмоток для питания дополнительных нагрузок.

Вторичное напряжение трансформатора контактной сварки совершенно безопасно, но следует позаботиться о надёжной изоляции вторичной обмотки от первичной. При работе с ним не следует иметь контакт с заземлёнными предметами.

При помощи такой сварки, как сказали автору, можно раскалывать победитовые пластинки, нагревая их недалеко от края (как стеклянную пластинку). Если трещина не возникает, то на ближайший край пластинки следует нанести перед пропуском тока каплю воды. Таким же образом трещину можно вести дальше.

«Робот»

При пайке сложных стеклянных деталей их часто нечем удерживать, т. к. руки заняты горелкой и инструментом. В таких случаях вместо хорошо себя зарекомендовавшей в фильме «Фантомас» «третьей руки» следует применять несложные подставки, сваренные из проволоки латуны, снабжённые шарнирами для поворота. Например, для установки колб можно

применять приспособление из двух колец разных диаметров, укреплённое на краю стола (см. рис. 19). Для лучшего скольжения на проволоку, соприкасающуюся во стеклом, следует одеть фторопластовую трубку или обмотать её фторопластовой лентой.

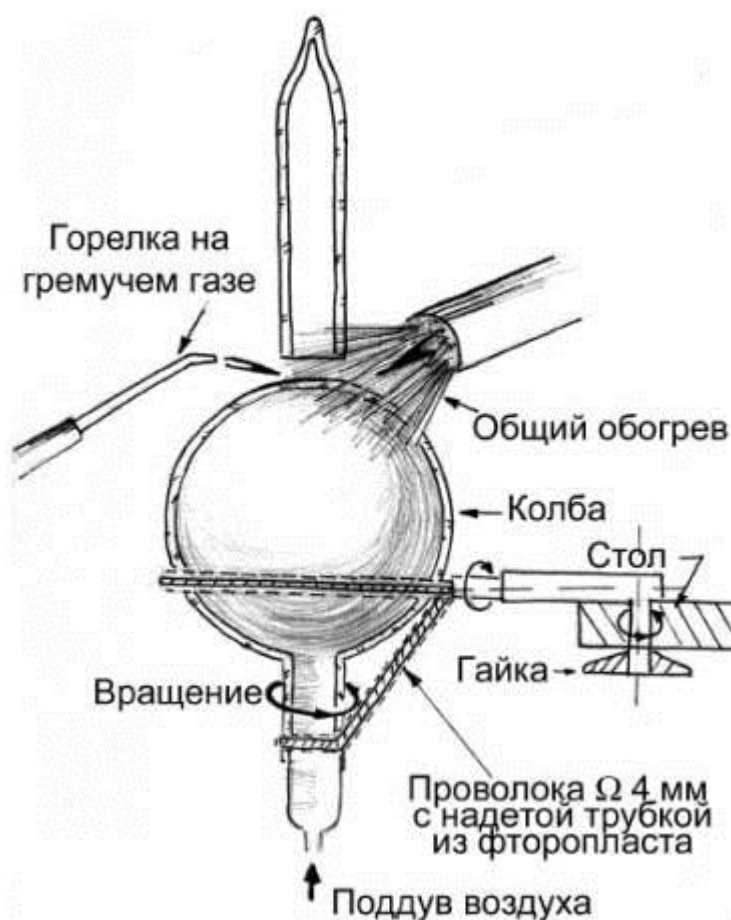


Рис.19

Ролики для вращения длинных деталей вполне можно заменить укреплённым на крышке стола крючком из пятимиллиметровой проволоки в виде крючка, в выемке которого вращается трубка, легко скользя по одетой на проволоку фторопластовой трубке.

Новые материалы, вроде силиконовой резины позволяют делать удобные хватки для стекла упрощённой конструкции, пробки для трубок и другие важные «мелочи», которые существенно облегчают работу и делают её не тягостной.

Для некоторых инструментов и деталей важна малая теплопроводность. Их следует делать из нержавеющей стали, никеля или титана. Для формирования деталей из кварца с успехом можно применять инструмент из алюминия, при условии, что он достаточно массивный и не перегревается. Применять следует чистый алюминий с гладкой поверхностью. Он хорошо протирается от грязи и, в отличие от молибдена и вольфрама не оставляет на детали окислов. Инструмент для обработки кварца и стекла не следует делать из вольфрамовых сварочных электродов. В них содержится активатор — окислы редкоземельных элементов, которые приводят к прилипанию стекла к вольфраму и загрязняют поверхность изделий. Для кварца это тем более не допустимо. Не годен для этого и вольфрам марки «ВТ», содержащий окись тория.

Стеклодувная горелка

Это основной инструмент для работы со стеклом. Известно множество конструкций горелок, работающих чаще всего на газообразном топливе. Большинство из них предназначены для работы на машинах. Их конструкции приведены в книге Бешагина С. П. «Огневое оснащение в электровакуумном производстве». Есть также несколько традиционных конструкций для ручной работы (см. Зимин).

Стеклодувы-профессионалы обычно очень консервативны и придирчиво относятся к горелке новой для них конструкции. Мелкие и несущественные с первого взгляда детали легко привлекают их неблагоприятное внимание. Часто они отвергают казалось бы удачные конструкции и работают на горелках, разработанных и изготовленных, по всей видимости, в позапрошлом веке.

Однако, за этим «консерватизмом» кроется очень точная «настройка» на известное им пламя, для того, чтобы не отвлекаться от основного — управления расплавленным стеклом.

Автор применяет разработанный и изготовленный им в течении ряда лет комплект горелок, работающих на парах бензина и гремучем газе.

Ещё в школьные годы он сделал себе из спиртовки и оттянутой стеклянной трубки «фитильную» горелку (рис. 20).

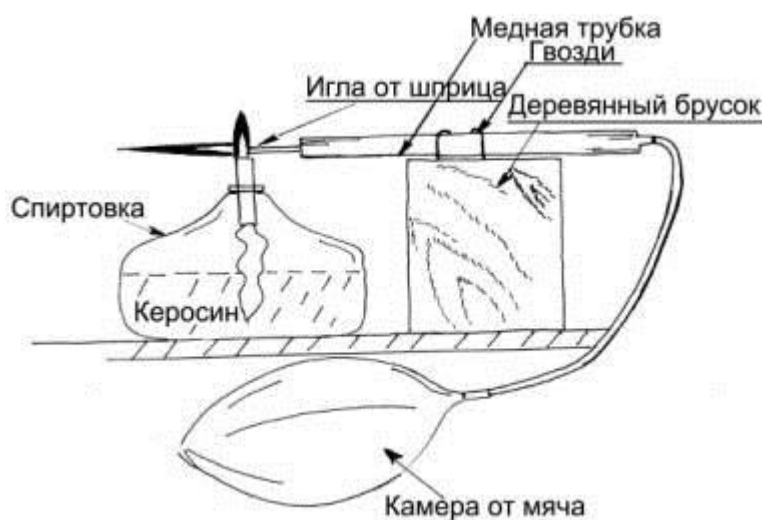


Рис.20

Потом в ход пошла и керосиновая лампа. Дальнейший полёт его мысли был сдержан отсутствием специальной литературы, стекла и потребностей в стеклоизделиях. В дальнейшем он узнал, что такие фитильные горелки применялись ранее профессионалами (см. Зимин).

Через много лет ему довелось увидеть в работе бензовоздушную горелку в зубопротезном кабинете и форма её факела произвела на него неизгладимое впечатление, поэтому, когда появилась потребность в работе со стеклом, он такую горелку себе и сделал, попутно модернизируя и отремонтировав горелки в том самом кабинете.

Горелки на карбюрированном бензине стеклодувами теперь применяются редко. Их традиционная сфера применения — зубоврачебное и ювелирное дело. Стеклодувы предпочитают работать на газе.

Автор считает бензин тоже неплохим топливом. Во первых, он безопаснее газа, так как его пары выходят из бачка только при продувке воздухом и попадание его в помещение в количествах опасных, в смысле взрыва, почти исключена. Во вторых, приготовленная карбюрированием смесь паров бензина с воздухом идеально перемешана и даёт при сгорании максимально высокую температуру. Во третьих, при сгорании бензина можно получить несколько более высокую температуру, чем при сгорании пропана, не говоря уже о природном газе. К тому же, краны регулировки находятся на бачке, а не на горелке.

В настоящее время горелка, на которой работает автор, имеет следующий вид: воздух от компрессора (переделан из купленного за 30\$ компрессора кондиционера, на вход поставлена противопогазная коробка для защиты от пыли) поступает в бензиновый бачок. Бачок изготовлен из пятилитрового баллона от пропана. Ресивера в системе нет.

Вентиль баллона переделан. В нём встроены два игольчатых крана и клапан для сброса избы-

Для работы на одной газо-воздушной или бензовоздушной смеси диаметр отверстий можно делать до 1,5 мм. Сетку следует утопить внутрь корпуса на 2-4 мм. Этот размер следует тщательно подобрать, так как при малой высоте буртика факел легко гаснет, отрываясь с краёв, а при большой высоте — горелка слишком перегревается. При использовании добавки гремучего газа или кислорода высоту буртика следует делать меньше. Центральное сопло не следует выдвигать за уровень сетки. Сопло должно давать узкий ламинарный поток горючей смеси и острый факел хотя бы при малом пламени. Его ламинарность может быть обеспечена при диаметре отверстия до 2,5 мм, длине больше 35 мм, полированной внутренней поверхности и спокойном потоке на входе. Ламинарное пламя меньше шумит и позволяет уменьшить зону разогрева, поэтому следует стараться получить именно ламинарный факел. (На этот счёт у профессиональных стеклодувов могут быть другие мнения).

В нашей конструкции он является таковым лишь при малом пламени. Отверстие сопла лучше сделать коническим — это обеспечит меньшее сопротивление потоку. Оконечную часть длиной около десяти миллиметров следует сделать цилиндрической. Коническую часть сопла можно сделать при помощи самодельной развёртки, изготовленной из стали Р-18 или из надфиля. Режущие грани развёртки следует делать острыми и отполировать мелкой наждачкой. Можно также изготовить специальное коническое сверло. Оно делается из цилиндрического путём многократного просверливания подходящего наждачного камня и снятия задних углов на ленточках сверла, которые таким образом превращаются в режущие кромки.

Центральное сопло проходит вдоль оси горелки и заканчивается со стороны, противоположной сетке, латунным диском толщиной три миллиметра, который резьбой с шагом 1,5 мм ввинчен в корпус горелки. В диске вокруг сопла, которое выходит из него на 10 мм, имеются 6 отверстий диаметром 3 мм. Эти отверстия могут быть перекрыты торцом детали («золотником») в виде длинного «беличьего колеса», на которую надет стакан из нержавеющей сетки. Золотник отжимается от диска пружиной и возвращается назад винтом, ввинченным сзади горелки. При его перемещении вперёд отверстия в диске могут быть перекрыты. Перекрытием отверстий регулируется отношение количества смеси, идущей на сетку и в сопло и, соответственно — острота факела пламени.

Направляющийся вдоль оси горелки поток гремучего газа попадает, преимущественно, в центральное сопло, что усиливает концентрацию тепла и уменьшает вероятность проскока пламени сквозь сетку.

Нержавеющая сетка на «беличьем колесе» вокруг входа в сопло успокаивает поток и позволяет получить его ламинарное течение. Сетка увеличивает внутреннее трение в газовом потоке. Несколько сетчатых шайб на пути потока позволяет успокоить вихри даже в горелке, сделанной на базе автогенной, где выходящий из диффузора эжектора поток сильно турбулизован. Несколько воздушно-пропановых горелок такой конструкции автор изготовил для стеклодувов-профессионалов, работающих с легкоплавкими стёклами.

Изготовление и доводка горелки, даже при наличии опыта — дело длительное. Для получения удовлетворительного результата приходится обращаться к последовательным переделкам и доводкам. Этот труд вполне оправдывается удобством работы и более разнообразными возможностями и жалеть время на изготовление горелки не следует. Эскиз нашей горелки приведен на рисунке. Газо-воздушные и газо-воздушно-кислородные горелки промышленных конструкций описаны в оригинальной литературе.

Вариант универсальной горелки под пропан-воздух-кислород помещён в конце книги.

Глава 9. Электролизёр для получения гремучего газа

Водородно-кислородные горелки известны чуть ли не с позапрошлого века. В начале XX века с их помощью был синтезирован искусственный рубин. В семидесятых годах в журнале «Моделист-конструктор» была опубликована конструкция электролизёра для получения раз-

ложением воды готовой кислородно-водородной смеси — гремучего газа.

Автору неизвестно, были ли подобные электролизёры описаны ранее, или это была первая конструкция такого рода, но позже, в начале катастрофы, такие аппараты выпускались серийно. Где они делись потом — неизвестно. (Есть сведения, что они производятся и поныне). Автор пользуется самодельным электролизёром собственной конструкции.

Он устроен так: ряд пластин из железа или лучше никеля толщиной 1-1,5 мм с небольшими (6-7 мм) отверстиями для протока электролита и газа с проложенными между ними резиновыми кольцами диаметром 200 и толщиной 25 мм стянуты шестью шпильками диаметром 10 мм из железа. Шпильки изолированы с помощью гетинаксовых шайб от крайних пластин. Для изоляции от средних пластин шпильки обмотаны слоем пропитанной эпоксидной смолой стеклоткани.

Торцовые (крайние) пластины сделаны из железа толщиной 6 мм, одна из них — глухая, а на второй приварена трубка для заливки электролита и выхода газа (см. рис. 22). Сверху к ней привинчена на резьбе 20х1,5 через прокладку ёмкость для отстоя пены и щелочного тумана. Готовый газ через промывалку с водой, осушитель с силикагелем, вторую промывалку с бензином и краном для регулирования соотношения газ-бензин через пламегаситель идёт в горелку.

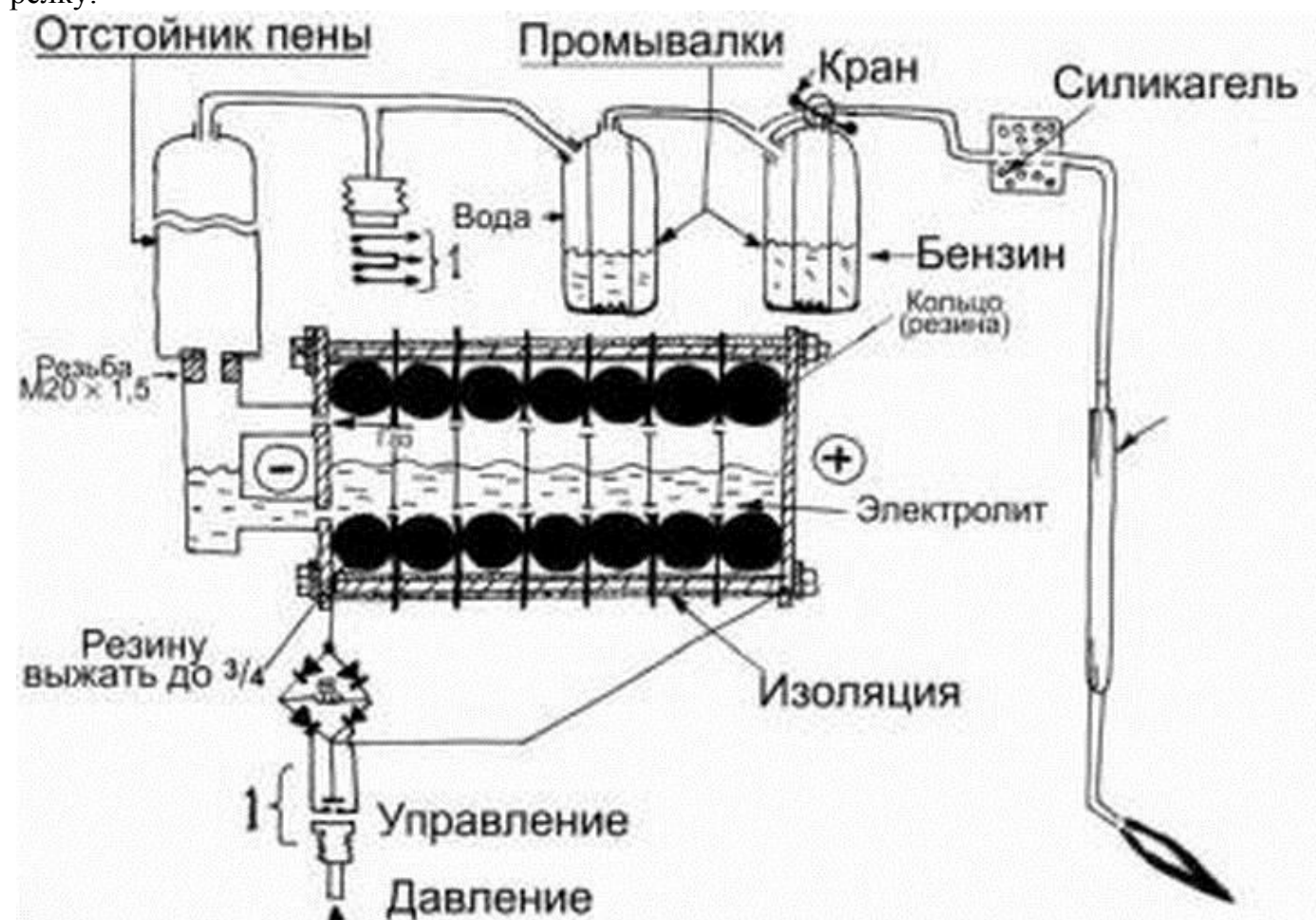


Рис.22

Практика эксплуатации показала достаточную безопасность такой конструкции. Даже подрыв самого электролизёра привёл лишь к смещению резиновых колец. В целях большей безопасности сам электролизёр установлен в отдельном помещении.

Проскоки пламени в промывалки, которые сделаны из баллонов высокого давления (150 атм.) от углекислотных огнетушителей ёмкостью 5 л. полностью безопасны и не приводят к авариям.

Электролизёр на половину своей ёмкости заполнен раствором едкого натрия концентрацией

15%. Электролит готовится из чистой щёлочи (ХЧ, ЧДА) на хорошем дистилляте, который добавляется в электролизёр по мере разложения воды. Щёлочь при работе не расходуется, но весь электролит заменяется раз в два года из-за загрязнения органикой из резины и продуктами разрушения пластин. Их стойкость составляет около десяти лет.

Питается электролизёр током до 50 ампер от трансформатора через тиристорный «мостик», дроссель и балласт из железной проволоки сопротивлением около 0,2 W. Блок питания электролизёра может использоваться как сварочный аппарат с диаметром электрода до пяти миллиметров. Мощный дроссель обеспечивает хорошую стабилизацию дуги. Ток сварки регулируется омическим балластом в цепи дуги.

Тиристорный мостик управляется от реле давления, подключенного к газовой магистрали.

При достижении избыточного давления свыше 0,4 атм. ристоры выключаются.

Если этого не произойдёт, то, при повышении давления, с выходного штуцера электролизёра будет сорвана специально подобранная резиновая трубка и давление будет сброшено. Работа электролизёра такой мощности «на помещение» в течении нескольких часов даже при полном отсутствии вентиляции безопасна. Наш электролизёр имеет «эквивалентный ток» (ток одной ячейки, умноженный на их число) около 600 А.

Его мощности вполне достаточно для работы со стеклом «Пирекс» диаметром до 40 мм и (условно) с кварцем диаметром до 20 мм.

Стабильное давление газа позволяет использовать набор сменных горелок примитивной конструкции без кранов, в которых величина пламени регулируется диаметром сопел-капилляров из меди или нержавеющей стали. Эти диаметры от 0,9 до 0,1 мм. В нашем наборе таких горелок четыре.

Непременным условием работы с такими горелками является режим работы, при котором горелку можно легко задуть. Горелки большого диаметра гасятся быстрым прижатием к резине. При гашении горелок погружением в воду возможны неприятные проскоки пламени.

Практическая работа: в мыльнице среднего размера приготовить небольшое количество пенящегося раствора мыла в воде. В полуметре от неё поставить зажжённую бензовоздушную горелку. Из самой малой горелки напустить пузырьков гремучего газа в несколько слоёв, закрыть рукой одно ухо и поджечь пену спичкой. После этого поджечь погашенную воздушной волной соседнюю горелку. Пока в открытом ухе будет проходить звон, думать о том, что будет, если вблизи от пользователя взорвётся скажем, воздушный шарик, надутый таким газом. (Справка: автор не знает, может ли такой шарик взорваться самопроизвольно при заполнении).

К электролизёру можно подключить ресивер из одного или нескольких кислородных баллонов (рассчитанных на давление 150 атмосфер!). Это позволит на короткое время резко повысить мощность горелки.

Давление в самом электролизёре, вообще говоря, следует делать возможно большим, так как при этом уменьшается газонаполнение электролита, нагрев электролизёра и растёт его КПД. Но нужно помнить, что при подрыве это давление возрастет раз в десять. Электролизёр следует делать с возможно большим количеством шпилек для фиксации снаружи резиновых колец и рассчитывать на давление не меньшее, чем двадцатикратное рабочее.

Все детали, на которые попадает электролит или его брызги, следует делать из чёрного металла, стойкого к растворам щёлочей. (Медь и алюминий щёлочами быстро разрушаются). Электролизёр может использоваться для повышения температуры пламени бензовоздушной и газо-воздушной горелки, для обработки стекла и кварца, пайки мягкими и твёрдыми припоями. С его помощью можно паять без флюса железо с присадкой никелевой проволоки или стружки, что эквивалентно автогенной сварке. С его помощью можно нагревать различные предметы, наклеивать стеклянные детали на блоки и использовать его для других целей (например, охоты за мухами и комарами). Для пайки твёрдыми припоями следует к гремучему газу добавлять пары бензина или пропан до удлинения центрального конуса пламени в

полтора раза.

Резка железного листа толщиной до трёх миллиметров проводится чистым гремучим газом. Практическая работа: на массивную алюминиевую подложку положить свёрнутую алюминиевую фольгу от электролитического конденсатора. Фольгу смочить слюной и присыпать окисью хрома или кобальта. Сжигая фольгу горелкой и сплавляя полученную окись алюминия, за несколько минут можно получить поликристаллический рубин (сапфир). Глаза при работе следует защищать тёмными стёклами.

Более подробно теория таких электролизёров описана в книге (В.Н.Корж, С.Л.Дыхно. «Обработка металлов водород-кислородным пламенем»).

Глава 10. Печи

Здесь печью будем называть устройство с полостью, в которую для нагрева помещается некий объект.

Конструированием и изготовлением подобных устройств человек занимается едва ли не всю свою историю. Мы здесь приведём описание и рисунки наиболее ходовых конструкций, применяемых в нашей работе. Кратко упомянём о других конструкциях, данные о которых следует искать в оригинальной литературе.

Наиболее просто печь для отжига мелких стеклянных деталей можно сделать в виде массивного блока с толщиной стенки 10-20 мм из алюминия, железа или латуни с отверстием, выложенным внутри сеткой из нержавейки. Такой блок обеспечивает высокую равномерность температуры по объёму. Скорость его охлаждения регулируется толщиной стенки. Он крепится на подставке посредством термобатареи из толстой проволоки. Термобатарея нихром-константан из нескольких последовательно включенных термопар даёт напряжение вполне достаточное для измерения обычным микроамперметром, установленным на той же подставке. Нагревая блок горелкой или внешним электронагревателем можно использовать его для медленного охлаждения спаев металл-стекло, а крупные блоки из латуни и для отжига мелких деталей.

Гораздо удобнее электрические печи из шамотной или фарфоровой трубки от реостата. На трубку следует намотать нагреватель из нихромовой проволоки подходящего сечения (рис. 23). Поверх обмотки следует обмазать трубку смесью огнеупорной глины с толчёным шамотом и асбестом (в соотношении по объёму 1:1:1). Для температур до 700° можно пользоваться обычной глиной, а выше — только огнеупорной без асбеста. Для предельной температуры нихрома или «киевского сплава» (ОХ 27Ю5А) следует применять для обмазки окись алюминия, не содержащую кремнезёма.

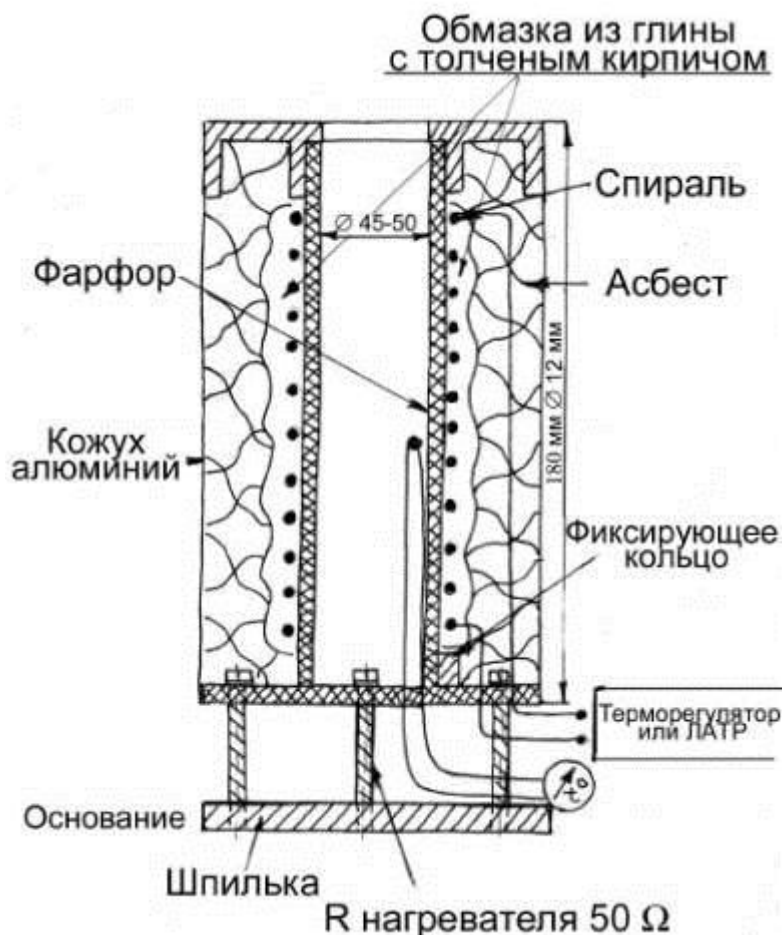


Рис.23

Трубку с обмоткой следует поместить в кожух из алюминия и заполнить свободное пространство подходящим теплоизолятором, способным выдержать рабочую температуру. Теплоизоляцию можно выполнить из асбеста (остерегаться пыли, она канцерогенна) или крошки легковесного кирпича.

Брауэр советует для печей с температурой до 700° удельную мощность $2,1 \text{ Вт/см}^2$ поверхности муфеля. Питать печь лучше напряжением около семидесяти вольт от универсального трансформатора, в первичную обмотку которого включен ЛАТР.

Для температур до 1500° для теплоизоляции можно применять чистый наждачный порошок. Окись циркония тоже пригодна, но она слишком хорошо проводит тепло.

Для не очень больших печей с высокой температурой можно применять дорогую, но плохо проводящую тепло окись церия. Особенно хороша она для изоляции микропечей с нагревом ТВЧ. Они делаются следующим образом: Нагреватель в виде трубки из силита, дисилицида молибдена или хромита лантана помещается в корпус из кварца, где центрируется шайбами из окиси циркония и засыпается прокаленной окисью церия. Нагревая такую втулку с помощью одетого снаружи индуктора, можно получить температуру до 1400° или 1700° (для хромита лантана).

Подобная печь может служить мощным источником инфракрасного излучения, работающим безо всяких окон, с не искажённым поглощением «чернотельным» спектром.

Печи, предназначенные для отжига стекла, следует обязательно устанавливать вертикально, для получения симметричного температурного поля.

Печи подового типа следует также, по возможности, устанавливать вертикально, а в крупных печах дополнительно устанавливать крыльчатку для перемешивания воздуха с целью усреднения температуры.

Предназначенные к отжигу детали полезно заворачивать в несколько слоёв алюминиевой

фольги. Иногда удобно их, особенно длинные «свечи», уложить в прямоугольный железный тигель, перекладывая алюминиевой фольгой. Фольга свободно выдерживает многократный нагрев до температуры 640 градусов.

Более полные описания печей есть у Брауэра, Стронга и Агеннера.

качестве небольших печей для не очень высоких температур (до пятисот градусов) можно применять остеклованные резисторы.

Водородную (или другую контролируемую) атмосферу в печи можно создавать, подавая газ в муфель из металла, кварца, алунда, но не из пористого шамота.

Печи для высоких температур приходится делать с нагревателями из окисляющихся на воздухе металлов — вольфрама, молибдена, тантала. На воздухе они быстро сгорают и для их защиты применяют инертные к данному металлу газы — водород, аргон, азот с водородом для вольфрама и молибдена или вакуум. Тантал и ниобий не могут работать в водородной и азотной атмосфере. Для их защиты следует применять аргон или вакуум. Очень чистый водород в небольших количествах можно получить, разлагая термически гидрид титана.

Водород очень хорошо проводит тепло и взрывоопасен. Для устранения этих недостатков к нему лучше добавлять до 90% аргона. Во всех случаях нужно стараться, чтобы в защитном газе не было заметных примесей воды и кислорода. Следует применять сушку силикагелем или, лучше, алюмогелем, который можно регенерировать при более высокой температуре (около 500°). Печь следует греть постепенно, для полного удаления выделяющейся из конструкции сорбированной воды.

При работе в вакууме следует поддерживать достаточно низкое давление, так как газ при давлениях выше сотых долей миллиметра ртутного столба резко усиливает теплоотдачу за счёт теплопроводности, которая мало зависит от его давления.

Восстанавливать небольшое количество оксидов металлов, например, покрывая железный полый катод изнутри кобальтом или никелем очень удобно в нагреваемой извне кварцевой трубке.

Трубку устанавливаем с небольшим наклоном для стока образующейся при восстановлении оксида воды и в верхнюю часть её подаём водород (один пузырёк в секунду).

Несколько катодов с намазанным изнутри оксидом помещаем на расстоянии нескольких сантиметров от открытого конца трубки и последовательно нагреваем их сквозь кварц горелкой на гремучем газе один за другим (рис. 24). Нагрев следует вести по току водорода. Температура должна составлять около тысячи градусов. Восстановление металла происходит за несколько десятков секунд. Такая «печь» очень удобна и для пайки в водороде мелких деталей медью или другими подходящими твёрдыми припоями, но кварц быстро приходит в негодность.



Рис.24

Имеется ещё много конструкций печей различного типа и принципа действия. Мы их перечислим: печь с насыпным нагревателем из крупки графита или карбида кремния. Печи типа «горна», в которых нагрев тигля, помещённого в насыпку из негорючего вещества (например, окиси магния или кальция), производится продуваемым сквозь неё пламенем, силитовые печи с стержневыми нагревателями из карбида кремния — рабочая температура до 1400° и дисилицида молибдена (до 1600°), печи с нагревом пучком электронов (разновидность — печи с полым катодом), зеркальные печи с нагревом световым пучком (лазером, солнечным светом, ксеноновой лампой). Печи, в которых нагреватель работает в инертной атмосфере, могут быть самой разнообразной конструкции и размеров. Их конструируют исходя из конкретной задачи. Расчёт можно делать приблизительно и корректировать в следующей конструкции. Полезные сведения по этой теме можно найти в первом томе шеститомника Брауэра.

Ожидает испытания идея автора о безмуфельной печи для нагрева до температуры около тысячи градусов, в которой нагреватель из толстой проволоки в виде короткой спирали с установленным внутри тиглем засыпается подходящим теплоизолятором (песок, корунд, тугоплавкие окислы). Засыпка играет роль поддержки горячей проволоки, электро- и теплоизолятора и, к тому же, легко заменяется при загрязнении. Продувка засыпки водородом позволит применять в качестве нагревателя дешёвую железную проволоку. Температура плавления железа не намного ниже, чем у платины, а отсутствие кислорода уравнивают их по химической стойкости.

Быстрый нагрев, например, плавка металлов до 1000° можно осуществить на ленте из нержавеющей стали или нихрома, в которой выбита выемка в виде корытца. Концы ленты толщиной около миллиметра, шириной 25 мм и длиной около ста миллиметров зажаты в толстых, охлаждаемых токовводах. Для нагрева такой ленты нужна мощность около полутора киловатт при напряжении до трёх вольт. (Приведенные данные — ориентировочные). Само собой разумеется, что эту ленту можно свернуть в трубку и т.п. Печи такой конструкции широко

применяют для испарения различных материалов в вакууме.

Глава 11. Синтез материалов и веществ

Далеко не каждое вещество (часто в виде материала) можно получить в готовом виде. Тогда приходится готовить их самостоятельно, по мере необходимости. В этом случае, незаменимым пособием может служить шеститомник «Руководство по неорганическому синтезу» Брауэра, книги «Чистые химические вещества» и «Неорганический синтез» Н.Г.Ключникова. В них есть методики синтеза не только химических веществ, но и, например, изготовления тиглей из окиси тория, получения чистых щёлочных и щёлочноземельных металлов. Есть в них и сведения по лабораторной технике.

Мы в этой главе приведём способы приготовления некоторых веществ, так как охватить все возможные случаи не представляется возможным.

Алюмогель

Это пористая окись алюминия, способная при нормальной влажности поглощать до 10% воды от своего веса. Обезвоженный алюмогель снижает точку росы осушаемых газов до -40° . Большим его преимуществом перед силикагелем является возможность сушить алюмогель при температуре до шестисот градусов, против двухсот для силикагеля. Это позволяет вести сушку быстро и выжигать органику, очищая адсорбент полностью. При глубоком охлаждении алюмогель будет поглощать также и атмосферные газы, поэтому он пригоден для получения вакуума в сорбционных насосах вместо цеолита и в форвакуумных ловушках для поглощения паров масла.

Получить его можно так: в железную посуду наливаем десяти процентный раствор кальцинированной соды или поташа, нагреваем почти до кипения и бросаем туда чистый алюминий (проволоку, стружку, обрезки кастрюль, чайников и т. д. Алюминий разрушается в течении нескольких часов. При этом выделяется водород.

Осадок в виде кусочков и порошка отмываем от остатков соды вначале водой, затем слабым раствором азотной кислоты, прокаливаем при температуре начала свечения и рассеиваем на фракции. Самый мелкий порошок можно применять для очистки жидкостей. Перед применением алюмогель следует повторно прокалить. Наличие остатков воды в процессе прокаливания можно обнаружить, поднося к месту выхода паров кусок стекла или зеркало. Продукт содержит большое количество окиси щёлочного металла.

Водород

Для наполнения воздушных шариков, получения гидрида титана, восстановления оксидов, защиты нагревателей печей, водородной гиперсенсibilизации фотоматериалов и т. д. нужно большое количество чистого водорода. Получать его можно электролизом, но этот способ не всегда выгоден. Описание электролизёра для получения чистых водорода и кислорода описан у Брауэра.

Классическая реакция «цинк — кислота» требует дорогих реактивов и создаёт много грязи и едких газов. Эти газы вызывают коррозию оборудования. Очистка от них водорода требует специальных поглотителей.

У нас применяется способ получения водорода в примитивном вытеснительном (для гиперсенсibilизации фотоматериалов) или баллонном генераторе (для других целей) из смеси одной части обычной алюминиевой стружки, двух частей гашеной извести — пушонки и примерно пяти процентов кальцинированной соды, которая играет роль катализатора и регулирует скорость реакции. Полотняный мешочек с такой смесью, завёрнутый в полиэтилен или закрытый в стеклянной банке может храниться месяцами. Для получения водорода его помещают в воду под колокол газогенератора, изготовленного из бутылки с отрезанным дном. Водород начинает выделяться через несколько минут. Выделение водорода продолжается около часа, а затем — медленно — недели. При получении водорода под давлением мешочек

помешают в баллон газогенератора, который должен быть проверен на соответствующее **гидростатическое!** давление (удвоенное рабочее). Воду в баллон добавляют в количестве двух — пяти объёмов навески.

Из баллона — генератора вакуумным насосом откачивается воздух до начала выделения водорода, в противном случае он будет загрязнён компонентами воздуха. Если чистота водорода не очень важна, то, после начала выделения водорода, часть его можно просто стравливать. В связи с тем, что выделение водорода продолжается длительное время, следует заранее подобрать навеску смеси и контролировать давление в генераторе. Неплохо также иметь предохранительный клапан.

Водород, если его применять для обычных целей (получение гидрида титана, восстановление окислов и т. д.). нуждается только в осушке силикагелем или алюмогелем.

Для заполнения воздушных шариков, в количестве, достаточном для снабжения детей, идущих на праздник Первого мая, нужно примерно полкилограмма смеси.

Кадмий

Металлический кадмий можно получить, нагревая его оксид или карбонат в смеси с древесным углём в стальном или кварцевом тигле до семисот градусов. Тигель следует применять достаточно длинный и прикрыть достаточно плотной крышкой. Восстановленный кадмий осаждается на холодных стенках и крышке. Полученный металл следует перегнать в откачиваемой вращательным насосом пирексовой ампуле. Пыль кадмия, его окиси и солей, а также образующийся при его сгорании дым очень вредны для здоровья. Их следует особенно остерегаться. Кадмий можно получить также, вытесняя цинком из хлорида. Хлорид можно приготовить из других соединений. Переплавлять кадмиевую губку следует в высоком тигле под слоем расплавленного едкого натрия. (Очки! Тяга!) . На воздухе металлический кадмий устойчив.

Таллий

Металлический таллий из его галогенидов (кристаллы «КРС») можно восстановить в насыщенном растворе NaCl или KJ цинком в течении нескольких дней. Кусочки цинка должны касаться кусочков галогенидов таллия. Полученную таллиевую губку следует промыть водой, спиртом и затем переплавить под слоем вазелина. Таллий на воздухе постепенно окисляется. Хранить его надо под минеральным маслом, керосином или в вакуумированной ампуле.

Гидрид титана и титановый порошок

Гидрид титана (циркония) применяется для получения титанового (циркониевого) порошка. Гидрид измельчается в ступке и затем дегидрируется в высоком вакууме при температуре до 750°. Гидрирование и дегидрирование проводится в кварцевой ампуле возможно большего размера.

Титановая стружка спрессовывается при помощи молотка и стального стержня в стальной втулке, поставленной на наковальню, в таблетки. Степень измельчения титана в стружку роли почти не играет. Таблетки загружаем в разрезанную горячим способом кварцевую ампулу и вновь её запаиваем, стараясь не слишком перегревать титан.

Поглощая водород, титан несколько увеличивает свой объём и может разорвать ампулу. Поэтому, таблетки не следует вставлять в неё плотно. Нужно их делать меньше на два-три миллиметра.

Ампула помещается в печь и постепенно нагревается до пятисот-семисот градусов с откачкой. Достаточен одноступенчатый вращательный насос.

После прогрева при контроле давления в систему постепенно впускается водород из баллонного генератора через ампулу с силикагелем или алюмогелем. Постепенно давление водорода доводим до атмосферного и снижаем температуру до двухсот градусов. Водород поглощается с большой скоростью, если он чистый и титан был прогрет для растворения в металле поверхностной плёнки окислов. После охлаждения до двухсот градусов остаток водорода из ампулы следует откачать и нагреть гидрид до начала обратного выделения из него водорода.

Затем система вновь заполняется водородом из баллона и титан охлаждается. Такой же цикл следует проделать и ещё раз. При термоциклировании происходит растрескивание гидрида и он лучше поглощает водород.

Готовый, охлаждённый гидрид выгружается. Тот титан, который не растирается в ступке, возвращается на повторное гидрирование с новой загрузкой.

Гидрид стоек на воздухе. Умеренно измельчённый, воспламеняется с трудом лишь при нагреве в пламени горелки. Кроме получения титанового порошка, он может восстанавливать при нагреве в вакууме барий и (наверное) стронций, радий и кальций из их хроматов. Для восстановления лития и других щёлочных металлов он тоже наверняка пригоден, но проводить восстановление металлов следует при медленном нагреве из-за опасности рассеивания термитной смеси выделяющимися водородом и парами воды.

Титановый порошок, при его получении из гидрида, не следует перегревать из-за опасности спекания. Правильно дегидрированный, он легко растирается в ступке. Его незначительное окисление не сказывается на способности восстанавливать щёлочные металлы (например, цезий).

Алюминиевая пудра

Алюминиевую пудру тоже можно применять для получения цезия из бихромата. При получении пудру пропитывают специальной смазкой, которая совершенно не нужна в вакуумной системе. Поэтому пудру следует промыть хорошим (но не хлорсодержащим!) растворителем, например, ацетоном, а затем перегнанным бензином или бензолом. Просушенную на воздухе пудру сушат в вакууме масляного насоса при постепенном повышении температуры до пяти-сот — шестисот градусов. Из-за рыхлости и повышенного количества загрязнений она не столь удобный восстановитель, как титан. Может применяться для восстановления щелочно-земельных металлов из их оксидов.

Бихроматы щёлочных металлов

Бихроматы цезия и рубидия можно получить обменной реакцией из их хлоридов и бихромата аммония. Этот способ описан в шеститомнике Брауэра. Труднорастворимый в холодной воде бихромат выпадает в осадок. Его следует перекристаллизовать из горячей воды, переплавить при температуре начала свечения в посуде из тугоплавкого стекла для разложения остатков бихромата аммония, отфильтровать выделившуюся окись хрома и вновь перекристаллизовать. Удаление остатков бихромата аммония необходимо потому, что при восстановлении в вакууме щёлочного металла этот бихромат разлагается с выделением большого количества газов.

Пользуясь хорошей растворимостью бихроматов тяжёлых щелочных металлов в горячей и плохой — в холодной воде, их можно выделить последовательными кристаллизациями из маточных растворов почти полностью.

Готовые щёлочные металлы крайне неудобно вводить в лампы и в фотоэлементы. Их можно и следует вначале превратить в бихромат следующим способом. Ампулу со щёлочным металлом осторожно надрезают хорошо заточенным ножом и горячей стеклянной палочкой проводят по ней трещину по всему сечению.

В нержавеющей кастрюльку наливают гексан или другой летучий (не хлорированный!) растворитель, в количестве, покрывающим ампулу, погружают её на дно и отбивают отрезанную часть.

Приливая спирт до начала реакции, разлагают весь металл и полученный алкоголь разрушают очень осторожным добавлением воды. Остатки ампулы следует взвесить и определить по разности веса пустой и полной ампулы вес металла, введённого в реакцию.

После испарения органического растворителя, остатков спирта и воды осадок слабо прокаливают для удаления следов органики и добавкой небольшого избытка бихромата аммония превращают его в бихромат рубидия (цезия). Бихромат затем очищают перекристаллизацией. Работу следует выполнять во дворе и обязательно в очках. Если растворитель воспламенится,

кастрюлю следует аккуратно накрыть крышкой.

Синтез драгоценных камней

Синтез рубинов и сапфиров описан в главе «оборудование». Методику синтеза искусственных алмазов следует смотреть в оригинальной литературе.

Полирующие порошки

Окись церия, пригодную для полировки стекла из порошка «Полирит» можно получить следующим способом: полирит слегка увлажняется водой в термостойкой стеклянной посуде. К нему при помешивании добавляется концентрированная серная кислота до прекращения разогрева и почти полного исчезновения коричневой окраски полирита.

Полученная смесь солей растворяется в воде и отстаивается от твёрдых примесей. Разделение сульфата четырёхвалентного церия и трёхвалентных лантанидов основано вот на каких их свойствах: В полирите церий находится в виде двуокиси, и его четырёхвалентное состояние сохраняется в полученном сульфате. Другие лантаниды, кроме празеодима и тербия, четырёхвалентных ионов не образуют.

Если к нашему раствору добавить в избытке раствор сульфата натрия, то он образует с сульфатами трёхвалентных лантанидов очень плохо растворимый двойной сульфат, который постепенно выпадает в осадок, а четырёхвалентный сульфат церия останется в растворе.

Осадить из него двуокись церия можно, добавляя в раствор очищенного сульфата четырёхвалентного церия раствор соды. Осадок следует тщательно промыть и прокалить в течении часа при температуре 1100° — 1200° . По литературным данным, следы хлоридов в полирите сильно ухудшает его работоспособность. Из оставшегося раствора можно выделить сульфат натрия для последующей работы. А из осадка двойных солей действием едкого натра можно выделить их гидроксиды.

Полученная двуокись церия прекрасно полирует стекло и алюминий. При полировке алюминия вместо воды порошок разводят на спирте или других органических растворителях.

Порошок «Полирит» можно разложить спеканием при нагреве до 700° — 800° с рассчитанным количеством борной кислоты. Трёхвалентные РЗМ образуют с ней бораты, которые можно растворить в разбавленной десятипроцентной азотной кислоте при нагреве. Окись церия следует затем отмыть и прокалить при высокой температуре. Полноту разделения следует контролировать взвешиванием оставшейся после растворения боратов окиси церия. Хорошая работоспособность порошка обеспечивается наличием в его составе CeO_2 свыше семидесяти процентов.

Полирующий порошок для стекла — «Крокус» может быть получен прокаливанием при температуре 750° градусов карбоната, сульфата, оксалата или других солей железа, способных разлагаться при высоких температурах. Раньше, когда этот порошок в больших количествах применяли в промышленности для полировки листового стекла, — из чего его только не делали!

Оксалат железа дорог, при прокаливании соединений, содержащих серу, выделяются её оксиды и поэтому лучше всего применять дешёвый карбонат, осаждённый бикарбонатом натрия из раствора железного купороса. Осадок следует промыть и добавить перед прокаливанием минерализатор — 1% поваренной соли.

После часового нагрева кристаллики крокуса приобретают размеры, близкие к оптимальным (около одного микрона). При пониженной температуре получается более медленно работающий порошок, его лучше применять для доводки точных оптических поверхностей. Небольшие примеси в исходном сырье никеля или хрома не мешают получить порошок хорошего качества.

Прокалённый порошок следует промыть дистиллированной водой и профильтровать через сито из нержавеющей или латунной сетки с ячейками 40 микрон (из топливных фильтров). Так же следует очистить и окись церия.

Окись хрома может быть получена прокаливанием бихромата калия с серой. Эту смесь сле-

дует поджигать в большом тигле или лотке малыми порциями во дворе. Остаток прокалить при температуре около семисот градусов и промыть водой.

Прокаливанием бихромата аммония можно получить более мелкозернистую окись хрома, пригодную для чистовой полировки оптических кристаллов.

Поскольку при разложении этой соли все царапающие примеси перейдут в полученный порошок, то её следует перекристаллизовать из горячей воды, профильтровав раствор сквозь чистую вату и дополнительно отстоять мусор, могущий попасть из ваты. Разложение следует вести в раскалённом кварцевом стакане с оплавленными краями, постепенно подсыпая в неё соль.

Газообразные продукты разложения бихромата аммония относительно безвредны. Полученный продукт следует прокалить при температуре слабо-красного каления и промыть методом декантации чистой дистиллированной водой. На всех этапах синтеза следует избегать загрязнения порошка царапающими примесями.

Приготовление эпоксидного лака

Смешав эпоксидную смолу с обычным количеством отвердителя полученную смесь следует тут же смешать с примерно двукратным количеством ацетона. Ацетон должен быть чистым и не содержать большого количества воды. Применять растворители типа этилацетата нельзя, т. к. они реагируют с отвердителем — полиэтилен-полиамином и отверждения смолы не происходит.

Лак твердеет не столь быстро, как смола с отвердителем, но длительное хранение приводит его в негодность. Он пригоден для покрытия дерева и протравленного щёлочью или оксидированного алюминия. После нанесения лак сушат и отверждают при температуре 100° (дерево) или 160° (алюминий) градусов. Лаковая плёнка очень твёрдая и красивая.

Синтез алюмокалиевых или аммониевых квасцов

Алюминиевую стружку растворяют в подогретой серной кислоте. При растворении сплавов, содержащих кремний (силумин) выделяется силан. Он самовоспламеняется на воздухе и может поджечь выделяющийся водород. Это приводит к весьма неприятным взрывам, поэтому реакцию следует проводить во дворе, одев очки. Не следует накрывать чем-либо реакционный сосуд. Полученный сульфат алюминия следует тщательно отфильтровать от нерастворимых примесей и по каплям вливать в концентрированный раствор сульфата калия или аммония, взятый в некотором избытке. Растворы должны быть холодными и иметь небольшой избыток кислоты.

Кристаллизующиеся квасцы могут захватывать из раствора трёхвалентное железо. Для его восстановления до двухвалентного состояния в раствор следует добавить чистый и свежий бисульфит натрия, который квасцов не образует или (лучше) пропускать в раствор медленный ток диоксида серы.

Окись алюминия, полученную из алюмоаммониевых квасцов, применяют для синтеза оптического рубина для лазеров. Кристаллы квасцов имеют красивую форму и могут служить сувенирами.

Синтез сплавов металлов, воспламеняющихся на воздухе при нагревании

Синтез сплавов щёлочноземельных металлов, лития и магния удобно проводить в открытом железном тигле, помещённом в вертикальную печь. Высоту тигля следует делать около пяти диаметров.

Защиту сплава от воздуха можно осуществить, пропуская в него аргон через плотно вставленную в стенку тигля толстую иглу от шприца. Тигель следует прикрыть крышкой с отверстием для наблюдения. Дополнительную защиту сплава можно осуществить подходящим флюсом из хлоридов калия и лития, но обычно этого не требуется. Плавку следует вести быстро.

В нагретый и продуваемый аргон тигель по кусочкам добавляем промытый от масла чистым бензином и высушенный металл.

Повысив температуру, проводим плавление металлов. Сплав следует перемешать железной проволокой и либо разлить в вакуумируемый кокиль, либо, вынув тигель из печи, поставить на металлическую подставку для быстрого охлаждения.

Эти сплавы обычно крайне хрупки и могут быть выбиты из тигля при его деформации. Сплавы литий-магний и литий-кальций-магний — пластичны. Вопрос о их устойчивости на воздухе проверяется опытным путём. Порошок сплавов может быть пирофорным. Все работы следует производить в очках и вдали от горючих вещей. Заглядывать в тигель с расплавленным металлом лучше всего с помощью небольшого зеркала.

Глава 12. Получение щёлочных и щёлочноземельных металлов

Эта проблема может возникнуть в случае невозможности достать их в готовом виде, либо для введения их в объём лампы, что тяжело осуществить для таких активных металлов, как цезий и калий.

Наиболее простым способом их получения является восстановление оксидов с помощью титана или алюминия. (Восстановление алюминием — промышленный способ). Однако, этот способ требует предварительного получения оксидов металлов, что само по себе является достаточно сложной задачей. Работать с крайне гигроскопичными оксидами необходимо в боксе с абсолютно сухим воздухом, что тоже не всегда удобно.

Лучше исходить из бихроматов для калия, рубидия и цезия и хроматов для щёлочноземельных металлов. Они не гигроскопичны, однако содержат балластное вещество — шестивалентную окись хрома, а в ней — избыточный кислород, который, во первых, требует избытка восстановителя, а во вторых, делает реакцию восстановления сильно экзотермической, особенно для щёлочных бихроматов.

Обе проблемы решаются применением в качестве восстановителя избытка гидрида титана (циркония). Гидрид можно получить из отходов (стружки) и достаточно просто (см. синтез гидрида титана). Как восстановитель, этот гидрид выгоден и тем, что титан не образует с щёлочными и щёлочноземельными металлами сплавов. Это позволяет отгонять их (и, соответственно, работать) при более низких температурах. Более выгодными в качестве исходного вещества были бы хроматы Щ.З.М. типа $\text{Ba}_3(\text{CrO}_4)_2$, синтез которых описан у Брауэра, но опять же, лишняя стадия синтеза при работе с малыми количествами вещества нежелательна.

Мы опишем получение металлического стронция из его карбоната.

Металлический стронций тяжелее найти, чем барий и, тем более, кальций. В то же время он может понадобиться в лабораторной практике. Стронций в виде сплава с 75% (вес.) магния образует хрупкий, но устойчивый на воздухе сплав, пригодный в качестве геттера (сплавы с большим содержанием стронция на воздухе рассыпаются в пыль). Сплав с 50% алюминия (проценты везде весовые) в оболочке из титана тоже пригоден как испаряемый геттер и для зарядки катодов ЛПК.

Для определённого контингента лиц мы объясняем, что природный стронций не радиоактивен. Это серебристо-белый металл, который на воздухе быстро корродирует. Твёрдость его немного больше чем у свинца.

Для его получения следует вначале приготовить хромат. Растворив карбонат в азотной кислоте, получим нитрат, из которого добавкой небольшого избытка бихромата аммония можно осадить хромат стронция. Осадок следует прокипятить, промыть дистиллятом и просушить при температуре красного каления. На воздухе он стоек. На его основе делают жёлтую антикоррозионную краску.

Осадок следует смешать с тройным количеством гидрида титана и, вместо таблетирования, набить в гильзы из плотной нержавеющей сетки. Сами же гильзы возможно более плотно уложить в длинный тигель из железа (например, диаметром 15 и длиной 150 мм). Загрузка

должна занимать около половины длины тигля. Нагревая тигель в вакууме до 1100-1200 градусов, мы будем отгонять металл из термитной смеси. Восстановление идёт в две стадии: вначале выделяющийся водород соединяется с частью кислорода, образует воду и уносит её, а затем титан восстанавливает стронций. Встанет вопрос: где его конденсировать? Проще всего сделать тигель достаточно длинным, чтобы стронций собирался в холодной зоне. Более культурно поместить в двух-чёртырёх диаметрах тигля от термита пальчиковый водоохлаждаемый холодильник.

Учитывая, что горячий стронций прочно пристаёт к железу, второй способ предпочтительнее. Пригодна описанная у Брауэра аппаратура для перегонки в вакууме щёлочноземельных металлов. Если же пойти по первому пути, то следует в тигель вставить легко вынимаемую железную втулку на всю длину от загрузки до конца тигля. Она должна легко выниматься (слегка коническая), но плотно прилегать в горячей зоне к стенкам, чтобы металл не конденсировался между ней и стенкой тигля. Стенки втулки не следует делать толстыми, так как для отделения металла её придётся разрезать вдоль ножницами.

Вакуум для работы можно обеспечить способом, описанным у Брауэра для восстановления цезия кальцием из хлорида. Тигель вставляется в длинную пробирку из пирекса с зазором около одного миллиметра. Через 3-4 диаметра пробирки выше тигля следует припаять два баллончика из пирекса диаметром 30-40 мм с распыляемыми титановыми электродами для поглощения газов, штенгель для откачки и толстостенную трубку типа штенгеля, но запаянную и имеющую плавное сужение к концу. На эту трубку нанесён надрез и одета хлорвиниловая трубка с таким расчётом, чтобы обломав трубку по надрезу, в систему можно было впустить аргон без разгерметизации на атмосферу.

Вся сборка помещается в трубчатую печь с водородной атмосферой и откачивается роторным насосом. Давление следует контролировать ртутным манометром и по виду разряда в баллончиках. Последний способ позволяет судить и о составе остаточных газов в системе. Перед нагревом следует проверить искровым течеискателем герметичность системы. При наличии течей эксперимент можно прервать на этой стадии и починить систему.

Затем можно постепенно начинать разогрев. При медленном нагреве до температуры 300-600 градусов происходит интенсивное выделение водорода и паров воды, поэтому на насосе следует включить газобалласт. Далее вакуум начинает улучшаться, газобалласт становится излишним и вредным (повышает давление в системе) и его следует отключить. При этой температуре пирексовая пробирка плотно облепает тигель и старается приклеить его расплавленным стеклом к трубе печи. Чтобы печь не повредить, следует обернуть пробирку железной (никелевой) жёсткостью или иначе изолировать её от стенок печи. Для защиты этой жёсткости от быстрого и полного сгорания и следует применять водородную печь.

После нагрева тигля до ярко-красного каления газоотделение прекращается и штенгель вакуумного насоса можно отпаять. При этом следует контролировать давление по разряду и, в случае его повышения, выжигать газ титаном, пока разряд не погаснет. После того, как на стенках начнёт конденсироваться стронций, он поглощает газы самостоятельно и поддерживает хороший вакуум. Пары стронция в разряде дают интенсивное синее свечение и его появление служит указанием на начало реакции. Печь следует разогреть до температуры 1100° — 1200° и вести реакцию несколько часов. Торец трубки напротив отверстия тигля следует сделать прозрачным (при работе без водяного холодильника), тогда можно будет наблюдать конденсацию восстановленного металла на стенках тигля. Когда она закончится, печь следует охладить до температуры около семисот градусов и вынуть из неё всю сборку. При охлаждении прилипшего к железному тиглю стекла оно неминуемо треснет. Поэтому в сборку до извлечения из печи, следует напустить аргон и продолжать его слабый ток до полного охлаждения.

Делается это следующим образом: Одетую на дополнительный штенгель хлорвиниловую трубку следует с помощью тройника соединить с волейбольной камерой или подходящим

воздушным шариком, вакуумным насосом и с аргоновым баллоном. Баллон подсоединяется через длинный медный капилляр. После вакуумирования этой системы она промывается небольшой порцией аргона и повторно откачивается. Подавая в неё аргон через капилляр, можно регулировать его поток в штенгель. Давление в этой системе можно менять, уложив на резиновую камеру подходящую книгу. Чистота аргона вполне достаточна для защиты металла при его охлаждении и последующей плавки (для получения сплавов). На весь опыт требуется несколько литров аргона.

Пирексовая трубка трескается обычно по месту прилипания к тиглю. Ударив по трещине, её следует расширить и вынув остывший тигель, наполнить его подходящей защитной жидкостью — керосином или гексаном. После этого следует извлечь трубку с конденсированным металлом и поместить её в заранее приготовленную пробирку, залив её там этой же жидкостью. Смоченный керосином, вакуумным маслом или погружённый в гексан стронций следует возможно более быстро отделить от железа, разрезав трубку ножницами, и поместить в пробирку с керосином или вакуумным маслом для хранения. Широких сосудов следует избегать, т. к. кислород в них легче диффундирует к поверхности металла.

Для получения сплавов можно применить несложное устройство, состоящее из кварцевой пробирки диаметром 10-20 мм, длиной 70-150 мм, которую соединяют встык с помощью резинового шланга со стеклянной трубкой, имеющей сбоку сужение для хлорвиниловой трубки и закрываемое пробочкой, и отверстие по оси для железной проволоки, которой перемешивают сплав. Трубка подсоединяется к резиновой камере, вакуумному насосу и баллону с аргонem (см. выше). В кварцевую пробирку вставляется железный тигель с зазором около миллиметра, чтобы он не разорвал пробирку при нагреве.

Металл для приготовления сплавов следует очистить механически от загрязнений и промыть чистым растворителем (не хлорированным!) типа гексана, взвесить под растворителем и уложить в тигель. После откачки, промывки системы аргонem и заполнения аргонem резиновой камеры открываем отверстие для проволоки и нагреваем тигель снаружи сквозь кварц пламенем гремучего газа. (Нагрев газо-воздушным пламенем может оказаться недостаточным). Можно греть пробирку и печью. Аргон медленно выходит сквозь отверстие (его ток следует заранее отрегулировать) и защищает металл от возгорания. Расплавляем металл и проволокой с колечком на конце перемешиваем его. Из-за наличия растворённых газов металл может выскочить из тигля, особенно при малом диаметре последнего. Для уменьшения этой опасности тигель следует вначале нагревать в вакууме и не повышать температуру сверх необходимой. Попадающая в сплав примесь железа для большинства наших применений не существенна.

После охлаждения в токе аргона тигель извлекается на воздух. Сплав можно выбить, слегка обстучав тигель на наковальне молотком. Следует проверить его на хрупкость (растерев пробу в ступке), на устойчивость на воздухе и в воде. Достаточно провести опыт с несколькими крупинками сплава. Результаты опытов позволят планировать способ работы с ним. Хранить такие сплавы следует расфасованными в стеклянные вакуумированные ампулы. Для наплавления сплава SrAl_4 на внутреннюю поверхность **полого катода** стальную заготовку катода следует на треть заполнить крупинками сплава и нагреть до его расплавления в вышеописанном приборе для получения сплавов. Так как сплав имеет работу выхода электронов меньше чем у железа, то наплавливать его на всю длину катода нет необходимости. При горении разряда в лампе он самопроизвольно распространится по всему катоду. Получение других металлов ведётся аналогично. Литий ведёт себя подобно щёлочноземельным металлам (исключая низкую температуру плавления). Тяжёлые щёлочные металлы можно легко перегонять в вакууме. На стекло они действуют слабо.

Получение металлического натрия и его сплавов

В отличие от тяжёлых щёлочных металлов, натрий ощутимо реагирует со стеклом. Вместе с тем, температура начала перегонки у него выше, чем у калия и тем более выше, чем у цезия.

Поэтому его получение связано с определёнными трудностями. Хромат и бихромат натрия гигроскопичны, поэтому работать с ними сложно.

Для получения натрия можно восстановить титановым порошком его карбонат. Для этого карбонат нужно нагреть до температуры около двухсот градусов или выше для разложения бикарбоната и удаления воды. Безводный карбонат следует смешать с **пятнадцатикратным** весовым количеством титанового порошка. Дело в том, что титан реагирует с углеродом, образуя карбид. Это приводит к дополнительному разогреву термита и неконтролируемому выделению металла.

Приготовленную смесь следует, как обычно, набить в гильзу из тонкого металла и далее поступать, как и при получении других щёлочных металлов.

Натрий следует получать и перегонять в возможно более высоком вакууме, однако для этого можно применять только насосы объёмного действия. Титановые насосы различных типов малопригодны, т. к. «захлёбываются из-за сильного газовыделения при реакции.

Второй способ получения натрия в вакууме менее удобен, но не требует применения титана. Карбонат натрия может быть восстановлен углеродом. При этом образуется натрий и окись углерода. При нагреве смеси из неё выделяется очень большое количество газов, что приводит к сильному разбросу смеси. Углерод реагирует с железной гильзой и образует эвтектику (чугун) с температурой плавления около 1200° . Поэтому тигель (гильза) легко сминается внешним давлением.

Мы можем порекомендовать тигель из углерода (например, выточенный из угольного стержня от батарейки) или графита. Карбонат натрия следует смешивать с крупными кусочками угля, полученного из абрикосовых косточек. Он плотный и почти не пылит. (Кстати, этот уголь после активирования, провариванием в двадцати процентной азотной кислоте, сушке и прокаливании в закрытом тигле до прекращения выделения газов, можно применять для получения вакуума и в ловушках. В литературе (1948 г., Чмутов К.В. «Техника физико-химического исследования») советуют проводить дополнительное активирование прогревом в вакууме при температуре не выше 450° .) Угля следует брать в несколько раз больше по объёму, чем карбоната. Тигель следует прикрыть тонкой спутанной нихромовой или железной проволокой. При больших нагрузках следует внутрь тигля поместить стакан из железной или никелевой сетки и распределить смесь между стенками тигля и стакана. Это облегчит выход газов. Следует применять насос возможно большей производительности.

Восстановление натрия сопровождается выбросом смеси и «раздуванием» натрия по вакуумной системе. Поэтому целесообразно в зоне конденсации поместить тампон из спутанной проволоки и, после отпайки тигля со смесью, повторно перегнуть отсюда натрий в систему при возможно лучшем вакууме. Таким же способом можно получить и калий, но его карбонат более гигроскопичен.

Реакция затруднена плохим смачиванием углерода расплавом карбоната, поэтому к смеси лучше добавить около трети (по весу) железных опилок.

Сплавы натрия с металлами типа олова или свинца можно получить, восстанавливая едкий натрий алюминием. Вакуум в этом случае не нужен. Для восстановления можно применить тигель из железа с внутренним диаметром 30-40 мм и высотой около двух диаметров. Обогревать его можно горелкой снаружи.

Металл плавится в тигле и к нему постепенно прибавляется гранулированная щёлочь. Её слой должен быть около трети от высоты слоя металла. После нагрева тигля до температуры около семисот градусов (выше температуры плавления алюминия), в него вводится алюминиевая проволока с таким расчётом, чтобы она плавилась в слое металла и образовывала с ним сплав. Из него алюминий переходит в расплав щёлочи, образуя алюминат в виде кашицы. Её расплав при этом густеет. В расплав металла переходит натрий. Выделяющийся водород воспламеняется над тиглем. Прекращение его выделения служит признаком окончания реакции. При небольшом содержании натрия в сплаве, его можно разливать на воздухе, позаботив-

шись о его быстром затвердевании. От остатков щёлочи его можно быстро отмыть водой. Потери натрия при этом почти не происходит. Однако, если натрия много, то на воздухе постепенно идёт коррозия. Хранить такие сплавы следует в масле.

Таким же образом можно получить и сплав свинца с калием. Следует заметить, что таким образом можно получить только сплав с **одним** щёлочным металлом. Например, введение натрия в сплав, находящийся под слоем КОН наверняка приведёт к вытеснению калия натрием. Попытка сплавить свинец с литием под слоем расплава едкого натрия привела к получению сплава натрий-свинец.

Свинец не образует с натрием легкоплавкой эвтектики. Такие сплавы имеют существенно большую твёрдость, чем исходный металл, даже при небольшом количестве натрия, и поэтому пригодны для вытачивания на станке вставок к полым катодам свинцовых ламп.

При хранении на воздухе готовых вставок они покрываются продуктами окисления натрия, поэтому их следует выдержать на воздухе для удаления натрия из поверхностных слоёв сплава и перед монтажом в лампу промыть в воде. Лампа с таким катодом даёт и линии натрия. При первом зажигании разряда с катода из него выделяется много газа (CO , CO_2). Поэтому разряд следует зажигать на стадии предварительной откачки, но в атмосфере инертного газа.

При работе с кадмием следует строго соблюдать правила техники безопасности (хорошая тяга, если нужно — респиратор, толстый слой щёлочи).

Другие сплавы для полых катодов

Сплав цинка с несколькими процентами алюминия более прочный, чем чистый цинк и имеет мелкозернистую структуру. Из подобного сплава делают автомобильные карбюраторы, ключи к замкам и другие литые изделия. Добавка алюминия к кадмию снижает окисление в расплавленном состоянии. Эти сплавы можно также применять для изготовления вставок для ламп, применяемых для атомно-адсорбционного анализа. Однако, сплавы в полой катоде могут давать непредсказуемые эффекты. Если нужно получить возможно более чистый спектр, то нужно применять не сплав, а возможно более чистые металлы.

Глава 13. Приготовление припоев

Припой обычно состоит из металлов, стойких на воздухе. Поэтому их можно сплавлять в открытом тигле из обожжённой (окисленной) нержавеющей стали, глины или размоченного в воде асбеста. Тигель можно выдолбить в куске кирпича. Плавку компонентов следует вести при минимальных температурах, учитывая, что при сплавлении, например, цинка со сплавом серебро-медь выделяется большое количество тепла. Расплавленные металлы надо присыпать бурой (для сплавов меди и серебра) или канифолью (для мягких припоев).

Работать следует под тягой (особенно это касается сплавов, содержащих цинк и кадмий) и в очках. Готовить сплавы, содержащие фосфор, следует в длинной кварцевой ампуле, соблюдая особые меры предосторожности. Фосфор следует добавлять малыми порциями и считаться с тем, что на холодных участках ампулы может оседать ядовитый и самовоспламеняющийся белый фосфор. Очень чистый красный фосфор при дроблении также может воспламениться и воспламеняется. Работать с ним следует под водой. Литий в литийсодержащие припои следует добавлять в среде аргона.

Пруток из припоя ПСР-45 можно изготовить следующим способом: у пирексовой пробирки делается толстостенное дно и к нему припаивается палочка из пирекса диаметром 5-6 мм. Затем в пробирку помещается около десяти граммов припоя в виде гранул, и он расплавляется. Выше капли припоя следует осадить стекло так, чтобы припой оказался в толстостенной стеклянной оболочке, которую следует равномерно разогреть и растянуть вне пламени вместе с находящимся внутри припоем. После его затвердевания трубка будет растрескиваться, разбрасывая куски горячего стекла, поэтому следует работать в очках. Остатки стекла следует

сбить, слегка проковав готовую проволоку молотком.

Заканчивая эту главу, следует заметить, что приступая к синтезу нового вещества надо обязательно ознакомиться с прописями в литературе, а в случае их отсутствия — с описанием синтезов аналогичных веществ. Требования техники безопасности обеспечат работу без потерь личного состава и здоровья.

Часть 2. Технология изготовления газоразрядных источников света и фотоэлементов для лабораторных целей

Глава 14. Оболочка прибора

В электровакуумном производстве, как и в любой области общественной жизни, есть свой профессиональный язык. В частности, стеклянная оболочка прибора всегда называется «колбой», даже если она по форме на колбу похожа очень мало.

Эта традиция несколько нарушается для металлических и керамических оболочек. Мы будем следовать традиции.

Колба прибора должна отвечать нескольким обязательным требованиям. Она должна быть абсолютно герметичной. Никакие, даже самые малые течи не допустимы. Органические вещества имеют повышенную газопроницаемость и обязательно выделяют низкомолекулярные продукты своего разложения, не позволяя обезгаживать колбу прогревом, поэтому они непригодны как основной материал.

Для изготовления колб применяют неорганические материалы и только в исключительных случаях используют органические клеи.

Внутренняя поверхность колбы не должна выделять никаких вредных для работы прибора газов и паров.

Все конструкционные материалы, хранящиеся в обычных условиях на воздухе, **всегда** имеют на своей поверхности или в объёме более или менее связанные (адсорбированные или растворённые в толще материала) газы, органические вещества и пары воды. Для их удаления приходится нагревать колбу до температуры в несколько сот градусов. Материал колбы должен выдерживать такой нагрев.

Он должен также иметь, по возможности, малый коэффициент термического расширения. Это позволит, откачивая лампу, не очень стесняться в методах обогрева колбы при обезгаживании и при эксплуатации использовать более напряжённые тепловые режимы. Из этих же соображений стенки колбы не следует делать очень толстостенными и с острыми переходами. По возможности, все переходы должны быть закругленными. Требования тут такие же, как и для всех стеклотрунных изделий.

Колбы газоразрядных ламп делают из разных стёкол, от СЛ—97 до «Пирекса», а часто и кварца. При использовании не термостойких стёкол особенно важно иметь на колбе переходы с максимально большими радиусами закругления. Для кварцевых колб это имеет меньшее значение и существенно только при очень напряжённом тепловом режиме эксплуатации или высоком внутреннем давлении. Подробнее о конструировании колб газоразрядных ламп можно прочитать в книге Г.Н.Рохлина «Разрядные источники света».

Формы колб обычно определяются с одной стороны — функцией прибора, а с другой — наличием заготовок или возможностями технологии. Обычно она цилиндрическая или шаровая. Распространена и форма «гейслеровой трубки». (Гантельки).

Колбу прибора следует, по возможности, делать из одного и того же стекла, с одинаковым К.Т.Р.

Место ввода металлических деталей в прибор называют «ножкой». Ножки может не быть совсем (например, в безэлектродных лампах) или может быть несколько (например, у гейслеровой трубки).

Характерные формы ножек — одиночный ввод, плоская ножка, гребешковая ножка, сложная ножка, представляющая собой комбинацию нескольких различных впаев (ножка Л.П.К. со сквозным впаем) (см. рис. из книги Зимина, стр. 157).

В любом случае надо стремиться к наиболее простой конструкции (её проще делать, она, как правило, надёжнее), наиболее тугоплавким стёклам с малым К.Т.Р. и хорошему отжигу стекла. Если ножка прибора установлена в служебной детали (например, в насосе для очистки газа) и подлежит разборке для замены электродов, то она должна легко перепаяваться. Тогда её делают длиннее и простой конструкции (одиночный ввод через дно пробирки) (см. рис.6).

Если в приборе происходит постоянное распыление металла и, соответственно, поглощение газа, то объём лампы должен быть, по возможности, наибольший. Он будет прямо определять срок службы прибора. При работе колба будет нагреваться. Стекло нельзя греть выше, чем температура его обезгаживания, и во всяком случае, не выше 400° , при которой начинается выделение растворённой в толще стекла «системной» воды. Колбы приборов, в нашем случае, чаще всего или делаются из стеклянных трубок или выдуваются из «пулек» (для шаровых колб). Часто колба прибора спаивается из трубок разного диаметра (например, гейслеровых трубок). Иногда в них ввариваются окна из различных материалов (не обязательно из стекла). В этом случае необходимо обращать особое внимание на соответствие коэффициента теплового расширения разных её частей.

Последовательность изготовления колбы устанавливается в каждом случае индивидуально, что связано с ограничениями технологии и опыта работника, но следует стремиться сделать её за один раз, не снимая с горелки, и поместить в печь отжига для медленного охлаждения. Это позволяет экономить время и силы.

Если в колбу необходимо впаять торцовое окно, то можно пойти двумя путями: Из той же трубки, из которой сделана колба, отрезать обечайку нужной длины, сделать на её **внутренней** стороне продольные надрезы стеклодувным ножом и очень лёгким и коротким ударом по её наружной поверхности разбить по надрезам. (Наблюдаем за тем, чтобы удар приводил к возникновению напряжений **растяжения** и разрыву стекла в месте надреза — общее правило при резке стекла по надрезу) (см. рис. 25).

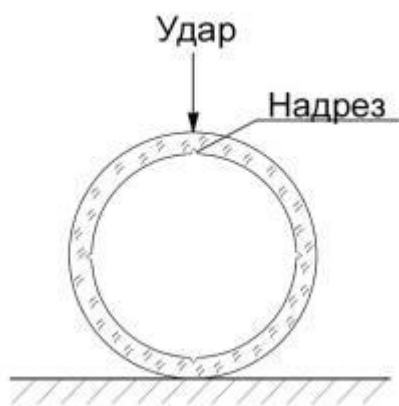


Рис.25



Рис.26

Полученные куски стекла необходимо выправить до плоскости. Это делается следующим способом: на подходящий кусочек слюды, асбеста или ровной сетки из нержавейки укладываем стекло, нагреваем его мягким пламенем до размягчения и прижимаем кусочком обугленного дерева, графита или наклеенной на алюминиевую подложку с помощью силиконового клея сеткой (см. рис. 26), повторив эту операцию, получаем более-менее ровный кусок стекла — заготовку для будущего окна. На этой операции нет смысла стремиться к абсолютной плоскостности заготовки, она может быть легко достигнута при последующих операциях. Затем заготовку необходимо округлить. Проще всего это сделать, приклеив стекло к торцу алюминиевого стержня нужного диаметра и длиной 25-50 мм, надрезав и отломав лишнее стекло (см. рис. 27), и закончить обработку на алмазном круге с водой или на железной планшайбе не крупным свободным абразивом



Рис.27

Можно также сделать окно по традиционной оптической технологии из монолитного стекла в виде плоскопараллельного стекла, мениска, плоско-выпуклой линзы или слабой отрицательной. Последнее необходимо в случае недостаточной прозрачности стекла для избранного спектрального интервала. Таким образом можно получить достаточно прочное и тонкое в центральной части окно. Окно из ЛК-5 при диаметре 36 мм и радиусах кривизны — Ψ - 125 мм может иметь толщину до 0,6 мм. Надо помнить, что такое окно является уменьшающей линзой и уменьшает поток света из лампы, который может быть использован в приборе. Для уменьшения этого эффекта следует приближать светящуюся часть — «тело накала» (жаргон) - к окну, не забывая о возможности напыления на него материала катода. Наоборот, если есть возможность, следует делать выходное окно в виде плосковыпуклой линзы.

Изготовленное тем или другим способом окно следует припаивать к прошлифованному на планшайбе не очень крупным абразивом торцу трубки. Если само окно очень ровное (полученное шлифовкой), то уложив его на торец трубки и отцентровав, прогреваем его в специальной печи или, если это пирекс и молибденовое стекло диаметром не более 40 мм, на мягком и не горячем пламени горелки до жёлтого свечения пламени, а затем провариваем шов пламенем микрогорелки, работающей на гремучем газе в несколько проходов. Её мощность следует выбирать не очень большой. Окна из бактерицидного стекла можно паять к трубкам из «зелёнки» до диаметра 26 мм. Греть следует не центр окна, а его края (см. рис. 28).



Рис.28

Случайные расходящиеся отверстия следует тут же прижимать холодной молибденовой иглой или затягивать. В первом случае не будет заметных дефектов, а во втором они могут испортить внешний вид изделия, поэтому следует работать не спеша, аккуратно и не допускать проварки ещё не слипшихся участков спая.

Если окно не ровное, то его следует прогревать на горелке до размягчения и слипания с торцом трубки под действием его собственного веса. Как только мы увидим, что стекло окна размягчилось, а трубка ещё почти твёрдая, следует выровнять его, прижав к ровной поверхности приклеенной сетки, графита или другого инструмента. Это делается для прилипания окна по контуру спая. Затем, слегка осаживая спай на горелке и раздувая окно вне пламени обычными стеклодувными приёмами провариваем шов и раздуваем окно в мениск с $h = 0,2 D$. Менискообразное стекло во всех случаях более термостойко, чем плоское. Оно также более выгодно, если К. Т. Р. стёкол слегка различаются. Подобный приём изготовления окон даёт почти идеальное соединение бактерицидного стекла СЛ-97-3 со стеклом рекламных трубок СЛ-97—1 диаметром 15 мм (спаи делались и диаметром 26 мм).

В ЛПК внутренний спай в ножке можно делать через шарик (см. рис. 29). Такая конструкция позволяет монтировать катод и впаивать его ввод быстро и с поддувом в лампу инертного га-

за, что важно, если металл катода не стойкий на воздухе.

При такой конструкции монтаж катода не сопровождается его нагревом. Собранную и отождённую колбу следует проверять на натяжения и, при необходимости, сделать общий отжиг изделия.

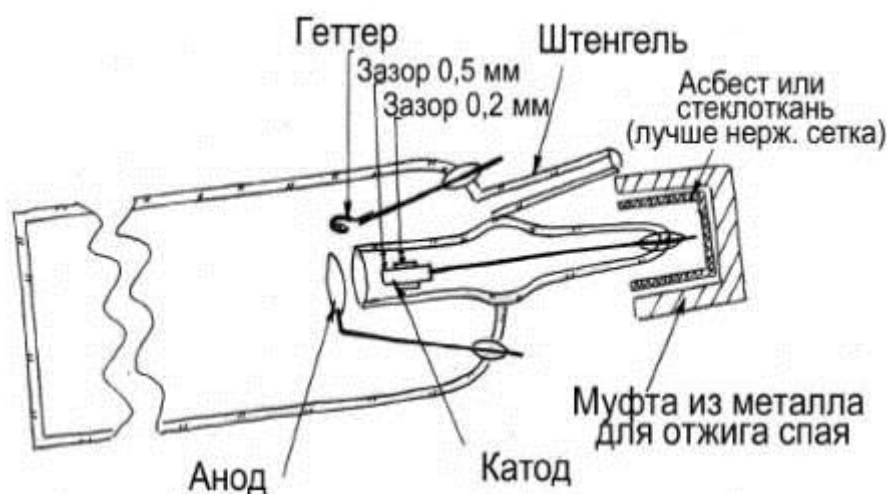


Рис.29

Глава 15. Откачка и заполнение

Лампы должны быть откачаны и иметь то наполнение, которое нужно. Примеси молекулярных газов, паров ртути и металлов в инертных газах, если они не нужны, приводят лампу в негодность.

Поверхность стекла, внутренней арматуры и даже объем металлов и стекла содержит адсорбированные и растворённые газы. Это, в первую очередь, пары воды, органические загрязнения, пыль и растворённый водород, углерод, кислород в металлах. Всю эту «грязь» следует удалить. Детали можно промыть органическими растворителями, стекло — высушить. Но всех этих мероприятий совершенно недостаточно.

Вакуум мы можем разделить на три категории: низкий — откачивается газ из объёма. При этом загрязнения на стенках большой роли не играют.

Высокий — при этом остаточная атмосфера состоит из десорбированных со стенок газов и паров. Давление определяется ими. В таком вакууме проводят, обычно, напыление плёнок.

Сверхвысокий. Давление определяется выделением газов из объёма стенок и арматуры и диффузией газов сквозь стенки (например, гелия сквозь кварцевую колбу). Поверхность стенок не содержит значительных количеств сорбированных газов. Вид этих газов строго контролируется. Никакой органики в таких системах быть не должно.

По способу откачки системы могут быть динамическими (с постоянной откачкой) и статические (отпаянные).

Лампа соответствует статической системе со сверхвысоким вакуумом, даже если она заполнена газом до атмосферного давления. К ней предъявляются наиболее высокие требования относительно чистоты внутренней поверхности. В ней недопустимы течи и источники газовой выделений. Органические клеи можно применять лишь в стыках, в которых выход клея в вакуум — минимален.

Вся колба и арматура должна быть прогрета при непрерывной откачке или промывке инертным газом. Температуру прогрева выбирают возможно большей, помня, что десорбция и диффузия примесей экспоненциально зависят от температуры (см. рис. 30 [из кн.

Э.Тренделенбурга «Сверхвысокий вакуум»]). Прогрев позволяет удалить основное количество загрязнений даже при откачке форвакуумным насосом. Гораздо лучше откачать лампу

до давления в одну десятую миллиметра ртутного столба при прогреве до 300° , чем откачать непрогретую до десяти в минус седьмой. При невозможности прогрева отдельных деталей до достаточной температуры (например, полого катода из кадмия, который выше двухсот градусов начинает возгоняться) промывают лампу газом и увеличивают время откачки.

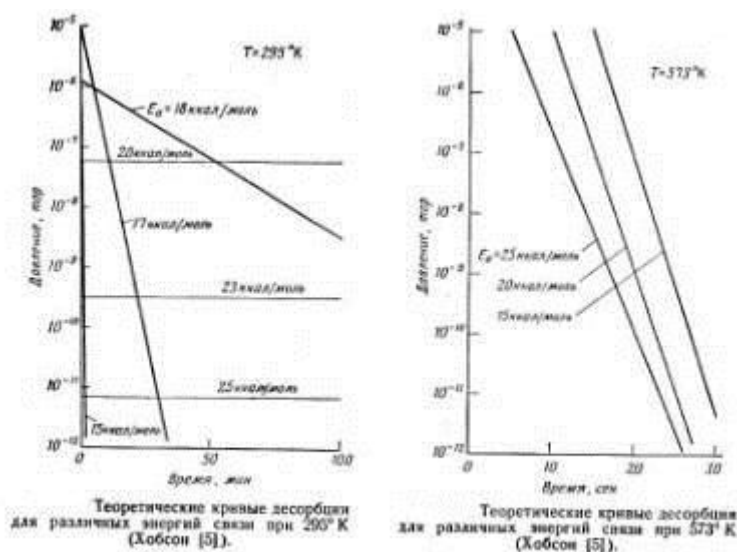


Рис.30

Внутри лампы помещают постоянно действующие газопоглотители (титановое зеркало, барий).

Теллур, селен, мышьяк, кадмий в ВЧ-лампах перегоняют в вакууме при непрерывной откачке для удаления из них газов.

Кварцевые «шарики» с наполнением $\text{Xe} + \text{металл}$ можно откачивать следующим образом: в штенгель лампы закладывается полоска титана, которая может быть передвинута в саму лампу. Лампа при прогреве горелкой докрасна откачивается и наполняется газом и металлом. После отпайки она прогревается в печи около часа при температуре $700^\circ - 800^\circ$. Выделяющиеся из стенок примеси разлагаются и поглощаются титаном. При охлаждении титан поглощает остатки водорода. Штенгель отпайвается вместе с титаном, который не должен нагреваться при этой операции. **Отпайку кварцевых ламп следует вести на пламени, не содержащем водорода.** (Угольная дуга, плазма, пламя окиси углерода с кислородом). Это необходимо для того, чтобы предотвратить попадание в лампу водорода из пламени, который легко проходит сквозь горячий кварц.

Для откачки необходимо иметь вакуумный пост. Он может состоять из вращательного роторного насоса с ртутным манометром, колб с газом, имеющих ртутные затворы и гребёнки для соединения отдельных частей системы. Соединения можно осуществлять хлорвиниловыми медицинскими трубками, хотя такая технология и имеет массу недостатков. Хлорвинил проницаем для атмосферных газов и «газит» сам. Из манометра и ртутных затворов колб в систему и в откачиваемую лампу проникают пары ртути. Получить остаточное давление ниже, чем десять в минус третьей мм рт. столба в ней невозможно. Удовлетворительная работа такой системы возможна только в том случае, если лампы снабжены внутренним геттерным насосом. Поэтому все наши лампы в том или ином виде его содержат. Он и решает все проблемы.

При откачке ламп проводятся различные мероприятия, направленные на удаление прочно связанных газов из внутренней арматуры (см. выше). Прогрев колбы производят в печи или, при простой форме колбы и небольших размерах, исключая растрескивание стекла, — горелкой. Электроды следует прогревать, если это возможно, разрядом. При этом, кроме собственно нагрева, происходит интенсивная ионная бомбардировка, которая разрушает твёрдые

загрязнения. Она же может приводить к катодному распылению электродов, их деформации, плавлению, повреждению стекла, поэтому температуру нагрева следует подбирать каждый раз сообразно задаче и возможностям. Катодное распыление можно резко уменьшить при увеличении давления наполняющего газа.

Обычно железо, титан и другие тугоплавкие металлы нагревают докрасна в течении нескольких секунд или десятков секунд. Разряд даёт сильное и жёсткое ультрафиолетовое излучение, которое также разрушает органику на стенках колбы. Кроме того, он разрушает крупные молекулы углеводородов и делает возможной откачку их осколков насосом или геттером. При горении разряда возникает ещё одно полезное явление, которое заключается в том, что атомы и молекулы газа возбуждаются и излучают характерные спектральные линии. Это даёт крайне ценные сведения о наличии в лампе загрязнений. Таким образом, каждая горящая лампа в комбинации с глазом, призмой или простенькой дифракционной решёткой является газоанализатором.

При этом следует помнить следующее: в прикатодных областях разряда есть быстрые электроны, поэтому в них **всегда** высвечиваются линии даже наиболее трудно возбуждаемых газов. Например, в лампе есть буферный газ — гелий, пары ртути и органика. Около катода гелий будет светиться, а в столбе разряда даже ртуть может не давать излучения. Если столб разряда сжат стенками, то условия возбуждения атомов ртути улучшатся и начнётся излучение её линий.

Пары воды в отсутствие органики излучают линию водорода $H\alpha$. $H\gamma$ видна слабее. Органика и пары воды при высоких давлениях излучают интенсивный мягкий ультрафиолет, который проходит сквозь стекло колбы, поэтому откачку с зажиганием разряда следует **всегда** проводить, защищая глаза стеклянными очками. Обнаружить этот ультрафиолет можно, положив вблизи лампы подходящий люминесцирующий материал — белую бумагу высокого качества, белую ткань. Оптический отбеливатель, который в них содержится, светится интенсивным синим или голубым цветом.

Если в лампе подозревается течь вблизи электродов, и выявить её искровым течеискателем невозможно, то подозрительное место следует смочить спиртом. Его пары дают белое свечение. Такой способ позволяет обнаруживать течи и в металлических системах, если в них можно зажечь и наблюдать разряд. При медленном натекании воздуха в откачанную лампу кислород часто поглощается интенсивнее, чем азот. Дело в том, что там есть чистые металлические поверхности, щелочные металлы. Кроме того, кислород вообще должен сорбироваться лучше азота. Примесь азота в буферном газе даёт рыжее свечение. При его возникновении можно быть уверенным в наличии микротечи (например, через капилляры в проволоке ввода или через не проплавленные микроотверстия в месте спая).

Глава 16. Стеклодувные операции

Обработка стекла на горелке подробно описана в литературе, например — в книге В.С.Зими́на «Стеклодувное дело и стеклянная аппаратура для физико-химического эксперимента» и частично — в других разделах этой книги. Мы остановимся на общих моментах для ознакомления читателя с самыми главными общими приёмами и на специфических приёмах, без которых изготовлять лампы невозможно либо неудобно.

Подготовленные для работы полуфабрикаты — стекло и металл, а также инструмент - не должны быть грязными. Грязь обычно содержит не сгорающие при нагреве минеральные частицы. Попадание их в спай резко снижает качество изделий. Особенно это касается кварцевого стекла. Оно должно быть безусловно чистым. Инструмент и стекло следует очищать промывкой в воде или протиркой спиртом. Молибденовые иглы можно для очистки заточить напильником. Руки при работе должны быть чистыми и сухими.

Попавшая в полости детали в большом количестве органика (например, капля масла, таракан

или паук) при недостатке кислорода покрывает внутреннюю поверхность плёнкой углерода. Такая плёнка мешает осаждать стекло. Она не опасна. Её можно выжечь, продув горячую деталь воздухом. При попадании в полость стеклянных деталей объёмом больше нескольких кубиков спирта или других горючих жидкостей (или газов) может привести к весьма неприятным взрывам. Поэтому промытую спиртом деталь следует продуть воздухом и только затем вносить в пламя.

Разогрев стекла на пламени горелки следует производить, согласуясь со свойствами стекла и размерами изделия. Стёкла с большим К.Т.Р. требуют медленного нагрева на широком и холодном мягком пламени. Изделия из «коротких» стёкол с толстыми стенками, внутренними спаями, спаями металл-стекло и т. д. требуют особенно осторожного нагрева. Иногда их приходится разогревать в печи до температуры начала размягчения и только тогда быстро переносить на огонь.

Наоборот, пирексовые и кварцевые изделия простой формы — тонкостенные трубки, шарики — можно сразу вносить в горячее острое пламя при быстром вращении.

Разогрев изделия завершён тогда, когда пламя вокруг него окрасится в жёлтый цвет парами натрия. Это очень удобный и универсальный «термометр». Разогретое до такой температуры стекло уже не способно трескаться при дальнейшем нагреве. Однако, особо тугоплавкие стёкла с большим К.Т.Р. (например, стекло, из которого делают толстостенные трубы для промышленных предприятий,) требуют более осторожного нагрева и несколько выше этой температуры. Особенно требовательно в этом отношении стекло «ХУ» и «ХС». Наоборот, трещины в пирексовых деталях часто можно уничтожить при дальнейшем осторожном прогреве. Трещина заплывает сама при осаждении стекла. Очень хорошо после её уничтожения проварить место выхода на край детали микрогорелкой. Муфты и керны шлифов после такой операции следует обязательно притереть.

Как правило, полость изделия соединяют с гибкой трубкой, через которую поддувают воздух.

Поддувая в пламени, продуваем отверстие, а вне пламени — раздуваем изделие. Для получения равномерной толщины стенки, раздувать изделие следует как можно медленнее, при непрерывном вращении либо другим способом обеспечив симметричное охлаждение детали. Например, при раздувании припаянного к торцу трубки окна её следует держать вертикально. «Длинные» стёкла раздувают медленнее, а «короткие» — быстро. Крупные и толстостенные изделия остывают медленно, а мелкие и тонкостенные — почти мгновенно. Кварц иногда приходится аккуратно раздувать, не вынимая его из пламени.

«Короткие» стёкла работать позволяют быстрее и, в свою очередь, требуют более быстрых приёмов работы. «Длинные» позволяют делать более красивые детали. Как правило, стёкла выбирают исходя из назначения изделия, а не из соображений удобства работы, поэтому надо любить работать с разными стёклами.

Простейшие операции, вроде изготовления держалок, следует отработать до автоматизма.

Для этого достаточно извести несколько килограммов трубок.

При раздувании шарика они иногда «теряют ось». Набор стекла приобретает разную толщину стенок и при раздувании шарик получается кособоким. В этом случае его следует повторно осадить и переместить стекло в нужном направлении с помощью силы тяжести.

Иногда державки или окна ламп при раздувании получаются неровными. Здесь помогает следующий приём: на хуже растянутую сторону державки (или на хуже раздутую сторону окна) направляют не слишком горячее и жёсткое пламя. Прогрев его до начала еле заметного свечения, деталь начинают обогрывать при вращении, как обычно. Через время примерно втрое большее, чем время разогрева слабо раздутой стороны, деталь растягивают (державку) или поддувают (окно) вторично. Очень важно создать не очень сильную неравномерность нагрева, так как вместо исправления дефекта можно его «усугубить наоборот». Неравносторонность держалок может быть вызвана дефектами трубок или неправильным вращением. В этом случае её лучше предотвратить соответствующей тренировкой стеклодува.

Проваривать спаи, особенно вблизи проволочных вводов, удобно с помощью ручной микрогорелки на гремучем газе. Пламя такой горелки можно очень точно направить на нужное место, не перегревая проволоку (рис. 31).



Рис.31

Настольная горелка с мягким пламенем используется при этом для обогрева деталей и предварительного изготовления спаев, который с её помощью поддерживается в размягчённом состоянии. Проварка спаев гремучим газом проводится по частям, с поддувом. Горячее пламя плавит стекло «до воды», позволяя уничтожить возможные микроотверстия, поэтому такой технологии следует отдавать предпочтение перед обычной. Особенно это касается «ненадёжных» в этом отношении стёкол, например, «молибденового».

Автор применял такую технологию для изготовления мелких УФ ламп из тонкого «бактерицидного» стекла. Микрогорелка позволяет не расплавлять большой участок детали, а ограничиться локальным нагревом. При определённом навыке спай получается красивым.

Вообще говоря, надо стараться работать на пламени максимальной температуры. Это существенно ускоряет работу. Отдельные операции с пирексом можно производить на пламени настольной горелки с гремучим газом.

Обработка на горячем пламени удаляет из поверхностного слоя стекла щёлочные окислы. Этот эффект замечен при раздувании изделий из «выгоревшего» стекла. В спае возникают свили. При охлаждении изделий со слоем на поверхности, имеющим меньший К.Т.Р., в нём возникают напряжения сжатия. Это должно приводить к некоторому упрочнению изделий из «выгоревшего» стекла. А затяжка этого слоя в спай может привести к непроварам, микроотверстиям и течи. Проварка спаев гремучим газом позволит поправить дело.

«Микро горелочная технология» позволяет быстро изготавливать внутренние спаи диаметром около двадцати миллиметров из тонкостенного стекла люминесцентных ламп. Для дальнейшего ускорения таких операций следует применять автоматическое вращение детали и строгую фиксацию отдельных частей изделия относительно друг друга специальными приспособлениями.

В работе со стеклом возможно шире следует применять различные «роботы», оправки, хват-

ки и т. д. Они намного облегчают работу (см. раздел «Оснастка»).

Охлаждая отдельные детали и готовые, предназначенные для откачки лампы, следует помнить, что из пламени горелки в них попадает некоторое количество продуктов сгорания (в основном — воды и углекислого газа). При конденсации вода способна вызывать коррозию стекла и металлической арматуры, давать пятна на стекле, особенно на окнах для выхода излучения, поэтому её необходимо удалить, откачивая воздух из ещё горячей лампы вакуумным насосом с газобалластом. При этом нужно слегка охладить изделие, чтобы баллон лампы не деформировался.

Глава 17. Отжиг

Естественная скорость охлаждения разогретых при изготовлении деталей часто бывает слишком большой. Кроме того, из-за различных условий охлаждения по поверхности деталей оно может быть неравномерным. В изделии, охлаждённом таким образом, могут оставаться значительные напряжения. Они могут привести к разрушению изделия в самое неподходящее время. Для борьбы с ними применяют различные приёмы.

Изделия простых форм с тонкой стенкой без внутренних спаев и т. д. обычно обогревают на горелке до начала свечения натрия и ставят охлаждаться в спокойном воздухе. Детали симметричных форм (например, цилиндрические, трубки) следует ставить вертикально для равномерного охлаждения со всех сторон. Более сложные детали следует охлаждать, вращая в руках.

Спаи с металлом (кроме спаев пирекса с тонким вольфрамом), внутренние спаи, спаи Дюара, ножки следует охлаждать медленнее, выравнивая температуру по поверхности детали принудительно.

Для отжига небольших, до десяти миллиметров, проволочных (до одного миллиметра) впаев в молибденовое стекло типа «впай в дно пробирки» можно применять «муфель» из толсто-стенной латунной трубки, выстланный внутри несколькими слоями тонкой нержавеющей сетки. Муфель следует нагреть до свечения и надеть на ещё мягкий спай. Латунь не должна касаться стекла. Между ней и стеклом должна находиться сетка. Толщина стенок муфеля должна быть в несколько миллиметров. Снова прогрев муфель до начала свечения, изделие ставят на подставку для охлаждения (см. рис. 32).

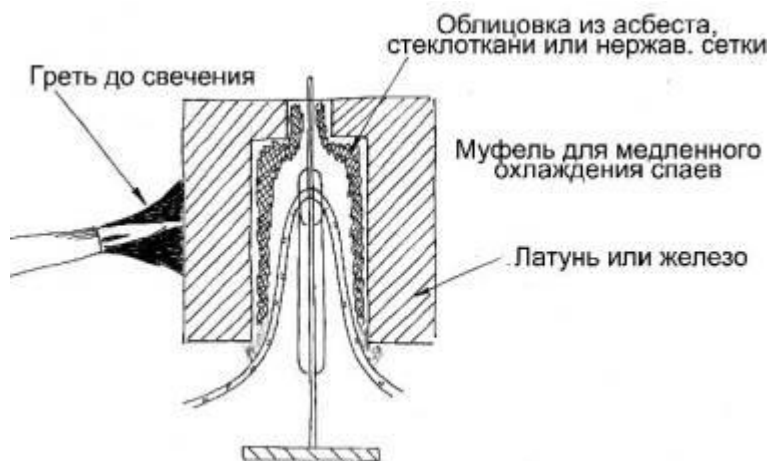


Рис.32

Более полный отжиг можно провести, поместив снятое с огня изделие в горячую ($500^{\circ} - 600^{\circ}$) печь. Обычно достаточно «инерционного» снижения температуры в выключенной печи. Если в изделии после такой операции остаются напряжения, явно оставшиеся от нагрева горелкой,

то отжиг следует проводить с более (на 50°) высокой температуры, либо провести полный отжиг с нагревом и охлаждением.

При спаивании стёкол, слегка различающихся по К.Т.Р., следует проверить напряжения более тщательно. Цвет их в поляриметре не должен быть больше красного, то есть фиолетовый фон может превратиться в красный, но уже оранжевые и жёлтые цвета свидетельствуют о недопустимых натяжениях. Несколько пробных спаев следует поцарапать ножом и оставить на пару дней. Уничтожить напряжения в таком спае обычным отжигом — невозможно. Их можно несколько уменьшить, быстрее охлаждая деталь с большим К.Т.Р.. Вообще говоря, таких спаев следует избегать.

Проваривать спаи следует полностью. Внутренние наплывы портят вид и резко снижают термостойкость изделий.

Остекловывание проволочных и стержневых вводов следует проводить под вакуумом и тщательно. Не остеклованные тугоплавкие металлы (особенно — молибден) горят в пламени, загрязняя изделие. Окислы этих металлов не должны попадать внутрь фотоэлементов, где они восстанавливаются цезием и создают паразитную эмиссию и проводящие мостики.

Загрязнённые детали и изделия можно слегка протравить плавиковой кислотой. Окислы молибдена и вольфрама смываются крепким раствором аммиака. Эти реактивы выделяют вредные пары и опасны для глаз, поэтому необходимо работать в очках и под тягой.

Глава 18. Отпайка изделий от поста

Откачав и заполнив газом лампу, её отпаивают. Эта операция требует навыка и некоторой сноровки. Толстостенную трубку, соединяющую лампу и вакуумную систему (штенгель) прогревают до размягчения, стекло деформируется внешним давлением и перекрывает её просвет. Это место трубки при отпайке следует растягивать, оттягивая лампу или гибкую трубку, через которую ведётся откачка, чтобы избежать вдавливания стекла внутрь внешним давлением и получить отпай конической формы. Обычно приходится идти на компромисс между длиной отпая и опасностью повредить изделие, вызвав в нём трещины и втянутости. Переплавив образующуюся перемычку, иногда следует при аккуратном нагреве отобрать избыток стекла. **Идеальный отпай имеет одинаковую толщину стенок, коническую форму и отношение длины к диаметру 1—2.**

Если в месте затяжки просвета остаются «особенности» — цепочки пузырей, плёнки и другие видимые дефекты, это может указывать на течь. Запаянный конец штенгеля следует проплавить в пламени гремучего газа или напаять на него капельку стекла для закрытия дефектного участка. Дефектное место после некоторого подстуживания можно закрыть капелькой гудрона. Если изделие в этом месте не нагревается свыше 50°, то такая мера вполне надёжна.

Внутренние дефекты при отпае могут возникнуть из-за длительного горения разряда сквозь штенгель или при попадании в него углерода из лампы (например, при перегонке масла из лампы с щёлочными или щёлочноземельными металлами). Иногда, из-за особенностей конструкции, приходится отжигать место отпая в печи. В этом случае следует тщательно контролировать температуру во избежание деформации вакуумированного объёма.

Затяжка ввода

Часто для улучшения конструкции, внешнего вида и уменьшения габаритов приходится совмещать отпайку лампы от поста с вплавлением в штенгель проволочного ввода. Эту операцию лучше делать в два приёма. Внутри лампы помещают остеклованный ввод таким образом, чтобы его можно было переместить в штенгель. Диаметр штенгеля и толщину стенок следует делать такими, чтобы после сплавления с остекловкой проволоки спай имел нормальные размеры (диаметр 3-4 мм и длину 5-10 мм). При изготовлении штенгеля добиваемся, чтобы ввод входил в него на должную глубину. Это значительно упрощает затяжку. Остекловку следует делать тем же стеклом, из которого сделан штенгель лампы.

Обычно электрод с припаянным вводом помещают внутрь изделия и затем, осаживая стекло и растягивая его, делают штенгель нужного диаметра. Ввод должен входить в него без большого зазора. При «примерке» следует опасаться его заклинивания. Дело в том, что ввод — холодный. Попадая внутрь горячего штенгеля, он нагревается и, естественно, расширяется. А с горячим штенгелем всё происходит наоборот. Поэтому надо переместить ввод в штенгель не полностью, чтобы он прогрелся там, где зазоры ещё велики и только через несколько секунд попытаться ставить его на место. Заклиненный ввод можно попытаться вытолкнуть с помощью проволоки или разогрева штенгеля снаружи. На стеклах с большим К.Т.Р. такая операция может привести к растрескиванию.

Электрод, предназначенный к затяжке, следует перед помещением в лампу очистить прогревом. Греть следует или «до натрия» или до слабого свечения. Можно, подогревая электрод, следить за выделением дыма от сгоревшей органики.

Запах «палёной шерсти» от электрода указывает на недостаточный прогрев. Если электрод содержит магний, то надо опасаться его воспламенения, которое происходит при нагреве выше начала свечения.

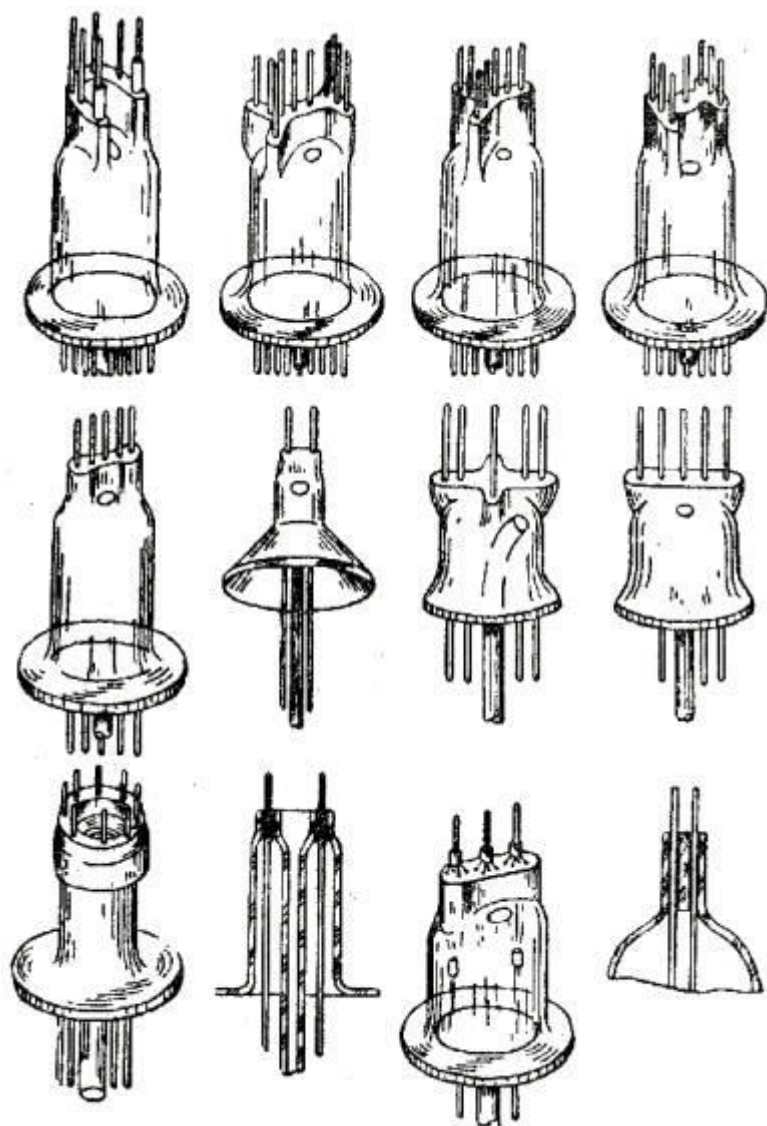
Отпаивают лампу обычным порядком, оставляя от штенгеля достаточный остаток, чтобы за него можно было взяться рукой и чтобы в нём поместился наружный проволочный ввод. Можно также не перетягивать заплавленную перемычку, используя для работы всю длину штенгеля, вынутого из гнезда вакуумного поста.

Затяжку производят при вращении на пламени настольной горелки. Вначале место затяжки обогрывают на мягком пламени. Затем, равномерно вращая изделие, на остром пламени осаживают стекло в месте окончания остекловки, наиболее удалённой от баллона лампы. После сплавления стекла и герметизации соединения слегка подстуживаем стекло и ножом отрезаем стекло в месте выхода проволоки из спая. Оплавляем внешнюю часть спая, обогреем его в пламени и ставим на охлаждение в печь или латунный муфель. Небольшие по размеру спай пирекса с тонкой вольфрамовой проволокой можно охлаждать в спокойном воздухе. При изготовлении спая электрода, с которого идёт разряд (катода) остеклованную часть ввода следует делать достаточно длинной и стараться, чтобы до места соединения остекловки с колбой был достаточно длинный и узкий зазор. Это затруднит нагрев спая разрядом (см. рис. 10).

Глава 19. Изготовление ножек

Ножкой прибора называется деталь или место, в которое впаян ввод. Она может быть частью баллона лампы или иметь отдельное оформление и состоять из нескольких деталей. Конструкция ножки определяется назначением прибора и технологическими возможностями. Особенно красивые и оригинальные ножки заводских приборов следует собирать и хранить на рабочем месте, украшая его таким образом.

Ножку типа гребешковой (см. рис. 33) выполняют следующим образом: на конце трубки развёртывают тарелочку нужного размера. Трубку в месте изготовления спая с вводом, если нужно, оттягивают и отрезают по размеру. Впаивают ввод (вводы), одев ножку со стороны тарелочки на хваток из стеклянной трубки с надетой на неё муфтой из силиконовой резины или проволочной сетки (асбеста следует избегать). Для впаивания большого числа проволок одновременно, их следует соединить между собой, приварив контактной сваркой к кусочку жести и, если нужно, применить хваток специальной конструкции, с направляющими гнёздами для каждой проволоки.



Типы ребешковых ножек

Рис.33

Спай обязательно отжигают в печи. Готовую ножку ставят на место спая и спаивают по ранту. Поддув воздуха обязателен. Во время работы спай нужно обогреть в мягком пламени и сваривать отдельные участки (лучше микрогорелкой). Качественный спай должен иметь равномерную толщину и правильную форму. Часть детали со спаем следует, после равномерного обжига на мягком пламени, охладить в печи.

Иногда ножка может быть выполнена следующим образом: дно колбы лампы делают полукруглым, похожим на дно пробирки, но более плоским. К нему микрогорелкой припаивают нужное число трубок диаметром 4-5 мм. Одна из них служит штенгелем, а в остальные запаивают предварительно остеклованные вводы. Смысл такой конструкции состоит в том, что колбу с припаянными трубками отжигают в печи без внутренней арматуры. После монтажа арматуры в лампу изготавливают спаи и отжигают их по одному в муфте, не перегревая арматуру. Такой порядок сборки удобно применять для изготовления ламп с полым катодом. В некоторых ЛПК заводского изготовления применяют ножку со сквозным спаем. После изготовления такую ножку следует обязательно отжечь в печи. Ввод катода ведётся через центральную трубку. Спай следует отжечь в муфте. Для молибденового стекла такой отжиг может быть недостаточен.

Ввод анода делают через припаянную трубку рядом со сквозным спаем. Такая конструкция снижает термостойкость, поэтому баллон с смонтированным анодом и другими электродами

следует подвергнуть тщательному отжигу. Катод, если он не может выдержать температуру сборки, монтируют и запаивают его ввод в последнюю очередь. Автором изготавливались лампы такой конструкции из пирекса с окном из стекла ЛК-5 с колбой диаметром 22 мм, имеющими катод с Ва, Тl и другими металлами.

В заключение главы мы заметим вот что. С приобретением опыта каждый мастер вырабатывает свой набор приёмов и методов работы. Для этого необходимо время и опыт. Не следует отчаиваться, если какая-либо работа не получается с первого раза. Работайте и любите своё дело. Рано или поздно – получится!

Глава 20. Изготовление и тренировка ламп

При изготовлении каждого вида приборов приходится решать как общие задачи технологии (изготовление внутренней арматуры, стеклодувные операции), более-менее сходные для всех приборов, так и специфические для каждого из них. Например, в одной из книг автор прочитал, что при изготовлении ламп бегущей волны на уровень их шумов катастрофически влияет загрязнение волокнами бумаги (то есть тем, что от неё остаётся после вакуумной обработки), в связи с чем она крайне не желательна в помещении, где производятся сборочные операции. У каждого прибора есть свои особенности. Иногда некоторыми требованиями технологии можно пренебречь, иногда возникают новые обязательные требования. Мы опишем изготовление конкретных приборов, не очень опасаясь повторов сведений из других глав.

Глава 21. Изготовление высокочастотных ламп-«шариков»

Такие лампы широко применяются в спектральных приборах для анализа методом пламенной фотометрии. Они подробно описаны в работе Курейчика К.П. и др. «Газоразрядные источники света для спектральных измерений». Лампа для получения спектров состоит из стеклянного баллона диаметром 10-30 мм, наполненного инертным газом (чаще всего ксеноном) и небольшим, порядка одного-двух миллиграммов, количеством металла-наполнителя.

Баллон (собственно говоря, лампа) часто помещается в вакуумную рубашку из того же (или другого) стекла. Делается это с целью теплоизоляции баллона, улучшения распределения температуры по его поверхности и уменьшения флуктуаций излучения от конвекционных потоков внешнего воздуха.

Для получения линий данного элемента его следует иметь в газовой фазе при рабочей температуре лампы. Легколетучие металлы вводят в свободном виде, а трудно летучие — в виде солей, чаще всего — йодидов.

Их синтез часто представляет собой непростую задачу и производится либо из элементов, либо одновременным введением в лампу нужного металла вместе с йодидом серебра.

Изготовление таких ламп имеет ряд особенностей. Поскольку эти лампы безэлектродные, то применить обычный геттер в них невозможно. Газоотделение от стенок должно быть минимальным, поэтому к качеству их обезгаживания предъявляются весьма высокие требования. Металлы могут быть агрессивны к стеклу лампы, а йодиды могут создать некоторые затруднения при обезгаживании.

Делают такие лампы — кто во что горазд. Одни моют баллон внутри хромовой смесью — другие нет. Одни промывают газом — другие не промывают, и так далее.

Мы разработали следующие технологии: для ртутных и прочих ламп с чистыми металлами, не реагирующими с титаном, для чистых металлов, реагирующих с титаном (например, мышьяк) и для галогенных соединений. Два последних случая схожи между собой и различаются лишь стойкостью галогенидов в контакте с комнатным воздухом.

Наиболее просто делать «шарики» в первом случае. Выдув баллончик из кварца или (если можно) из стекла, его через перетяжку спаиваем со стеклянной ампулой. В ампулу помещаем

на ножке из проволоки кольцо из титана, которое затем будет нагреваться Т.В.Ч. и будет служить геттером. В стеклянной лампе можно впаять титановый электрод в виде полоски (или два электрода. Если электрод один, то подключив его к повышающей обмотке ВЧ-генератора, его можно разогреть током высокой частоты в разряде, а если их два, то можно зажечь обычный разряд между ними.

Наиболее просто осуществляется геттер в кварцевом баллоне. Полоска (стружка) из титана делается такой ширины, чтобы она могла свободно передвигаться через отверстие перетяжки между баллоном и ампулой. При этом она должна быть достаточно длинной, чтобы один её конец находился в баллоне, а другой — в ампуле.

Готовая сборка «свечка» подсоединяется к вакуумному посту. Навеска металла (Hg, Cd, Zn, Tl) пере-

двигается в баллон и вся сборка прогревается на пламени горелки. К прогреву следует подходить творчески. Сначала следует прогреть ампулу. Если она кварцевая, то прогреть докрасна. Саму лампу следует также прогревать, но только слабее, тщательно наблюдая за перегонкой металла в штенгель. Как только появятся самые малые признаки такой перегонки, следует нагрев прекратить, чтобы металл не «улетел» весь. Затем следует, наклонив лампу, переместить геттер в ампулу и нагреть его тоже докрасна.

Остудить ампулу до температуры конденсации в ней металла и перегнать в неё металл. После перегонки и охлаждения металла в ампулу следует охладить лампу до комнатной температуры и наполнить её ксеноном или аргоном до одного-двух миллиметров ртутного столба. Отпаять лампу от поста.

Для полной очистки и обезгаживания лампы её надо в кварцевой пробирке положить в печь и нагреть в течении часа до температуры 700°-800°. Геттер при этом должен находиться в обеих частях сборки.

Охладив лампу вместе с печью, её следует осмотреть, и, аккуратно нагревая на горелке или в печке с градиентом температуры, перегнать металл в баллон лампы.

Лампу следует испытать в генераторе. Она должна легко зажигаться и давать чистый спектр. Проверив лампу, её следует отпаять от ампулы. При этом отпайку следует делать на пламени угольной дуги или плазмотрона. Гремучим газом лучше не пользоваться, так как из него в лампу сквозь горячий кварц может попасть водород, который выведет лампу из строя.

Перетяжку штенгеля пережигать не следует. Её надо сделать толщиной 4-5мм и позаботится о том, чтобы в месте её перехода в баллон в последнем осталась выемка глубиной два-три миллиметра.

В ней будет конденсироваться избыток металла из лампы, так как это будет наиболее холодная точка баллона.

Отрезав на алмазном круге ампулу в месте её перехода от цилиндрической части к сужению, получим «тарелочку», по краям которой надо сделать два-три надреза.

Вакуумная рубашка делается из заранее изготовленной кварцевой пробирки.

Вместо дна в ней надо изготовить штенгель, положить туда лампу и спаять тарелочку с внешней стенкой, не перекрывая прорези в тарелочке. При спаивании лампу следует зафиксировать относительно баллона специальным хватком из алюминия (см. рис. 34).



Рис.34

Зазор между лампой и рубашкой в один миллиметр вполне достаточен для надёжной теплоизоляции (вообще говоря, его размер роли не играет). После сварки тарелочки с рубашкой следует на трубке оттянуть державу и выше лампы изготовить круглое дно. Если лампа рассчитана на выход излучения с торца, то можно трубку обрезать по размеру и шлифовать её торец заранее, а затем припаять плоское дно. Откачку рубашки через штенгель следует вести при прогреве лампы в печи или (кварцевой) горелкой. Нагрев следует вести до нижней температуры отжига стекла или докрасна (кварц). Отпаивают лампу после достижения вакуума $10^{-(5-6)}$ мм рт. столба. В хорошо откачанной лампе не должен загораться разряд во внешней рубашке. Готовую лампу следует установить в генератор, плавно увеличивая мощность, добиться свечения металла и, слегка корректируя при необходимости режим, потренировать в течении одного часа для стабилизации параметров.

Техника безопасности: в лампу не следует вводить слишком много ртути. Капли размером 1 мм вполне достаточно. Если ртути много, то при прогреве в печи баллон может разорваться внутренним давлением. Остальные металлы в этом отношении безопасны.

При работе таких ламп в штатном режиме создаётся сильное ультрафиолетовое излучение у ламп со всеми металлами, а особенно — у ртутных и кадмиевых. Оно опасно для глаз и кожи. Надо работать в стеклянных очках, а лампу прикрывать стеклянным экраном. Это касается даже ламп со стеклянным баллоном. Тонкое стекло пропускает ультрафиолет.

Изготовление стеклянных ламп с кольцевым или разрядным геттером подобно изготовлению кварцевой лампы. После предварительного обезгаживания и заполнения лампу отпаивают от поста и, накаливая или распыляя геттер, прогревают баллон лампы до жёлтого свечения пламени. Греть надо до тех пор, пока не прекратится газоотделение. Ртутные лампы с люминофором при этом иногда дают на баллоне осадок какого-то соединения ртути, которое трудно разрушить даже при нагреве горелкой. Оно возникает при наличии большого количества «грязи». Состав не установлен, но это может быть какой-то окисел ртути. Для того, чтобы он не возникал, не следует зажигать разряд в «грязной» лампе. Надо до зажигания разряда тщательно почистить её геттером.

Глава 22. Изготовление трубок Гейслера

Трубки Гейслера содержат разрядный капилляр и, в своей классической конструкции, имеют вид «гантели». Они могут быть нескольких других типов. Самый простой — два баллончика из стеклянной трубки диаметром около двадцати миллиметров и длиной около сорока, в которых находятся катод и анод (если трубка предназначена для переменного тока, то оба электрода одинаковые) и разрядного капилляра между ними.

Могут быть трубки с баллончиками, отогнутыми под прямым углом, трубки «неклассической конструкции» с разрядным капилляром внутри основного баллона и торцевым выходом излучения. В такой конструкции трубки катод окружает разрядный капилляр, а анод находится внутри припаянного через внутренний спай дополнительного баллончика. Такая конструкция позволяет сделать лампу более компактной и жёсткой, увеличить поверхностную яркость «тела накала» за счёт увеличения толщины светящейся плазмы при просмотре её с торца капилляра. В одной из таких конструкций (журнал ОМП) с помощью электрофореза удалось сконцентрировать в прикатодной области лампы ксенон из криптон-ксеноновой смеси и устранить самопоглощение в резонансной линии Хе.

Диаметр и длина капилляра могут быть разными. С повышением длины и уменьшением диаметра растёт рабочее напряжение. Если трубка заполнена инертным газом, то рост его давления слабо отражается на напряжении горения, но влияет на напряжение зажигания. Электроды трубок тлеющего разряда лучше всего делать из не содержащих углерода сплавов железа, никеля. Они должны иметь достаточную площадь, чтобы при давлении газа порядка нескольких миллиметров током составлял менее двух миллиампер с квадратного сантиметра (сноска на Рохлина). При повышенном давлении катодное распыление резко снижается и плотность тока можно увеличить пропорционально давлению. Резко снижают распыление пары ртути и примеси легко адсорбирующихся молекулярных газов. При больших рабочих токах следует применять полые многоячеистые катоды, например, из листа пермаллоя, свёрнутого в виде буквы «Z» или «сотовые» (рис. 35).



Рис.35

При рабочих токах больших чем сто миллиампер лучше применять дуговые катоды. Однако, они плохо работают в режиме частых включений.

Молекулярные газы, даже в виде следов, гасят свечение инертных, а также паров ртути и других металлов. Они также крайне неблагоприятно сказываются на рабочем напряжении (оно сильно растёт) и нагреве разрядного капилляра. Поэтому удалению молекулярных примесей (если трубка не предназначена специально для получения их спектра) следует уделить пристальное внимание. Наиболее радикальным средством их удаления является тщательная

откачка (обязательно с прогревом), тренировка электродов разрядом со сменой газа (обязательно при рабочем давлении, чтобы не распылялись электроды) и применение геттера. Очень выгоден предварительный прогрев всей трубки при температуре отжига стекла в печи с воздушной атмосферой (общий отжиг). Его делают так:

Изготовленную трубку следует откачать для удаления из неё паров воды с помощью роторного насоса, завернуть в чистую, без заметных следов органики, алюминиевую фольгу и, нагрев в печи до температуры отжига её стекла, медленно охладить. При этом выгорят следы органики на внутренней поверхности трубки и значительно поубавятся аппетиты центров адсорбции на поверхности стекла, что облегчит последующее удаление при откачке следов воды и CO_2 .

Для трубок, содержащих не покрытые ничем детали из молибдена, такая обработка мало подходит, так как молибден окисляется и его летучая окись загрязняет трубку изнутри. Можно снизить температуру обработки до 400° , но тогда следует позаботиться о предварительном отжиге стекла на горелке.

Трубки с молибденовыми (и отчасти вольфрамовыми) деталями можно отжигать в водородной печи или в обычной, запаяв их во внешнюю ампулу с водородом, но это неприемлемо, если в трубке есть детали из материалов, например, титана или тантала, которые взаимодействуют с ним. Автор подобный отжиг в водороде не применял никогда. А отжиг в воздушной среде он применяет часто.

Если при изготовлении произошло загрязнение внутренней поверхности трубки окислами молибдена или вольфрама, то их можно смыть раствором аммиака (работать в очках!), разрезав трубку по подходящему сечению или залив раствор через штенгель.

Окончательную промывку следует делать дистиллятом с малой (2-3%) добавкой спирта для лучшего стекания воды. Промытую трубку следует немедленно просушить, откачивая пары воды газобалластным насосом, чтобы не произошло окисление электродов.

В трубке обязательно следует установить геттер. Им может быть титановый анод, если он достаточно большой, чтобы не перегреваться в рабочих режимах. Для токов до двадцати миллиампер достаточно свернуть титановую полоску (стружку) шириной 3 мм в виде вопросительного знака размером 10-15 мм.

Геттирующий электрод можно выполнить и на отдельном вводе. Это позволит выжигать молекулярные примеси, не пропуская разряд через капилляр, который будет сильно нагреваться, пока газ не очистится. Перегрев капилляра может создать затруднения с нагревом геттера до температуры эффективного газопоглощения.

Очень полезно зажать в сгибе титановой полоски несколько квадратных миллиметров магниевой стружки. Магний, распылясь при слабом нагреве, поглотит основную часть примесей кислорода и паров воды, облегчая очистку поверхности титана.

Трубки со встроенным геттером можно откачивать почти любым вакуумным насосом. Вначале её прогревают горелкой для обезгаживания стекла (нагрев до появления свечения натрия). При этом следует беречь от перегрева впаи, которые менее термостойки и могут треснуть. Затем заполняют трубку рабочим газом до выбранного давления и зажигают в ней разряд. Этим разрядом стараются электроды (кроме геттирующих, которые тоже греют, но аккуратнее) нагреть докрасна. При обильном выделении “грязи” газ меняют, если необходимо, то и несколько раз. Иногда выгоднее греть электроды в вакууме токами высокой частоты. При нагреве трубки и электродов разрядом следует помнить вот о чём: при низких давлениях сильнее греются электроды, а при высоком — капилляр. Молекулярные примеси в газе резко увеличивают градиент напряжения в разряде и приводят к сильному разогреву стекла, но несколько снижают разогрев электродов. Этот эффект широко применяют вакуумщики при откачке и обезгаживании рекламных «неоновых» трубок.

В ртутных трубках следует вначале прогреть штенгель и, охладив его, использовать как ловушку для ртути, перегоняющейся из трубки при прогреве, с тем, чтобы после охлаждения

вернуть ртуть обратно в трубку. (Для обычной трубки вполне достаточно ртути в количестве шарика размером в миллиметр).

После очистки трубку охлаждают до комнатной температуры и заполняют газом до выбранного давления. Если хотят получить линии заполняющего инертного газа, то он не должен содержать заметных примесей более тяжёлых инертных газов или ртути! Примеси аргона в неоне в количестве всего один процент достаточно, чтобы при малых плотностях тока светился только аргон! Так же действуют и пары ртути в количестве тысячных долей процента. Заполненную трубку отпаивают от поста, затягивают ввод, если предусмотрено в конструкции, и затем тренируют. При затяжке ввода на трубках с ртутью, её часть, содержащаяся в штенгеле, может попасть в помещение. Поэтому **сразу** после отпайки трубки от поста, пока место отпая ещё не остыло, следует аккуратно перегнуть ртуть в баллон, следя, чтобы она сконденсировалась подальше от места затяжки. Обогревая остатки штенгеля мягким пламенем, добиваются испарения ртути с его стенок и с находящегося в нём ввода (при затяжке ввода в штенгель).

Место отпая обычно имеет неблагоприятную (в смысле термоустойчивости) форму. Разогревать его после охлаждения опасно. Однако трещины, которые возникают при этой операции, иногда удается уничтожить, аккуратно прогревая место их появления мягким пламенем.

Глава 23. Тренировка гейслеровой трубки

Тренировка состоит в том, что с помощью геттера вначале поглощаются попавшие вместе с газом внутрь лампы примеси, а затем и грязь со стенок и электродов. Для этого подключают геттер катодом и нагревают его (если это титан или цирконий) до белого каления. В комбинированном геттере вначале распыляют часть магния, а затем, прогревая горелкой стекло и разрядом электроды, выжигают большую часть грязи остатками магния. Магний хорошо геттирует только при осаждении в разряде, поэтому пылить его следует медленно, не спеша. Появление характерного зелёного свечения указывает на достаточную скорость распыления. Прогревая поочерёдно электроды, добиваются того, чтобы при нагреве катода докрасна светился только инертный газ (ртуть). Белесое свечение, которое не удаётся устранить, может быть связано с тем, что титановый анод, нагретый разрядом нештатной мощности, выделяет водород обратно. Это явление не опасное. Если при снижении тока разряда до рабочего восстанавливается голубовато-зелёное свечение паров ртути, значит дело в водороде. После минутного охлаждения водород вновь поглощается титаном.

Не следует перегревать капилляр. Жёлтое свечение натрия в разряде указывает на начинающееся размягчение стекла. В этом случае следует убирать молекулярные примеси в более мягком режиме.

Относительно простое изготовление и последующая работа трубок с инертным газом и ртутью описана выше. Сложнее обстоит дело, если нужно получить свечение кадмия. Его пары имеют достаточную упругость лишь при температуре выше двухсот градусов и в трубке не должно быть даже самого малого участка, разогретого ниже этой температуры. Поэтому трубку приходится делать как можно более компактной и помещать в воздушную баню с соответствующей температурой или во внешний, тщательно вакуумированный баллон. Повышенная температура стекла благоприятствует выделению из него газов и затрудняет их обратную адсорбцию. Поэтому саму трубку следует делать из тугоплавкого стекла, тщательно дегазировать при откачке с длительным прогревом до 400° — 450° . Титановый геттер следует применять большей массы и позаботиться о том, чтобы он не насытился водородом при изготовлении лампы. Более подходящим следует считать геттер из циркония. Пары кадмия должны сильно разрушать геттерное зеркало из всех щелочноземельных металлов, поэтому не следует применять их в такой трубке (в ртутных трубках их также не следует применять, за

исключением магния).

И ртуть, и кадмий, как и другие примеси с более низким, чем у буферного газа потенциалом ионизации, сильно подвержены влиянию электрофореза, который может вывести трубку из строя. Металл при этом перекачивается к катоду и трубка перестаёт работать. Поэтому такие трубки надо делать симметричной конструкции с одинаковыми электродами в каждом баллончике. На спектральных натриевых лампах фирмы «Филлипс» имеются специальные тумблеры для переключения полярности электродов.

Те же трудности, что и в случае кадмия, подстерегают изготовителя трубок с парами щелочных металлов. Высокая реакционная способность их паров приводит к потемнению стекла и резко ограничивает срок службы. Наиболее просто делать трубки с цезием. Натрий создаёт ещё преодолимые трудности, а литий разрушает горячее стекло мгновенно. Указанные трудности можно преодолеть, покрывая стекло капилляра изнутри веществом, которое не реагирует с парами щелочных металлов. Стронг в своей книге рекомендует покрывать стекло расплавленной бурой. Есть специальные рецепты стёкол с пониженным содержанием окиси кремния. Они стойки к парам натрия и более тяжёлых щелочных металлов. Перспективным может оказаться покрытие стекла окисью алюминия, однако неизвестно, как это сделать. Если бы удалось нанести испарением алюминий и окислить его, то полученная плёнка, имея коэффициент расширения, близкий к таковому у «молибденового» стекла, могла бы послужить действенной защитой от паров натрия и более тяжёлых металлов. Защитить стекло от паров лития мог бы его фторид, однако его большой КТР ставит под вопрос даже принципиальную возможность такого покрытия. Для Li следует искать другие способы получения спектра, например, в лампах с металлическим капилляром, облицованным, если нужно, LiF. Не исключено, что изготовив разрядный капилляр из LiF в диафрагменной лампе, удастся получить его спектр за счёт испарения стенок капилляра. Но режим работы такой лампы придётся стабилизировать очень тщательно.

Для трубок, работающих с молекулярными газами — водородом, парами серы и тому подобными веществами следует учитывать высокую реакционную способность не инертных газов. При этом начинают играть роль явления адсорбции, химические реакции на электродах, полимеризации. Со стеклом неметаллы реагируют слабо и эти реакции можно не учитывать. Трубки с молекулярными газами разделим на две группы: водородные и все остальные. Водородные мы опишем подробно, а относительно прочих — ограничимся общими замечаниями, тем более, что подходы, рассмотренные по отношению к водороду, можно будет распространить, с некими ограничениями, и на них.

Глава 24. Трубки с атомарным водородом

Атомарный водород является веществом с наиболее простым и понятным спектром. Он широко применяется в учебных и исследовательских лабораториях, а также для демонстрационных целей. Каждая уважающая себя школа (кроме «демократической», в которой подонки-учителя с помощью книжечек «от Сороса» из ребёнка стараются сделать обезьяну) должна иметь такие трубки в своей физической лаборатории. Те трубки, которые делают (или делали) для школ, имеют, к сожалению, никуда не годную конструкцию, малый срок службы и сильный непрерывный фон из молекулярных линий. С трудом в их спектре можно отыскать линию H α , а остальные не видны вообще (даже на фотографии). Плохо эти трубки работали потому, что их конструкторы подошли к работе без знания происходящих в этих трубках процессов. Трубки с водородом для школьных лабораторий являются простой копией трубок с инертными газами.

Получение хорошего атомарного спектра требует знания процессов, происходящих в трубке при её работе.

В условиях газового разряда водород может давать как молекулярный (квази непрерывный),

так и атомарный спектры.

Лампы с непрерывным спектром широко применяются для абсорбционного анализа. Называются они «ДВС» и бывают мощностью до 250 Вт (с водяным охлаждением).

Разумеется, в газовом разряде этих ламп непрерывно идёт атомизация водорода, но разрядный капилляр в таких лампах сделан из металла. И на его чистой поверхности атомарный водород вновь рекомбинирует до молекул. Металлы группы железа и вольфрама являются прекрасными катализаторами рекомбинации водорода, поэтому, стараясь получить атомарный спектр, их следует всячески избегать.

Для получения хорошего атомарного спектра следует иметь атомарный водород в возможно более чистом виде. Учитывая тот факт, что всегда будет идти рекомбинация, надо подавить, по возможности, этот процесс и обеспечить достаточно интенсивное возбуждение атомов водорода.

Первым и необходимым условием для этого будет применение разрядного капилляра с поверхностью, на которой не происходит интенсивной рекомбинации. Его можно сделать из кварца или из стекла, покрытых плёнкой сорбированной воды. Такая плёнка удерживается на стекле при нагреве до ста-ста пятидесяти градусов и резко замедляет рекомбинацию водорода (видимо из-за плохой его адсорбции на такой поверхности).

Далее: Необходимо уменьшить рекомбинацию атомов водорода в объёме газа и затруднить их диффузию к стенкам капилляра. Эти задачи достигаются добавкой в трубку буферного газа — гелия при давлении 5-20 мм рт. ст.. Имея самый высокий из всех газов потенциал ионизации (21 эВ), он позволяет возбуждать находящийся в нём в виде малой примеси водород (13 эВ) без сильного высвечивания линий самого гелия. К тому же, спектр гелия достаточно беден и его линии легко могут быть подавлены или отделены от водородных другими способами. Аргон также можно применять, но его спектр богаче, и такая замена не имеет смысла. Далее, водород в трубку следует вводить в очень малых количествах, чтобы его примесь была полностью атомизирована и не возникал непрерывный спектр молекул типа H_2 , H_3 , HHe^* и тому подобных.

Итак, в трубке должна быть вода. И водород. Последний легко получается в разряде из воды, так что его специальное введение оказывается излишним.

Поскольку малые примеси молекулярного газа очень быстро поглощаются в условиях разряда, то в трубке необходимо иметь некоторый запас воды, которого должно хватать на всё время работы, то есть до того времени, пока трубку разобьют у пользователя (именно этим, как показала практика, и определяется срок службы). Запас воды в трубке удобно хранить в сорбированном виде. Но тогда давление её паров зависит от температуры и появляется возможность его регулировать в процессе работы.

Окончательно мы пришли к такой конструкции (рис. 36).



Рис.36

Гейслерова трубка из молибденового стекла с железным катодом из материала консервной

банки, отождённом в водороде и окисленным прогревом в пламени с последующим охлаждением на воздухе. Она снабжается анодом в виде железного цилиндрика, в котором проводочным кольцом укреплена таблетка из цеолита. Род цеолита не играет особой роли, но он не должен быть загрязнён органикой. Наверняка вместо него можно применять алюмогель или силикагель, но мы работали только с цеолитом, что было вызвано исключительно его наличием, возможностью изготавливать из него аккуратные таблетки с помощью напильника или наждачной бумаги и термостойкостью, позволяющей очищать его кратковременным нагревом анода до слабого свечения. Объём таблетки в 20 мм³ вполне достаточный.

Катод делался из свёрнутого листа с зазорами около полутора миллиметров, что создавало на отдельных его участках эффект полого катода и уменьшало распыление. Наверняка катод можно делать и из нержавеющей стали, пермаллоя или никеля.

Рядом с катодом помещался геттер. Делался он следующим образом: Стружка из магния отжигалась в стеклянной трубке при температуре около 400 градусов. После этого она плотно наматывалась на проволоку из молибдена, являющуюся вводом, и поверх неё наматывался нихром диаметром в 0,3 мм для защиты магния от огня при заварке и крепления его к вводу. Остеклованные вводы заваривались в трубку. Она споласкивалась изнутри дистиллированной водой, которая затем сливалась через штенгель и её остатки испарялись в вакууме масляного насоса с газобалластом. Трубку включалась в обратной полярности и производился нагрев анода током разряда для удаления сорбированной воды из цеолита. Нагрев продолжался до тех пор, пока анод не начинал слабо светиться и катодное тёмное пространство вокруг него не достигало размера порядка десяти миллиметров.

Затем в трубку напускался гелий до нескольких мм рт. столба и производился прогрев разрядом всех электродов. Катод грелся докрасна, а геттер — до первых признаков распыления. В процессе этой очистки газ несколько раз сменялся. Прогрев стекла трубки производился горелкой до жёлтого свечения.

Охлаждённая трубка заправлялась каплей воды. Если надо было получить одновременно линии обычного водорода и дейтерия, то использовалась смесь обычного дистиллята с тяжёлой водой в соотношении один к одному (пользоваться для получения трёх линий смесью обычной, тяжёлой и сверхтяжёлой водой следует с крайней осторожностью, так как тритий радиоактивен).

Окончательно заправленная водой трубка быстро откачивалась до давления паров воды (около 20 мм рт. столба), после чего гибкая хлорвиниловая трубка, через которую производилась откачка, пережималась на несколько минут (предполагалось, что за это время цеолит сорбирует достаточное количество воды).

После этой операции трубка откачивалась до обычного предельного давления насоса (около $5 \cdot 10^{-2}$ мм рт. столба). Затем она наполнялась гелием до 10-12 мм рт. ст. и на катод-анод подавался рабочий ток в прямой полярности. Сила тока выбиралась равной рабочей — 20 мА. Если трубка после прогрева в течении нескольких минут давала хорошее малиновое свечение и чистый спектр, то она отпаивалась от поста, если нет, то газ несколько раз откачивался и сменялся при горящем разряде, для удаления избытка воды.

Готовая трубка с хорошим спектром отпаивалась от поста. Затем на геттер подавался минус и производилось осторожное распыление магния до тех пор, пока из разряда не исчезала вода. Включив затем трубку в штатном режиме при токе около десяти миллиампер, можно было наблюдать, как от разогретого разрядом анода по капилляру распространяется малиновое свечение водорода. Ток разряда затем подбирался таким, чтобы линии гелия почти исчезали, а молекулярный фон ещё не был слишком сильным. Обычно этот ток лежал в пределах от десяти до тридцати мА. Если воды выделялось слишком много, то она аккуратно «выжигалась» геттером. Следует заметить, что в такой трубке стабилизация режима происходит достаточно медленно, и для его установления необходимо выждать 10-15 минут.

Несколько трубок не удалось изготовить без непрерывного спектра. Линии водорода были

также слабы. Есть подозрение, что в трубку каким-либо образом попал углерод, либо сера, но проверить это предположение не удалось.

В удачных трубках свечение атомарного водорода можно наблюдать даже в баллончиках, где находятся железные электроды. Это может служить указанием на то, что их поверхность также «отравлена» водой. Наличие на поверхности катода окисленной магниевой плёнки приводит к концентрации разряда в виде пятен. Это не вредное явление, и, может быть, что такая плёнка даже замедляет распыление катода.

Для предотвращения реакции железа с водой и выделения избыточного водорода все железные детали следует окислить, для чего накаливать горелкой до яркого свечения и остудить на воздухе. Плёнка окиси железа может служить поддержанию баланса между количеством воды и свободного водорода, окисляя избыток последнего.

Применение вместо магниевого геттера титана нами систематически не исследовано, однако, учитывая тот факт, что одна из наших трубок с магниевым геттером проработала от Нового года до Первого мая (4 месяца непрерывной работы!) этот вопрос не представляется практически важным.

В одну из трубок нами, с целью эксперимента, была ведена ртуть. Каких либо отрицательных последствий это не дало, но большая плотность тока в капилляре привела к перекачке ртути к катоду, где она и светила. Получить стабильный спектр со ртутью не удалось.

Нами была предпринята попытка сделать трубку (собственно говоря, уже лампу) с разрядным капилляром из кварца диаметром 4 мм. Он был заключён в баллон из молибденового стекла диаметром 40 мм и длиной 150 мм. На концах баллона были впаяны электроды. Разряд мимо капилляра подавлялся установкой нескольких шайб из слюды, которые плотно перекрывали просвет баллона. Лампа оказалась работоспособной и светила ослепительным светом при токе в 200 мА. Однако непрочное крепление капилляра на слюдяных шайбах привело к её порче. Капилляр выпал из шайб и лампа пришла в негодность. Капилляр следовало крепить на металлической арматуре. Трубку наверняка можно доработать, однако, из-за большого рабочего тока и напряжения (около 2000 В) она будет опасна в эксплуатации.

Глава 25. Изготовление фотоэлемента из Cs_2Te

Такой фотоэлемент имеет максимум чувствительности в ультрафиолетовой области спектра (около 254 нм в колбе из бактерицидного стекла). К видимому свету его чувствительность мала (солнечно-слепой фотоэлемент). Поэтому он особо пригоден для работы с ультрафиолетом в присутствии видимого света. Полупроводниковый характер катода даёт высокую (на несколько порядков выше по сравнению с металлическим катодом) чувствительность.

Теллурид цезия на воздухе не стойкий, поэтому его приходится готовить в вакууме путём обработки плёнки теллура парами цезия. Наносить его на непроводящую подложку, например, прямо на стекло, нельзя — он имеет большое сопротивление и токоотбор с катода будет невозможен. Его следует наносить на подложку из металла, который не должен с теллуrom взаимодействовать. Можно взять, например, никель или его сплав с железом (пермаллой). При термообработке фотоэлемента никель слегка окислится и теллур будет осаждён на его окись. Практика показала, что это вполне приемлемо. Для уменьшения утечек по стеклу баллона, выводы следует сделать возможно дальше друг от друга.

Пусть мы выбрали колбу из бактерицидного стекла цилиндрической формы. Тогда имеет смысл сделать катод в виде полуцилиндра с таким расчётом, чтобы зазор между катодом и колбой составлял около миллиметра. Анод можно сделать в виде прямого провода (штыря) и расположить его вдоль катода (см. рис. 37). Если катод не тяжёлый, то его можно крепить на одном вводе, в противном случае — следует предусмотреть крепление в нескольких точках. Вводы для уменьшения утечек по стеклу следует сделать в разные стороны. В связи с тем, что катод придётся греть докрасна ТВЧ, нужно позаботиться, чтобы на нём не было загрязне-

ний, способных возгоняться на стенки баллона и, особенно, на входное окно. Кроме того, он не должен касаться стенок баллона, так как его нагрев приведёт к растрескиванию стекла.

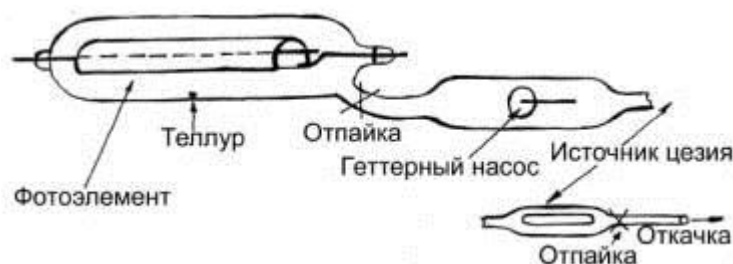


Рис.37

Вводы из платинита имеют медную оболочку, которая будет окислена при термообработке, а окись, после восстановления цезием, отслоится и образует мусор, который в колбе фотоэлемента совершенно не нужен.

Поэтому бусинки спаев следует изготовить заранее и протравить незащищённые стеклом части ввода от меди в растворе аммиака и нитрата аммония (1:1:1 — примерно!). В присутствии воздуха этот раствор травит медь и не разрушает чёрные металлы. После травления, промывки в воде и сушки проводится сборка арматуры с помощью контактной сварки.

Окончательную сборку фотоэлемента следует проводить в таком порядке: Из бактерицидного стекла делаем «пульку» нужного размера. Толщину стенки не следует брать слишком большой — это приводит к неоправданному поглощению излучения. Та толщина стекла, которая применяется в бактерицидной лампе, ослабляет излучение на длине 254 нм вдвое. Пулька является заготовкой для двух изделий. Её перерезаем на две части и в одну из них укладываем катод. Оттягиваем открытую сторону и впаиваем в неё анод (в виде прямого стержня). Сбоку от него, по оси фотоэлемента, впаиваем штенгель из стекла люминесцентной лампы, которое прекрасно спаивается с бактерицидным.

Обогреваем спай и удерживая фотоэлемент за штенгель, впаиваем ввод катода. Готовый фотоэлемент после охлаждения в спокойном воздухе следует завернуть в алюминиевую фольгу и отжечь в печи, при температуре нагрева 520°. К изготовленному фотоэлементу надо припаять титановый «насос» и источник цезия (см. рис. в главе «Щелочные металлы»).

«Насос» представляет собой свёрнутое из титановой или циркониевой стружки кольцо, укреплённое на держателе из титана, нихрома или железа в отдельной колбочке, соосной с фотоэлементом. **Молибдена следует избегать, так как он загрязняет фотоэлемент летучими окислами.** Нагрев титанового кольца производится ТВЧ. Можно вместо него припаять и миниатюрный магниторазрядный насос Пенинга с электродами из титана размером 10-15 мм.

Источник цезия должен быть с достаточно плотной оболочкой, чтобы термитная смесь из него не высыпалась.

После сборки всей «свечки» её следует откачать вакуумным насосом для удаления влаги и продуктов горения, попавших из пламени, и завернув в фольгу отжечь при температуре 500°. Кислород воздуха окислит органические загрязнения, что существенно облегчит откачку и обезгаживания фотоэлемента.

После охлаждения в фотоэлемент помещается едва видимая пылинка теллура и передвигается к фотокатоду. Откачку можно вести форвакуумным насосом. «Свечка» обогревается, там где можно, пламенем горелки, до жёлтого свечения. **Фотоэлемент можно греть только убрав из него теллур.** Катод следует нагреть ТВЧ до свечения.

Источник цезия обогреваем через стекло до свечения натрия при непрерывной откачке. Он является главным источником газов, поэтому греть следует не очень быстро, постепенно доводя стекло до размягчения. Как только оно начнёт осаживаться на гильзу, нагрев следует пе-

ренести на место отпая и отпаять всю свечку от системы. Сильно прогревая гильзу со стороны, противоположной фотоэлементу, перегоняем цезий в полость «насоса» и отпайваем покрытую стеклом гильзу с термитной смесью. Место отпая слегка обогреваем мягким пламенем. При этой операции следует опасаться неконтролируемой реакции, работать в очках. Теперь у нас в руках отпаянная и вакуумированная сборка из фотоэлемента и «насоса». В полости «насоса» — цезий, а в колбе фотоэлемента — теллур. Сборка заполнена остаточными газами. Их следует удалить, нагревая титановое кольцо ТВЧ.

После того, как титан нагревается до красного свечения, его поверхность очищается от окислов, что ухудшает теплоотдачу излучением, и поглощает газы, что дополнительно уменьшает теплоотдачу теплопроводностью. Поэтому вначале нагрев идёт медленнее, а затем температура кольца резко повышается. После этого следует прогреть таким же образом попеременно катод и титан, прогреть сборку горелкой, каждый раз удаляя газы титаном. (Беречь вводы от растрескивания!) При этом следует также беречь теллур от преждевременного распыления и попадания на цезий, где он прилипает намертво, после чего сборку придется перепаявать. Убедившись, что внутренняя поверхность сборки обезгажена, следует поместить теллур напротив катода и подогреть стекло воздухом от нагретой спирали или очень мягким пламенем. Если теллур напылится на стекло и его наличие там не желательно, то его оттуда так же перегоняют на катод. Слой теллура отчётливо виден на катоде, так как он имеет другой цвет, чем окисленный металл.

Цезий в высоком вакууме испаряется даже при комнатной температуре, поэтому теллуговое зеркало в течение недели меняет свой цвет и покрывается цветами побежалости. Для ускорения реакции всю сборку нагревают в градиентной печи. Фотоэлемент — до 200° , а цезий — до 150° . Перед этим нужно обезгазить сам цезий, перегнав его с помощью печки, сделанной из остеклованного резистора в присутствии накалённого титана. Для этого титан греют ТВЧ, а цезий подогревают печкой или горелкой. При этом загорается разряд в парах цезия. Ввиду того, что при этом возможно появление мягкого ультрафиолета, проходящего сквозь стекло колбы, работать следует в стеклянных очках.

Градиент температуры при обработке теллугового зеркала парами цезия нужен для того, чтобы избежать конденсации цезия в фотоэлементе, что вызывает сильные утечки по стенкам колбы. С другой стороны — следует нагревать напылённый теллур осторожно, так как возможна его обратная перегонка на стекло и порча работы.

После охлаждения фотоэлемента следует проверить его чувствительность к видимому свету (должна быть малой) и к излучению ртутного разряда (должна быть высокой). Для этого надо включить фотоэлемент в цепь из источника тока напряжением около ста вольт (соблюсти полярность!), гальванометра или микроамперметра и защитного сопротивления в несколько мегом.

Утечки указывают на то, что на стекле колбы сконденсировался избыток цезия. Его следует отогнать, нагрев фотоэлемент в печи до 200° . Остальная часть сборки должна находиться вне печи. При малой чувствительности следует повторить обработку катода цезием. После этого надо прогреть титан и после его охлаждения отпаять готовый фотоэлемент от «насоса».

Так же делается фотоэлемент TeRb_2 и TeK_2 . Эти металлы перегоняются при температуре, несколько более высокой, чем для цезия. При работе с калием следует вместо повышения температуры увеличить продолжительность обработки, так как калий может ухудшить прозрачность стекла. Подробности и способ изготовления других фотокатодов можно прочитать в книге Соммера (см. список литературы).

Глава 26. Изготовление йодной ячейки

Йодные ячейки представляют собой колбу определённой длины, заполненную парами йода и имеющую окна из оптического стекла для прохода сквозь неё излучения. Пары йода в ячейке

поглощают свет из сплошного спектра, давая спектр поглощения из огромного количества узких линий.

Применяется ячейка в физических исследованиях и в астрономии. Давление паров йода, от которого зависит степень поглощения, должно быть стабильным, поэтому ячейку следует заполнять дозированным количеством йода и нагревать до такой температуры, чтобы он весь испарился.

Исходя из удобства изготовления, колбу ячейки лучше всего делать из стекла «пирекс», в который можно впаять окна из стекла ЛК-5. Разумеется, они могут быть сделаны разной формы, в том числе, в виде линз.

Если колба ячейки длинная и диаметр её до сорока миллиметров, то их можно впаять обычным приёмом, обогревая колбу вместе с заготовкой окна на мягком огне настольной горелки и проваривая спай микрогорелкой на гремучем газе. Технология здесь точно такая же, как и при впаивании окон в колбы ЛПК. Ячейки большего размера следует впаивать в нагретой до 500° печи. Печь следует закрыть сверху полосками оконного стекла, чтобы из неё не выходил горячий воздух.

При сборке длинной ячейки на горелке, после впаивания первого окна и отжига спая, посередине колбы следует впаять штенгель и после обогрева на горелке и охлаждения этого спая припаять второе окно. Готовую ячейку следует отжечь в печи при температуре, на 50° выше температуры отжига пирекса. Дело в том, что ЛК-5 имеет более высокую температуру размягчения. Напряжения по краю окна должны значительно уменьшиться. Устранить их в спае полностью не удаётся из-за разного КТР спаиваемых стёкол.

Если ячейка короткая и её при заварке окон в руке удержать невозможно, то из трубки для колбы надо оттянуть державку. Отрезав цилиндрическую часть трубки на нужную длину, её шлифуют абразивом М-40 и за один разогрев припаивают окно и штенгель на расстоянии половины длины ячейки от впаянного окна. Штенгель следует сделать из толстостенной трубки диаметром около четырёх миллиметров. Штенгельную трубку следует согнуть в сторону впаянного окна и вывести на ось державы. При впаивании второго окна она будет служить державкой. Рисунок этого способа припайки державки взят из книги Зимина.

После отжига (охлаждения) в печи этой части работы, трубку отрезают на нужную длину, шлифуют и припаивают второе окно. Готовую ячейку подвергают отжигу.

Заполнение ячеек следует производить дозированным количеством йода. Делать это проще всего так: К штенгелю ячейки на расстоянии трёх его диаметров в виде буквы «Т» припаивают трубку длиной около 150 мм, запаивая с одного конца. В эту трубку помещается заведомо избыточное количество йода. Йод следует брать чистый. Можно растереть его с йодистым калием и сублимировать, тогда он не будет содержать брома. Эту трубку следует изогнуть вниз в виде буквы U для погружения в водяную баню. С другой стороны следует припаять трубку для откачки ячейки.

В ячейке следует создать высокую степень разрежения. Это необходимо для того, чтобы не было уширения линий в спектре и для удобства заполнения. Откачку можно делать обычным вращательным насосом с вакуумом до 10^{-2} . Между ячейкой и насосом необходимо поместить ампулу с примерно 20-тью кубическими сантиметрами прокалённого активированного (или просто древесного) угля, для защиты насоса от коррозии.

Вначале следует заморозить йод в трубке смесью льда и поваренной соли. Обёрнутую алюминиевой фольгой ячейку обогреть мягким пламенем градусов до двухсот при непрерывной откачке. Затем вынуть трубку с йодом из охлаждающей бани и продолжать откачку ещё около пяти минут. Пары йода вытеснят из ячейки остатки посторонних газов. После этого сборку из трубки с йодом и ячейки следует отпаять от поста. Ампулу с углём следует, слегка продувая воздухом, прокалить на горелке под тягой, чтобы коррозирующие пары не попали в помещение, после чего её можно использовать опять.

Окончательное заполнение ячейки проводим при её специальном термостатировании. Отро-

сток с йодом надо поместить в кастрюльку с водой, которую нагревают до «температуры заполнения» с помощью небольшого кипятильника. Саму ячейку тоже помещают в кастрюльку с температурой на 10° выше для избежания конденсации йода. Её следует нагрузить таким образом, чтобы она не всплывала. Конденсацию йода в соединительной трубке предотвращают, слегка обогревая её горелкой. **После установления температуры в обоих термостатах ещё раз проверяют отсутствие кристаллов йода везде, кроме трубки под зеркалом воды в термостате** и отпаивают ячейку от трубки с избытком йода, не вынимая сборку из термостата. В ячейке и оставшейся на ней трубке иод должен быть только в виде паров!

Остаток трубки должен быть достаточно длинным для того, чтобы оформление штенгеля можно было сделать на ручной горелке. Штенгель следует тщательно пропаять, так как пары йода способствуют возникновению течей. Место выхода на поверхность стекла бывшего канала штенгеля следует заплавить каплей стекла с помощью заранее приготовленной стеклянной палочки.

Готовую ячейку следует проверить с помощью течеискателя на отсутствие микроотверстий. Если она выдержала проверку, то её можно считать готовой.

Для работы ячейки её следует нагреть до такой температуры, чтобы на внутренней поверхности колбы не было ни одного участка с температурой более низкой, чем «температура заполнения». Чтобы добиться этого, её помещают в печь с электронным термостатом и нагревают до температуры на $10-20^{\circ}$ выше, чем температура полного испарения йода. Тогда плотность паров и степень поглощения света не будет зависеть от температуры, что позволит снизить точность термостатирования.

Изготовление хорошего термостата является достаточно сложной задачей. Идеальным был бы термостат, нагреватель, корпус и термодатчик которого были бы одним и тем же. Реально они представляют собой отдельные детали. Саму колбу ячейки следует обернуть несколькими слоями алюминиевой фольги и достаточно плотно задвинуть в трубку из алюминия толщиной около двух миллиметров. Трубка должна иметь продольный разрез для прохода штенгеля. На трубку следует намотать нагреватель из нихрома толщиной 0,4 мм, сложенного вдвое. Электроизоляцию лучше всего сделать, надев на нагреватель трубку из фторопласта. Можно надеть и бусы из фарфора или стеклянной трубки-«соломки».

Длину нагревателя надо выбрать около трёх метров, а сопротивление около десяти ом. При токе до полутора ампер фторопласт не будет слишком перегреваться. Следует заметить, что намотанный в виде спирали электронагреватель будет создавать магнитное поле. Влияет ли оно на спектр поглощения — нам неизвестно. Но поле можно значительно ослабить, сложив нагреватель вдвое и намотав его в таком виде (бифилярная намотка). Тогда поле одной ветви будет уничтожать поле другой. Это позволит значительно снизить суммарное поле.

В алюминиевой трубке следует пропилить выемку для термосопротивления — датчика. Его следует поставить таким, чтобы при рабочей температуре иметь около 50 килоом.

Термистор надо изолировать от корпуса тонким фторопластом, примотать стеклонитью и промазать силиконовым клеем (можно и другим, но силикон удобнее). К торцам алюминиевой трубки с помощью переходных втулок следует прикрепить шайбы из стеклопластика и с их помощью закрепить во внешнем кожухе. Кожух можно заполнить теплоизоляцией.

Наиболее подходящей можно считать несколько слоёв не очень плотно уложенной стеклоткани.

Окна ячейки следует утопить внутрь алюминиевой трубки на длину, равную её диаметру, а если есть возможность, то поставить на её концах диафрагмы, чтобы препятствовать охлаждению окон и конденсации на них йода.

Термостат для питания печки следует делать на транзисторе, работающем в аналоговом режиме, чтобы не иметь проблем с пульсациями температуры и остаточного магнитного поля при изменении режима работы нагревателя, тем более, что мощность всей схемы обычно не велика — несколько десятков ватт. Из них на транзисторе теряется всего ватт 10-20.

Управлять транзистором должен усилитель, а не компаратор. Отрицательную обратную связь в усилителе следует установить такую, чтобы были подавлены колебания в системе «нагреватель — корпус — термодатчик». Они возникают следующим образом: нагреватель имеет более высокую температуру, чем корпус и конечную массу. Когда он нагревает корпус до температуры, большей, чем температура, при которой термистор даёт команду на отключение нагревателя, в нагревателе и корпусе уже имеется некоторый запас тепла. После отключения нагревателя он продолжает некоторое время греть корпус, а тот в свою очередь — термистор. Вся схема отключается и начинает работать только после охлаждения термистора. Затем цикл повторяется.

Таким образом, стабильность температуры определяется не электронной схемой с чувствительностью в одну сто миллиардную долю градуса, о чём с гордостью скажет любой электронщик, а скоростью перераспределения тепла между нагревателем, корпусом и термистором. Увеличивать чувствительность электронной схемы выше некоторого предела не только бесполезно, но и вредно. Следует либо уменьшить чувствительность, либо установить для управления схемой компьютер. Проще сделать первое. А термистор поставить поближе к нагревателю.

Полезно также зашунтировать регулирующий транзистор сопротивлением, чтобы нагрев при его отключении не полностью прекращался, а составлял несколько больше половины потребной мощности. В цепь последовательно нагревателю следует включить лампочку на 2,5 В и, зашунтировав её резистором, добиться её горения в «0,7 накала» при полной мощности. Она служит очень удобным индикатором работы термостата.

При регулировке термостата следует подобрать температуру, при которой весь иод испаряется с окон за 10-15 минут, а затем ещё повысить её на 10-20°, учитывая, что астрономические ячейки иногда работают на морозе. Окончательную настройку температурного режима следует производить при той температуре, при которой ячейка будет работать (то есть на её рабочем месте).

Часть 3. В заключение

Глава 27. Голография

Имея в наличии лазер, грех не изготовить несколько голограмм. Их можно показывать даже самым непосвящённым лицам, которые приходят в восхищение от вида простого стёклышка, за которым в воздухе «висит» «монета».

Голограммы для своего изготовления требуют трёх вещей: лазера, голографического фотоматериала с разрешением пять тысяч линий на миллиметр и головы с руками.

Делать голограммы небольших предметов, например, монет — очень легко. В помещении длинной несколько метров на разных столах (обычных, а не виброгасящих) ставят лазер и голографическую установку.

Лазер обычно даёт некруглый и неравномерный по сечению пучок. Для того, чтобы убрать неравномерность пучка, следует собрать его в «точку» с помощью собирающей линзы с фокусным расстоянием около ста миллиметров. В фокусе этой линзы следует поместить «пространственный фильтр» — кусочек медной фольги с проколотым иголкой отверстием возможно меньшего диаметра. Пространственный фильтр следует поместить на одном столе с лазером. Его назначение — отсекал в фурье-образе все пространственные частоты, кроме нулевой.

После прохождения фокуса пучок начнёт расширяться. Там, где он расширится достаточно, чтобы осветить всю «сцену», и следует помещать установку для записи голограммы. Проще всего записывать голограммы монет. Они имеют хорошо просматриваемый на голограмме рельеф, небольшую «глубину сцены». Для получения качественной голограммы положение

предмета и фотопластинки не должно меняться за время экспозиции больше чем на 0,1-0,2 микрона. Это можно обеспечить следующим образом: в бруске из металла или текстолита следует просверлить два отверстия и нарезать в них резьбу под винты М-6. Эти винты будут прижимать к бруску плоские пружины из стали (например, пружина от старого будильника) или другого подходящего металла. Похожее устройство применяется в микроскопах для прижима предметного стекла. Между винтами на брусок укладывается монета, а на неё фотослоем — пластинка. Между монетой и пластинкой полезно запустить каплю прозрачного вазелинового масла. Это позволит уничтожить отражение от обратной стороны пластинки и вызванные им слабые, но противные интерференционные полосы.

Готовую сборку следует поставить на пути лазерного пучка и проэкспонировать пластинку. Делается это следующим способом: Луч закрывается каким либо предметом, сборка укладывается в нужное место и выдерживается несколько минут, чтобы она перестала менять форму из-за охлаждения после нагрева руками. Затем луч открывается на время экспозиции. Она может меняться в очень широких пределах (на два порядка), но при малой экспозиции появляется «шум» — голограмма становится мутной, а слишком большая — бессмысленна и увеличивает возможность деформаций в системе и порчи голограммы. Обычно выдержка составляет несколько десятков секунд.

Проекспонированную пластинку надо вытереть чистой тканью от масла и проявить в специальном голографическом проявителе. От обычного он отличается следующим: в него добавляется вещество, способное растворять бромистое серебро, которое таким образом может диффундировать из не засвеченных мест эмульсии к засвеченным и там восстанавливаться до металлического. Этот процесс называется «внутриэмульсионным диффузионным переносом» — «ВЭДЭПЭ проявитель». Такой проявитель позволяет увеличить в четыре раза яркость готовой голограммы, не слишком повышая уровень её шумов. Добавлять можно сульфит натрия (около 100 граммов на литр рабочего раствора), роданид аммония (около 10 г/л), тиосульфат натрия (концентрацию следует подобрать). Можно также попробовать насыщенный раствор хлористого натрия.

В качестве «базового» проявителя можно применить почти любой, например УП-2, или фенидон-гидрохиноновый для фотоплёнок. Проявитель следует разбавить водой раз в десять, добавить растворитель галоидного серебра и проявлять пластинку, пока она не почернеет полностью, а затем ещё такое же время. Состав проявителя следует подобрать. Он не очень критичен. Перепроявить пластинку в ВЭДЭПЭ проявителе невозможно! Раствор следует готовить из концентрированного раствора проявителя и растворителя галогенного серебра непосредственно перед проявлением в небольших количествах. Использованный раствор лучше выливать.

После проявления пластинку следует промыть минут десять в проточной воде (можно работать на свету) и затем отбелить и высушить. Отбеливание и сушку можно совместить. Пластинку выдерживают в смеси дистиллированной воды и этилового спирта 50 на 50. В этот раствор следует добавить йод. Он прореагирует с металлическим серебром и превратит его в йодистое. Оно имеет больший, чем у желатины коэффициент преломления. Вместо йода можно (и даже лучше) добавить аптечную настойку йода. В ней есть йодистый калий, который повышает стойкость голограмм на свету. Настойки следует брать 20-50 граммов на литр раствора. Отбеленную голограмму следует поместить на несколько минут в девяносто процентный спирт и затем на то же время в чистый спирт. Вынув из неё уже готовую голограмму, её быстро протирают пористой бумагой для удаления остатков спирта. Затем выдерживают на воздухе для стабилизации. При этом фотослой увлажняется до своего естественного состояния и изображение приобретает свой естественный цвет, то есть цвет лазерного луча, которым голограмма была записана.

Рассматривать её можно при почти любом освещении. Это возможно потому, что она сама «отбирает» нужную длину волны света из белого и нерезкость из-за конечных размеров ис-

точника света не очень сильно снижает чёткость изображения. Нерезкость мала только при небольшом расстоянии изображения от плоскости фотослоя. Это свойственно голограммам типа той, которую мы записали. Она называется «голограммой со встречными пучками» или, по имени изобретателя, голограммой Денисюка». В её фотоэмульсии при записи и последующей обработке формируются слои из сильно преломляющего йодистого серебра и желатины. В толще эмульсии (около пятнадцати микрон) их получается штук пятьдесят, поэтому такую голограмму называют ещё «толстослойной». Это своего рода многослойное зеркало. Оно образовано интерференцией почти параллельного (слегка расходящегося) опорного пучка и идущего ему навстречу отражённого предметного пучка. Поэтому, если осветить голограмму пучком, похожим на опорный, то она сформирует пучок, похожий на предметный, т. е. восстановит изображение там, где был предмет.

К этому мы можем добавить следующее. Можно писать голограммы и с другими источниками света (например, ртутной лампой), но тогда глубина сцены не должна превышать десятков микрон из-за низкой пространственной когерентности света лампы. Сейчас есть простые и дешёвые полупроводниковые лазеры с достаточно большой длиной когерентности. По длине волны они похожи на гелий-неоновые лазеры, для которых и выпускаются голографические материалы.

Фотопластинки для голографии чувствительны к красному свету («Панхром»), поэтому их следует обрабатывать при слабом зелёном свете, в котором нет красных и синих лучей, либо в темноте.

К фирменным фотоматериалам прилагаются и фирменные же способы обработки и комплекты химикатов. Творческий подход к обработке, конечно же, имеет право на существование наряду с фирменным.

В качестве фотоматериала можно применять отфиксированные и пропитанные раствором бихромата аммония почти любые фотопластинки — («БХЖ»), но они чувствительны только к синему и фиолетовому свету. «Проявляют» их в изопропиловом спирте. См. двухтомник «Оптическая голография».

Разделив пучок лазера достаточно точной призмой (см. рис. 38), можно записать неплохую «толстую» фазовую дифрешётку. Из-за своей большой толщины она имеет ярко выраженный «угол блеска». Чтобы он направлял лучи на первый порядок спектра, пучки при записи разворотом призмы следует направить несимметрично. Один из пучков должен идти перпендикулярно фотослою.

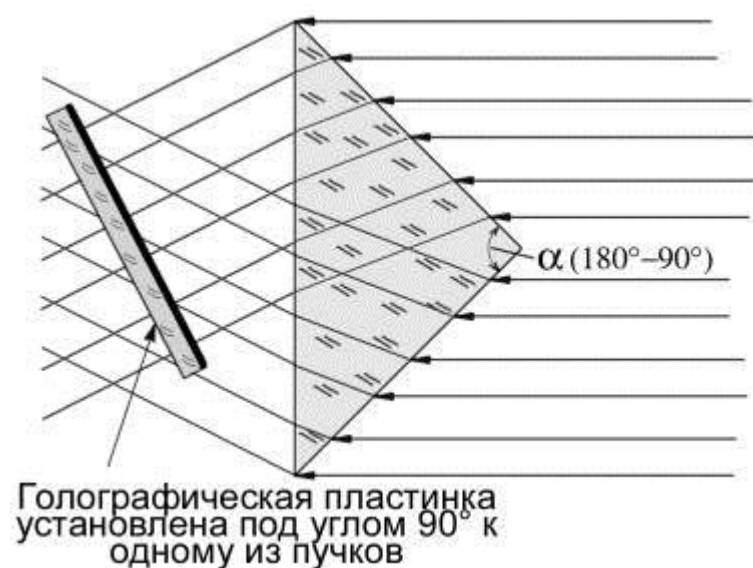


Рис.38

Применив призму с другими преломляющими углами, можно получить решётки и с другим периодом. Если свести вместе три пучка, то получится структура, на которую приятно посмотреть в микроскоп и сквозь которую приятно посмотреть на электрическую лампочку. Для сведения пучков можно применить и зеркала, но зеркала с наружным покрытием плохо чистить от пыли, а зеркала с внутренним покрытием — дают дополнительные блики от стекла.

Зеркала и призмы следует крепить при записи жёстко, защищая всю сборку от вибрации и медленных деформаций. Оптические элементы можно клеить к металлическому или стеклянному основанию тонким слоем пластилина.

Мелкие вещи (например, ювелирные изделия, можно на время экспозиции приклеить расплавленным сплавом воска с канифолью. Такое приклеивание надёжно. Сплав можно затем смыть спиртом.

Глава 28. Нечеловеческие формы жизни в лаборатории

При работе в лабораторию могут проникать нежелательные элементы из человекообразных существ, например, воры. Менее опасны кошки, собаки и другие млекопитающиеся, птицы, насекомые, паукообразные, микробы и вирусы.

При взаимодействии с этими формами жизни следует в каждом случае творчески применять приёмы и методы, нейтрализующие их вредные воздействия.

Заповедь первая — всегда первому применять и удерживать инициативу в своих руках. Не следует терять бдительность и, особенно, щёлкать клювом.

Рассмотрим борьбу с этими нежелательными формами жизни применительно к наиболее типичным случаям.

Воры делятся на несколько категорий: ночные, дневные и прочие. Против ночных воров следует применять комплекс мероприятий, состоящий из внешней охраны (надёжный сторож), решёток на окнах и крепких замков. Все звенья этой защиты должны иметь максимальную надёжность. Сторожа с вечера следует поить кофе, а не водкой или вином. Дневные воры проникают в лабораторию с Вашего благоволения и делятся на просто воров и клептоманов. Первых следует выслеживать и бить. Клептоманов нельзя оставлять одних. Прочих воров (побирушек) следует ублажать мелкими подачками, особенно если это «народные умельцы» и то, что они просят, нужно им для работы.

Кошки, собаки, крысы и мыши тоже могут причинить немало неприятностей. Они могут сбрасывать со стола и повреждать ценные изделия. Гадить и метить различные предметы. Собак и кошек лучше надолго в лабораторию не брать, даже кошку для ловли мышей, так как она, в данном случае, не эффективна. Во-первых, кошки не охотятся в незнакомом помещении, справедливо полагая, что в нём могут найтись охотники посильнее, чем они сами. Кроме того, сам процесс кошачьей охоты может сопровождаться битьём посуды и сбросом предметов со стола. Кроме того, они могут служить питательной средой для размножения блох. Крысы бывают двух типов: серые и белые. Ни те, ни другие в лаборатории приборостроительного профиля не нужны. Крыса является уменьшенным и слегка облагороженным вариантом «демократа». То, что она не может сожрать — она погрызёт и изгадит, наделает в стенах дыр и притащит с собой кучу паразитов и всякой заразы. Поэтому с ними следует беспощадно бороться. Основным критерием наличия ночных налётов крыс является исчезновение мыла. Если мыло исчезло или погрызено, то следует немедленно принять меры.

Кошка для крыс вполне может выполнять ту роль, которую выполнял Ежов при борьбе с человекообразными «демократами». Однако, кошачьей мощи недостаточно для борьбы с крысами. Нужен комплекс мер, и мер продуманных. Травить крыс не следует. Они заползут под пол, сдохнут и будут вонять. Забивать норы можно только в том случае, если сделать новую крысе будет очень трудно (например, если пол бетонный).

Наиболее универсальным способом является крысоловка.

Японцы для борьбы с крысами в своих вычислительных центрах создали специальное устройство, которое при помощи вакуума втягивает крысу в газовую камеру, душит углекислым газом, и упаковывает в картонную коробку. Этот довольно цивилизованный способ обращения с крысами следует, всё же, признать неудачным (хотя автор самостоятельно придумал аналог, правда, без углекислого газа).

К крысоловкам предъявляется одно неперемнное требование: они должны **убивать**, а не ловить. Это связано с тем, что крысы быстро устанавливают связь ловушки с опасностью и полностью её игнорируют. По той же причине гораздо легче уничтожить одну-две крысы, чем целую семейку. В идеале, ловушка всегда должна быть во взведённом состоянии, готовая уничтожить вредителя при его первом появлении. Но если крысы не идут в ловушку, то за недельку можно их приучить не бояться опасности, укладывая приманку рядом с основной и на полу, рядом с ловушкой.

Ловушка с рамкой, давилка («домик») хорошо справляются со своими обязанностями. Делают также и электрические ловушки, но автор их не испытывал. Следует заметить, что крыса без вреда переносит разряд на себя конденсатора ёмкостью десять микрофарад, заряженного до напряжения в две тысячи вольт (мыши от такого разряда гибнут в половине случаев).

Вынимая убитых крыс из ловушек, следует соблюдать гигиену, опасаться ранений рук и тщательно мыть их после работы. Ловушку следует доработать, закруглив все острые части, чтобы не поранить руки. Давилка в этом смысле удобнее, так как не расплюсчивает крысу и не бьёт рамкой по рукам.

Мыши могут уничтожаться теми же приёмами, что и крысы. Но поскольку они «глупее», то мышеловки не боятся. Их можно ловить и стеклянной банкой подходящего размера. Изнутри ко дну банки крепится наживка (даже в виде смоченной подсолнечным маслом тряпки). Банка ставится вверх дном на две параллельно уложенные спички. С другой стороны она подпирается кусочком жести. Пытаясь добраться до пищи, мышь опрокидывает банку, которая и накрывает грызуна. Извлекают его за хвост опасаясь укусов. Для утилизации уничтоженных крыс и мышей можно применять кошек.

Птицы могут залететь в помещение через открытые окна и дверь. Если они не уберутся сами, следует им помочь. Вред от них, как правило, невелик.

Насекомых — мух, комаров, пчёл и прочих видов - можно разделить на полезных и вредных. Полезные (например, пчёлы) подлежат выдворению из лаборатории в целом виде. Пчелу следует накрыть стаканом, когда она старается пролезть сквозь стекло на улицу, и, вставив между стеклом и этим стаканом лист бумаги, поймать её. Вынести во двор и отпустить.

Комаров и почую нечисть следует ловить на лету, развивая быстроту реакции. Хоть такой толк от них будет.

Для уничтожения мух можно применять пипетку с длинным капилляром на конце. Капилляр должен иметь диаметр около миллиметра. Противоположный конец пипетки соединяется с хлорвиниловой трубкой, которую следует зажать между зубами. Если погрузить капилляр в бензин, в него втянется столбик жидкости.

Приблизив его затем к сидящей мухе, резко вдуваем воздух в трубку (одними губами). На муху при этом попадает капля жидкости с малым поверхностным натяжением, которая приводит к мгновенной гибели насекомого. Так можно убить даже сидящего слепня. Идеальной жидкостью для этих целей является октан. Низкое поверхностное натяжение, слабый запах и не ядовитость очень удачно сочетаются в этом веществе. Таким образом можно истреблять мух, сидящих на стеклянной посуде, нитках и других предметах, на которых обычная мухобойка не пригодна.

Глава 29. Отношения с заказчиком (наиболее серьёзная тема)

Это вечно простая и вечно больная тема. Заказчики делятся на несколько категорий. У одной есть деньги и неинтересная работа. У другой есть идеи, но нет денег. Третьи хотят во что бы то не стало опровергнуть теорию относительности. Денег у них тоже нету. Есть ещё «текущие» клиенты. Им нужна простая и тривиальная аппаратура, типа мышеловок и кухонных кастрюль. У них есть немного денег и масса свободного времени, поэтому их роль сводится к тому, чтобы теперь уже Вам помешать опровергать что-нибудь, решить Основную задачу жизни и т.д. Эти клиенты похожи на грибы — распространены достаточно широко. Но, в отличие от последних, они встречаются даже зимой. Они доставляют некоторое пропитание, но прокормиться на них тяжело. Приедаются быстро.

Наводить порядок в этом хаосе приходится самостоятельно. Всех заказчиков следует внимательно выслушивать, делая заинтересованное лицо т, и внимательно размышляя. Дело в том, что все заказчики, кроме «текущих», понятия не имеют, что же им нужно на самом деле! Это проверенная, непререкаемая истина.

Выслушав, и путём диалога поняв, что же следует изготовить (или создать), надо отложить работу на возможно больший срок. Свободное время потратить в своё удовольствие (то есть на изготовление оснастки, оборудования, уборку лаборатории, поиск денег для закупки вечно недостающих компонентов).

Ни в коем случае не следует брать денег наперёд. Это свяжет Вам руки и лишит возможности выбрать наиболее интересную работу. Говоря об оплате, если о ней вообще возможно говорить, надо надувать щёки и казаться очень умным.

Много на этом не заработаешь, но цену набить себе можно.

К работе следует подходить творчески, чтобы заказчик получал не то, что было договорено, но нечто более изуверское. Работа от этого становится интереснее, а Вы приобретаете славу некоторой стихии, внушающей уважение своей непредсказуемостью. Эта слава позволяет и дальше действовать безнаказанно, потому что со стихии и спросу нет.

При этом обижать заказчиков следует только по сугубо личным мотивам. Например, если человек плохой. Он должен платить за хороших людей деньгами и своим настроением (общее правило).

Гоняться за деньгами не следует, это не интересно и не престижно. Следует ориентировать клиента на поставку материалов и прочих полезных вещей. Низменные запросы могут быть у «новых русских», а люди, умеющие работать руками, должны быть выше этого. Иначе и о них начнут слагать непочтительные анекдоты. К тому же гораздо лучше продвинуть науку или жизнь вперёд, чем скушать избыточные калории. Они могут испортить Вашу спортивную фигуру, придав взамен благородную осанку и солидный вид, из-за чего люди начнут относиться к Вам серьёзно. Это опять же может лишить Вас свободы действий.

Итак, заказчики существуют для того, чтобы скрашивать скуку буден, поставлять интересную работу и поддерживать кое-как Ваше физическое существование. Общаясь с ними, следует создать себе доброе (то есть громкое) имя и больше не о чём не заботиться.

Глава 30. Правила работы

- 1) Делай хорошо. Плохо оно само получится!
- 2) Если у других нету того, что Тебе нужно, ищи у себя!
- 3) Хлам всегда занимает весь предоставленный ему объём!
- 4) То, что Ты выбросил сегодня — будешь искать завтра!
- 5) Пока работает станок — работаешь и Ты!
- 6) Не следует оставлять дома и в лаборатории включённые электроприборы (особенно нагреватели). Лучше возвратиться в холодный дом, чем на тёплое пепелище!
- 7) Если у Тебя есть тридцать три неоконченные работы, смело берись за тридцать четвёртую!
- 8) Следует, в первую очередь, делать работу для наиболее неприятного клиента. Пусть убирается побыстрее!

Литература:

- Дяков Д.И., Лермантов В.В. «Руководство к обработке стекла на паяльном столе». Госиздат. 1924 г. Китайгородский И.И. «Стекло и стекловарение» 1950 г. Бардин А.Н. «Технология оптического стекла».
- 1963 г. Веселовский С.И. «Стеклодувное дело».
- 1952 г. Дуброво С.К. «Стекло для лабораторных изделий и химической аппаратуры».
- 1973 г. Соммер А. «Фотоэмиссионные материалы».
- 1985 г. В.Н.Корж, С.Л.Дыхно. «Обработка металлов водород-кислородным пламенем».
- 1965 г. Стронг Д. «Техника физического эксперимента». (перевод с англ.).
- 1948 г. Чмутов К.В. «Техника физико-химического исследования».
- 1991 г. Г.Н.Рохлин «Разрядные источники света».
- 1987 г. Курейчик К.П., ... Александров В.В. «Газоразрядные источники света для спектральных измерений».
- 1954 г. Любимов М.Л. «Спаи металла со стеклом».
- 1969 г. Саркисов П.Д., Казаков В.Д. «Технология стекла и стеклодувные работы».
- 1968 г. Роус Б. «Стекло в электронике (перевод с чешского)».
- 1969 г. Голь, М. «Руководство по основам стеклодувного дела».
- 1974 г. Рот А. «Вакуумные уплотнения» (с англ.).
- 1971 г., ПТЭ. Тихомиров М.В., Шаварин Ю.В. «Получение ультравысокого вакуума с помощью обычных откачивающих устройств». ПТЭ.
- 1962, № 1, с. 137-141. Зуссман. «Сплавы щёлочных и щёлочноземельных металлов».
- Б.И.Королёв «Основы вакуумной техники».
- 1964 г. «Энергия». З.Ю.Горта. «Тонкоплёночные резисторы и микросхемы». Серия «Технология производства».
1976. И.А.Апокин. «Технология изготовления ферромагнитных плёнок», «Энергия».
1966. М.М.Золотарёв. «Металлизатор-вакуумщик», «Высшая школа».
1984. Т.А.Ворончёв, В.Д.Соболев. «Физические основы электровакуумной техники», «Высшая школа».
1967. В.Е.Минайчев. «Нанесение плёнок в вакууме», «Высшая школа».
- Э.Тренделенбург. «Справочник оператора установок по нанесению покрытий в вакууме».
- Группа авторов. «Машиностроение». «Сверхвысокий вакуум», «Мир».
1963. Б.С.Данилин. «Вакуумное нанесение тонких плёнок», «Энергия».
1967. А.И.Пипко. «Оборудование для откачки вакуумных приборов», «Энергия».
1965. Б.С.Данилин. «Основы конструирования вакуумных систем», «Энергия».
1971. «Вакуумная техника». Справочник «Машиностроение».
1985. П.М.Денежный и др. «Токарное дело», Высшая школа».

1979. «Справочник по электротехническим материалам», «Энергия».
1976. «Руководство по неорганическому синтезу», редактор Г.Брауэр.
1963. В.Г.Комар, О.Б.Серов. «Изобразительная голография и голографический кинематограф».
- «Физика высоких давлений» К.Свенсон. (англ.), Издательство иностранной литературы.
1962. И.М.Кустанович. «Спектральный анализ», «Высшая школа».