

P - 9.628.-

Serie 158.-

20.007
201387

201387

27F



27 FEB. 1952

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

Nº 201.387 formulada el 11 de Enero de 1952

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de SOCIETE ANONYME POUR LES APPLICATIONS DE L'ELEC-
TRICITE ET DES GAZ RARES, ETABLISSEMENTS CLAUDE-PAZ & SILVA,
entidad francesa, establecida en 8, rue de Cognacq-Jay,
Paris, Francia, por:

" MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE
MATERIAS ABSORBENTES ".-

El presente invento se refiere a una materia
absorbente a base de uno por lo menos de los metales tantalio
y circonio, materia utilizable para aparatos que ponen en
juego la electricidad.

5

Es conocido que los metales citados absorben
los gases distintos de los gases raros, por procesos que de-

277
201387



penden del metal y del gas y que son generalmente una combinación química o una disolución. A las temperaturas no demasiado elevadas, esta absorción es tanto más rápida cuanto más elevada sea la temperatura del metal; pero cuando esta temperatura es demasiado elevada, el metal puede desprender totalmente o en parte gases que hubiera absorbido a temperaturas más bajas.

A causa de esta propiedad de absorción de los gases, el tantalio y el circonio son utilizados como "getter", es decir para retirar los gases indeseables, especialmente en los aparatos electrónicos de vacío o de gas.

Sin embargo, estos metales no pueden ser utilizados sin precauciones; por ejemplo, si la pieza de metal que constituye el getter está colocada en contacto con un electrodo de un aparato de descarga eléctrica con propósito de calentarla, se corre el riesgo de que la descarga parta de esta pieza en lugar de partir del electrodo. Más adelante serán mencionados otros inconvenientes en la utilización de estos metales.

La materia absorbente según el presente invento no presenta estos inconvenientes; se caracteriza porque está constituida esencialmente por uno al menos de los metales tantalio y circonio revestido de un cuerpo antiemisor, siendo este revestimiento permeable a los gases a absorber.

Se califica aquí de "antiemisor" todo revestimiento que dificulte la producción de descargas a partir de la superficie que recubre, sea conductor (de grafito por ejemplo) o aislante. La permeabilidad del revestimiento no puede

201387



ser apreciable más que en las condiciones a las cuales esté sometido el metal subyacente durante el funcionamiento normal del aparato para el cual es utilizada la materia absorbente; puede ser debida a intersticios en el revestimiento a la disolución intermedia de los gases en el cuerpo antiemisor, a una
5 reacción de equilibrio de los gases con este cuerpo y con el metal absorbente, etc.

El hecho de que la materia absorbente está constituida esencialmente por tantalio y circonio significa que,
10 en esta materia, la absorción es debida al menos en su mayor parte, a tantalio o a circonio. La materia absorbente según el invento puede, en efecto, tener, en parte más o menos importante, otras substancias además del tantalio y el circonio: por ejemplo materias emisoras, o inertes, conductoras o aislantes,
15 u otras substancias que funcionan como getter, etc.

En las figuras adjuntas, que tienen por objeto hacer comprender el invento, se muestran ejemplos de realización:

La figura 1 representa en alzado un electrodo para aparato de descarga utilizando la materia según el invento.
20

La figura 2 representa el mismo electrodo visto en planta.

La figura 3 representa en alzado un electrodo para aparato de descarga utilizando, bajo otra forma, la materia según el invento.
25

La figura 4 es una vista en planta del electrodo representado en alzado en la figura 3.

201387

27 FEB. 19



La figura 5 es una vista en sección de una parte de un electrodo para aparato de descarga utilizando la materia según el invento todavía en otra forma.

5 El electrodo representado por las figuras 1 y 2 lleva principalmente un enrollamiento 4 en hilos de molibdeno recubiertos, como se sabe, de substancias emisoras. Este enrollamiento está fijado a las llegadas de corriente en níquel, 1 y 6, oprimiendo sus extremidades 2 y 5 sobre las extremidades, encorvadas en gancho, de dichas llegadas.

10 Dos hojas de tantalio 3 y 7 plegadas de forma que abracen parcialmente el enrollamiento 4, son respectivamente soldadas a las llegadas de corriente 6 y 1. Cada una de estas hojas tiene, por ejemplo, un espesor de 0,1 mm., un ancho de 5 mm. y una longitud de desarrollo de 15 mm. El tantalio está recubierto de una capa de óxido obtenida por vía
15 electrolítica haciendo pasar una corriente eléctrica entre la hoja de tantalio, soldada a la llegada de corriente que debe llevarla y que funciona como ánodo, y un cátodo de tungsteno, siendo estos dos electrodos sumergidos en ácido nítrico de dé-
20 bil concentración. La electrolisis es efectuada bajo una tensión continua de 100 voltios aproximadamente. La intensidad de la corriente de electrolisis disminuye a medida que la capa de óxido adquiere mayor espesor; cuando esta intensidad llega a ser casi nula, se suspende la electrolisis. La capa de óxido
25 así obtenida, cuyo espesor es del orden de una micra, es suficientemente delgada para permitir a los gases atravesarla y alcanzar el tantalio metálico subyacente, donde son absorbidos; es suficientemente gruesa para impedir que las hojas 3 y 7



278
201387

5 sirvan de ánodo o de cátodo cuando el electrodo descrito está
montado en un aparato de descarga. Las hojas 3 y 7 son, duran-
te el funcionamiento del aparato de descarga que utiliza el
electrodo representado, llevadas a una temperatura relativamen-
te poco elevada; pero como su superficie es bastante extensa,
absorben sin embargo en forma suficiente los gases nocivos que
existen en el interior del aparato de descarga durante el fun-
cionamiento de éste gas que estos gases provengan de una defec-
tosa desgasificación de este aparato o que sean desprendidos
10 por ejemplo, por los electrodos.

El revestimiento antiemisor de óxido sobre las
hojas 3 y 7 las impide funcionar como electrodos; los eflu-
vios anódico y catódico quedan pues, en cada alternancia de la
corriente, cuando ésta es corriente alterna, localizados en la
proximidad del enrollamiento 4 en lugar de pasar de este último
15 a las hojas, y viceversa; se disminuye así la oscilación lumi-
nosa de las extremidades de la lámpara portadora de tales
electrodos.

Otra ventaja de este revestimiento antiemisor
20 en el caso de la corriente alterna es que, como las hojas no
pueden ya servir de ánodo, el enrollamiento 4 es calentado por
la totalidad del calor desprendido en el electrodo por las caí-
das anódica y catódica, lo cual permite darle dimensiones más
extensas y por tanto contener una mayor reserva de materias
25 amisoras que si funcionara como cátodo.

Otra ventaja, todavía, es que este recubrimien-
to evita que nazca una mancha catódica sobre una de estas
hojas; una tal mancha, en efecto, calentaría localmente el
tantalio que, entonces, dejaría desprender los gases que había



27 FEB. 1952

201387

absorbido con anterioridad.

5 El revestimiento antiemisor citado del tantalio es un cuerpo aislante. Este revestimiento puede no ser aislante, para la aplicación que acaba de ser descrita, en el momento que tenga poca tendencia a emitir electrones; se puede, por ejemplo, recubrir el tantalio con una capa de grafito.

10 La disposición representada de las hojas les permite interceptar una parte importante de las partículas emitidas por pulverización iónica por el enrollamiento 4. Si esta ventaja es poco importante frente a una economía posible de tantalio, pueden utilizarse hojas de superficie menor, y aún suprimir aquella de las dos hojas que está fijada a la llegada de corriente que no está conectada al manantial de esta corriente.

15 Las figuras 3 y 4 representan, respectivamente en alzado y en planta, un electrodo que lleva principalmente, como ya se conoce, un filamento de tungsteno en doble espiral, 10, revestido de substancias emisoras; las extremidades de este filamento son soldadas respectivamente a las llegadas de corriente 1 y 6 del electrodo.

20 La materia absorbente está aquí bajo la forma de dos hilos de tantalio 9 y 11, soldados a las llegadas de corriente 1 y 6 y colocados en el interior de la mayor de las dos hélices según las cuales está arrollado el filamento de tungsteno. Este emplazamiento permite al tantalio ser calentado, durante el funcionamiento del aparato de descarga que tiene el electrodo representado en las figuras 3 y 4, a una temperatura a la cual el tantalio absorbe bastante rápidamente



27 FEB 1957

201387

los gases indeseables. El tantalio está también en este caso revestido de una capa de óxido de tantalio del orden de la micra por oxidación anódica, como en el ejemplo precedente. Este revestimiento tiene como ventaja, por una parte, evitar la puesta en corto-circuito de una parte del enrollamiento 10 en caso de contacto de éste con uno de los hilos 9 y 11, y por otra parte evitar que la descarga parte de uno de esos hilos y le caliente hasta el punto de hacerle desprender los gases absorbidos.

Si las espiras de la hélice mayor del enrollamiento 10 está lo suficientemente aproximadas, no hay que temer que una descarga parte de uno de los hilos 9 y 11. El revestimiento de esos hilos puede entonces, sin inconveniente, presentar grandes intersticios y a través de los cuales una descarga tendría posibilidad de pasar y de producirse sobre estos hilos. El revestimiento puede, en ese caso, estar constituido por pequeñas perlas aislantes o por granos aislantes de cerámica, por ejemplo, pudiendo ser fijados a los hilos, entre otros modos, por frizado.

El electrodo representado tiene dos hilos de tantalio 9 y 11; en ciertos casos, por ejemplo si tiene poco gas que absorber, uno de estos hilos puede ser suficiente.

La figura 5 representa, en sección por el plano que pasa por las llegadas de corriente 1 y 6, una parte de un electrodo de filamento doblemente arrollado análogo al representado sobre las figuras 3 y 4, pero en el cual la materia absorbente está dispuesta de modo distinto. El filamento de tungsteno 15, de 0,08 mm. de diámetro, por ejemplo, es enrollado en una hélice primaria 13, por ejemplo de 0,15 mm. de diámetro interior; esta hélice primaria, de la cual solamente

27 FEB.



201387

5 algunas espiras se han representado en la figura 5, está a su vez enrollada en una hélice secundaria de 0,7 mm. de diámetro interior, que es la dibujada en 10 en las figuras 3 y 4. El revestimiento emisor 14 de la hélice 13 lleva, por lo menos en parte, como es sabido, después del tratamiento, óxido de bario y pequeñas cantidades de bario metálico; este revestimiento emisor lleva, además, en el caso presente, granos de tantalio 16 oxidados superficialmente.

10 Esta oxidación puede ser realizada, bien antes de que los granos sean mezclados con los productos que dan origen a los óxidos emisores, o bien durante el curso de la formación de estos óxidos. Se puede, por ejemplo, operar de la forma siguiente. En primer término, se guarnece el hilo 15 doblemente arrollado, con una mezcla de barita hidratada y de tantalio en granos no oxidados y se hace pasar una corriente eléctrica en el filamento 15 de modo que llegue a fundir la barita. A continuación, el electrodo portador de este filamento 15 es montado, así como otro electrodo semejante, en la envolvente del aparato de descarga que se desee proveer de estos 20 electrodos; este conjunto es entonces desgasificado por un calentamiento bajo vacío, lo cual deshidrata la barita, y luego se llena de gas raro. Finalmente, se hace pasar una descarga entre los electrodos de forma que se "activen", es decir que se reduzca una parte de la barita a bario metálico. Todas 25 estas operaciones son conocidas, para la fabricación de las lámparas fluorescentes por ejemplo; en el caso presente producen un efecto suplementario: los granos de tantalio son oxidados en su superficie por la barita, especialmente en el mo-

27 FEB.



201387

5 X mento de la "activación" de los electrodos, lo cual les proporciona un revestimiento antiemisor de óxido. Un electrodo destinado a una lámpara recorrida por una corriente de descarga de 0,4 amp. puede, por ejemplo, admitir 5 mgr. de óxido de bario y 1 a 2 mgr. de tantalio en granos de unos 400 mesh. La capa de óxido que recubre los granos de metal reporta la ventaja de que estos granos no aumentan la conductibilidad de la capa emisora, como lo harían los granos de metal desnudo.

10 Las diversas formas de realización anteriores no han sido descritas más que a título explicativo y no limitativo. Otras numerosas formas y aplicaciones de la materia absorbente pueden ser imaginables sin salir del dominio del presente invento.

15 En las formas de realización antes descritas, solamente el tantalio ha sido indicado como metal absorbente de los gases, por ser generalmente este metal de un empleo más fácil que el circonio. Pero es evidente que este último, que también es muy poco volátil y absorbe los gases sobre todo a temperatura bastante elevada, puede ser igualmente utilizado.

20 El presente invento puede también tener otras aplicaciones que los aparatos de descarga eléctrica en los gases. Por ejemplo, pueden proveerse de un revestimiento aislante tiras o hilos de tantalio o de circonio utilizados para perfeccionar el vacío en un recinto, por ejemplo en un recipiente donde se hacen sedimentaciones por evaporación en el vacío; en ese caso, es posible colocar las tiras o hilos en la proximidad inmediata o en el interior de la espiral calentadora de tungsteno portadora del metal a evaporar, siendo colocadas estas

25

201387



tiras o hilos en posiciones análogas a las de las hojas 3, 7 o de los hilos 9, 11.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Francia con fecha 12 de Enero de 1.951, bajo el número FV. 602.992, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Mejoras introducidas en la preparación de materias absorbentes a base de uno, por lo menos, de los metales tantalio y circonio, para aparatos que ponen en juego la electricidad, caracterizándose porque la materia en cuestión está constituida esencialmente por dicho metal revestido de un cuerpo antiemisor, siendo este revestimiento permeable a los gases a absorber.

2º.- Mejoras según el punto 1º, consistentes en que dicho revestimiento está constituido por una capa de óxido de por lo menos uno de estos metales, obtenido, por ejemplo, por oxidación anódica de este metal.

3º.- Mejoras según el punto 1º aplicadas a



27 FEB 1952

201387

los aparatos de descarga eléctrica que tienen por lo menos un filamento enrollado en hélice y caliente en funcionamiento, consistentes en que esta materia esté colocada en el interior de la hélice.

5 4º.- Mejoras según los puntos 1º y 2º, aplicadas a los aparatos de descarga eléctrica portadores por lo menos de un electrodo guarnecido de substancias emisoras, consistentes en que la materia absorbente es mezclada, por ejemplo, en forma de granos, con dichas substancias emisoras, pudiendo
10 eventualmente tener lugar la oxidación superficial del metal después de dicha mezcla

5º.- Mejoras introducidas en la preparación de materias absorbentes.

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

La presente Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 27 FEB. 1952

P. A.

Alberto de Eizaburo
Por Poder
Arde

fg.

201387

Fig.1

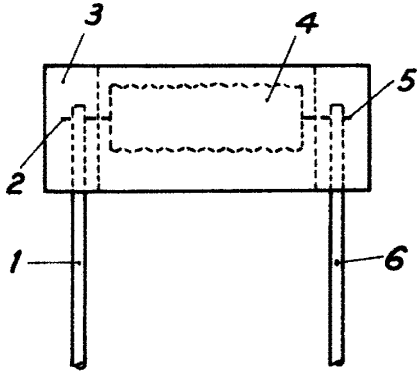


Fig.3

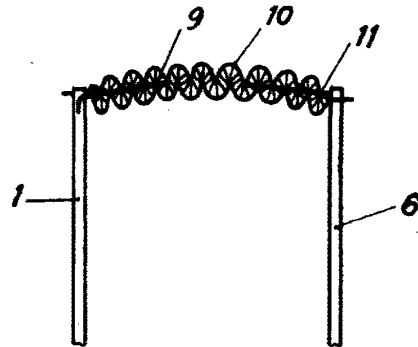


Fig.2

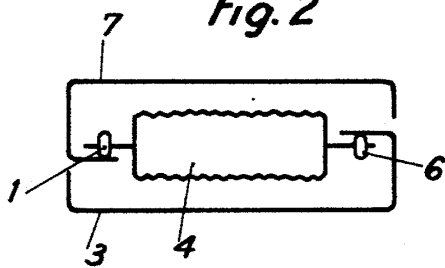


Fig.4

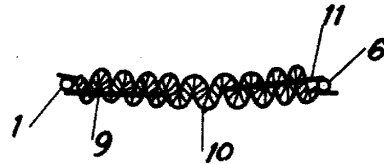
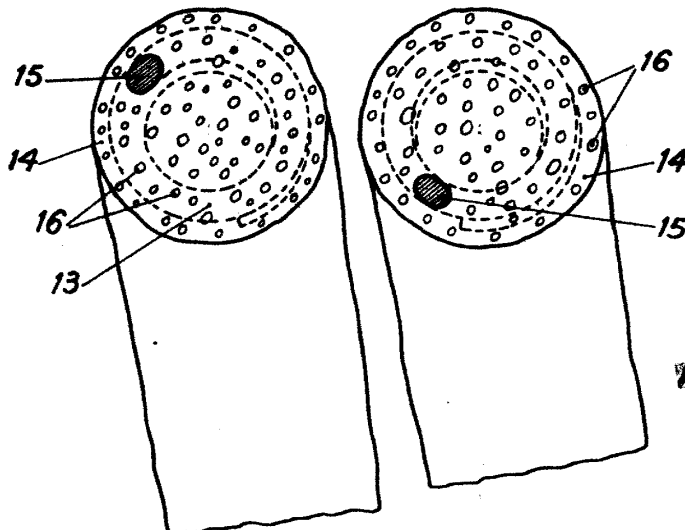


Fig.5



Alberto de Elacuna
Por Poder

Arde

82960