

P - 23.533

PH. 17402 Spain -vDo/MS



282 591

19 NOV. 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN, entidad holandesa, establecida en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA FABRICACION DE UN GETTER PARA TUBOS DE RAYOS CATODICOS Y OTROS RECIPIENTES DE VACIO".

5 La presente invención se refiere a un getter para un tubo de descarga eléctrica y otros recipientes a vacío que contienen zirconio, hafnio, titanio, torio o una aleación de los mismos como metal activo. El término "getter" debe entenderse dentro del alcance de esta solicitud tanto refiriéndose al getter activo en una envoltura evacuada como al getter aún no activado que contiene el metal de getter o el hidruro de este metal en una forma no activada, estando presente capas de óxido en la superficie.



19 NOV 1950

11

5

10

15

20

25

30

Son conocidos getters que consisten de tabletas o píldoras comprimidas de un polvo comprimido en soportes. El material de partida se obtiene granulando un trozo mayor comprimido que contiene el hidruro del metal de getter en granos de diámetros diferentes menores que 5 micrones, mezclados con granos de tungsteno de un diámetro considerablemente menor para evitar la sinterización. Una fracción bastante gruesa del material granulado tamizado es comprimida para formar los getters. El polvo fino como tal no es adecuado para ser trabajado directamente para formar los getters.

Para muchos usos, la razón de absorción de gas de los getters comprimidos conocidos es demasiado pequeña, aunque la capacidad de absorción sea suficientemente grande. Esta condición resulta en la aplicación de muchas píldoras o tabletas o soportes mayores que contienen material comprimido, lo que, sin embargo, es inadecuado por varias razones.

De acuerdo con la invención, en un getter para tubos de rayos catódicos y otros recipientes de vacío que contienen zirconio, hafnio, titanio, torio o una aleación de los mismos como metal activo en la forma de granos finos mezclados con granos de un metal por ejemplo tungsteno o molibdeno, que evitan la sinterización, los granos finos primarios tienen una superficie específica que es tan grande como sea posible y estos granos son aglomerados para formar granos secundarios, siendo los granos secundarios mutuamente de las mismas dimensiones tanto como sea posible y estando provistos sin compresión y en una forma resistente a la abrasión en un soporte al menos parcialmente perforado.

En el getter de acuerdo con la invención, se obtiene un conjunto en que el área superficial específica grande



de los granos primarios puede ser alcanzada a través de los cortos microporos en los granos secundarios. Los granos secundarios pueden ser alcanzados a través de los macroporos entre estos granos. Con este conjunto, se obtiene una razón de absorción de gas que es más alta en al menos un orden de magnitud en comparación con los getters conocidos en que los granos son comprimidos y en que apenas están presentes microporos.

En el getter comprimido conocido, substancialmente sólo puede ser operativa una reacción de volumen que corresponde a la concepción hasta ahora general sobre los getters. Sin embargo, tal reacción se realiza muy lentamente. En el getter de acuerdo con la invención, toda el área superficial puede ser alcanzada por los gases que deben ser absorbidos que son ligados en una reacción superficial. Mediante el dispositivo de acuerdo con la invención, este área superficial puede ser alcanzada con una difusión de poros de gran velocidad que puede ser determinada por la combinación de microporos y macroporos. Las velocidades de difusión experimentalmente determinadas están en buen acuerdo con la teoría y los cálculos asociados. En los getters conocidos, los microporos posiblemente presentes no ofrecen ninguna posibilidad de difusión suficiente.

En el getter de acuerdo con la invención es necesario para obtener una razón de absorción de gases tan grande como sea posible no comprimir los granos secundarios, pero es permisible una pequeña pretensión del soporte para asegurar una colocación resistente a la abrasión de los granos.

Como un valor mínimo para el área superficial específica de los granos de material de getter de acuerdo con la

282591

19 NOV.



invencción puede establecerse el valor de 1 a 2 m² por gramos, pero relaciones de absorción considerablemente mejores se obtienen con un polvo que tiene un área superficial específica comprendida entre 25 y 30 m² por gramo. El área superficial específica es indicada para al material que aún no está activado. Como resultado de la activación se produce una disminución de aproximadamente 30%. Los granos del metal que evitan la sinterización tienen aproximadamente la misma área superficial específica y están presentes en aproximadamente las mismas cantidades en peso.

Si en el getter de acuerdo con la invencción se eligen granos secundarios de diámetros considerablemente más grandes, los macroporos son más grandes también, es cierto, pero los microporos a través de los cuales puede ser alcanzada una parte mayor del área superficial activa de los granos primarios, se vuelven más largos de modo que la razón de absorción disminuye. Por lo tanto, el diámetro de los granos secundarios debería estar comprendido entre unas pocas veces 10 micrones y unas pocas décimas de un milímetro, siendo preferentemente menor que 2 la relación entre los diámetros más grandes y más pequeños. Las dimensiones más favorables están comprendidas entre 100 y 200 micrones. Los granos secundarios pueden ser obtenidos granulando un trozo más grande comprimido, que es obtenido con presiones por debajo de 5 ton/cm², preferentemente 1 ton/cm².

El getter de acuerdo con la invencción no solamente proporciona una razón de absorción de gas más elevada, sino que la desgasificación y también la eliminación del hidrógeno, si durante la activación es descompuesto un hidruro, es mucho más fácil de modo que tampoco debe temerse una presión



de hidrógeno notable a temperaturas operativas más altas, a diferencia de lo que ocurre en los dispositivos conocidos.

A fin de que la invención pueda ser fácilmente llevada a la práctica, la misma será descrita a continuación más detalladamente, a título de ejemplo, con referencia a los dibujos acompañados, en que:

Las figuras 1, 2 y 3 muestran getters de acuerdo con la invención.

La figura 4 muestra la colocación de los granos.

La figura 5 muestra unas pocas curvas de absorción de gas.

Refiriéndose ahora a la figura 1, un cilindro de níquel 1 de 4 mm de diámetro y 4 mm de altura, está cerrado en ambos extremos por malla de alambre 2 y 3 respectivamente de acero al cromo-níquel. La malla de alambre consiste de alambres cruzados de 30 micrones de diámetro y una separación de 30 micrones. El cilindro 1 comprende granos secundarios de una fracción de tamizado de 100 a 200 micrones de diámetro que es obtenida de la manera siguiente. Polvo de hidruro de zirconio con un área superficial específica comprendida entre 2 y 30 m² por grano es mezclado con polvo de tungsteno con aproximadamente la misma área superficial específica en una relación en peso de 60 : 40. El conjunto es comprimido a una presión de 1 ton/cm² y luego granulado. De este granulado se usa la fracción de tamizado establecida.

En la figura 2, los mismos granos secundarios 4 son provistos entre dos redes de alambre 5 y 6 soldadas en el borde 7 como resultado de lo cual se obtiene una mejor admi-



19 NOV

sibilidad de los granos. A fin de tener una posibilidad de calentamiento más fácil durante la activación, el soporte comprende aún un anillo de níquel 8 que puede ser calentado por corrientes de Foucault. También puede usarse una placa metálica ubicada en el soporte.

La figura 3 muestra un corte transversal perpendicularmente al eje del getter que consiste de dos anillos de malla de alambre 9 y 10 de aproximadamente 22 mms. de diámetro y 12 mms. de altura que están soldados arriba y abajo y, además, se forman ocho bolsitas por medio de ocho soldaduras paralelas axiales 11, bolsitas que contienen los granos 4.

En la figura 4, los granos secundarios 4 son mostrados en una escala exagerada en comparación con la figura 1. Los granos primarios de hidruro de zirconio están designados por la referencia 12 y los granos primarios de tungsteno por 13. Aunque la figura no puede mostrar las relaciones en una escala real, es fácil ver que los microporos 14 son considerablemente menores que los macroporos 15.

En la figura 5, el eje horizontal indica la cantidad de gas absorbido en mm/l, mientras que el eje vertical indica la razón de absorción de gas en litros/seg. Todas las mediciones fueron realizadas con monóxido de carbono como gas de prueba, debido a que este gas forma una gran parte de los gases residuales en los tubos de rayos catódicos y es además bastante perjudicial. La curva I se refiere a un dispositivo mostrado en la figura 1, en que se usaron 50 mgr. de granos. La curva II se refiere a un dispositivo mostrado en la figura 2 en que la bolsita de alambre de malla tenía un diámetro de 14 mm. Es fácil ver de las dos curvas que es absorbida la misma cantidad de gas, pero que para la cur-

19 NOV 1961



va II la razón de absorción a través de un área mayor de la capacidad, es aproximadamente un orden de magnitud mayor, lo que puede ser explicado por la mejor admisibilidad de los granos secundarios. La curva II se refiere al mismo peso de polvo que la curva I. La curva III se refiere a dos bolsitas mostradas en la figura 2 cada una llena con 50 mgr. de polvo. La curva IV se refiere a un getter mostrado en la figura 3 lleno con 500 mgr. de polvo. Es fácil ver de las cuatro curvas que ellas alcanzan más o menos la curva rectangular ideal, es decir un getter ideal actúa de modo que la razón de absorción de gas S permanece constante durante todo el uso de la capacidad de absorción Q . Todas las curvas se refieren a un polvo de partida con un área superficial específica de $25 \text{ m}^2/\text{gr}$.

Con fines de comparación, se muestra la curva V que se refiere a un dispositivo conocido en que se usaron 26 mgr. del mismo polvo que para la determinación de las otras curvas y en que se comprimó una tableta de 3,5 mm de diámetro y aproximadamente 1 mm de grosor en una tira metálica. La figura 5 muestra claramente que la diferencia en la razón de absorción de gas entre las curvas I y V es mayor en más de un orden de magnitud que lo que se esperaba de la diferencia entre la cantidad de polvo. La razón de absorción de gas más elevada que podría alcanzarse con este dispositivo para la curva 5 era $3 \times 10^{-2} \text{ l/seg}$ con una cantidad de $5 \times 10^{-5} \text{ mm/l}$.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 21 de Noviembre de 1961, bajo el N° 20.851, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

282591



N O T A

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

12. - Mejoras introducidas en la fabricación de un getter para tubos de rayos catódicos y otros recipientes de vacío, que contiene zirconio, hafnio, titanio, torio o una aleación de los mismos y el metal activo en la forma de granos finos mezclados con granos de un metal, por ejemplo tungsteno o molibdeno, que evita la sinterización, caracterizadas porque los granos primarios tienen un área superficial específica que es tan grande como sea posible y están aglomerados para formar granos secundarios, teniendo los granos secundarios las mismas dimensiones tanto como sea posible y estando provistos sin compresión, pero de una manera resistente a la abrasión dentro de un soporte al menos parcialmente perforado.

22. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizadas porque el área superficial específica de los granos primarios es mayor que $1 \text{ m}^2/\text{gr.}$, preferentemente de 25 a 30 $\text{m}^2/\text{gr.}$ mientras que los granos del metal que evita la sinterización tienen aproximadamente la misma área superficial específica y están presentes en aproximadamente las mismas cantidades en peso.

32. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizadas porque el diámetro de los granos secundarios está comprendido entre unas pocas veces 10 micrones y unos pocos décimos de un milímetro.

282591

42. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizadas porque la relación entre los diámetros más grandes y más pequeños es menor que 2.



59. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, 2, 3
ó 4, caracterizadas porque el diámetro de los granos secundarios está comprendido entre 100 y 200 micrones.

5 60. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, 2, 3,
4 ó 5, caracterizadas porque los granos secundarios consisten de una granulación de una parte comprimida de granos primarios que están comprimidos con una presión menor que 5 ton/cm², preferentemente 1 ton/cm².

10 70. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, 2, 3,
4, 5 ó 6, caracterizadas porque los granos secundarios están provistos en un cilindro de chapa metálica que está cerrado en ambos lados por malla de alambre, que vincula los granos con una ligera pre-tensión.

15 80. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, 2, 3,
4, 5 ó 6, caracterizadas porque los granos secundarios están provistos en una bolsa de malla de alambre y una placa metálica o un anillo de corto-circuito está provisto en el polvo.

20 90. - Mejoras introducidas en la fabricación de un getter para tubos de rayos catódicos y otros recipientes de vacío.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas, escritas a máqui-

282591



19 NOV

na por una sola cara.

Madrid, 19 NOV. 1962

P. A.

Alfonso de Ezabara
Por Poder

282591

DG /

ESCALA VARIABLE

N. V. PHILIPS'GLOEILAMPENFABRIEK

2/10

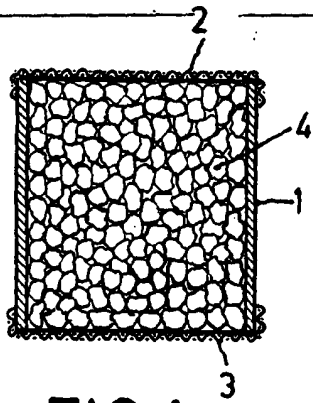


FIG. 1

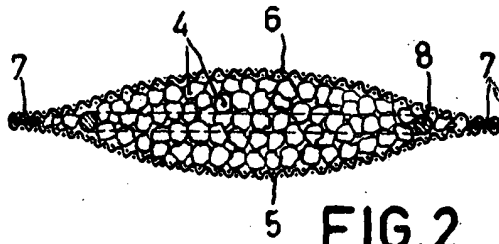


FIG. 2

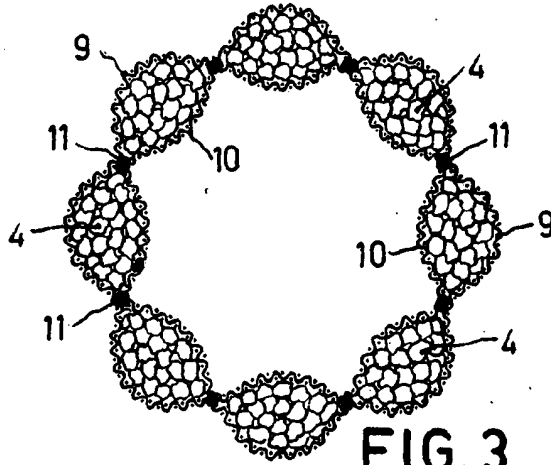


FIG. 3

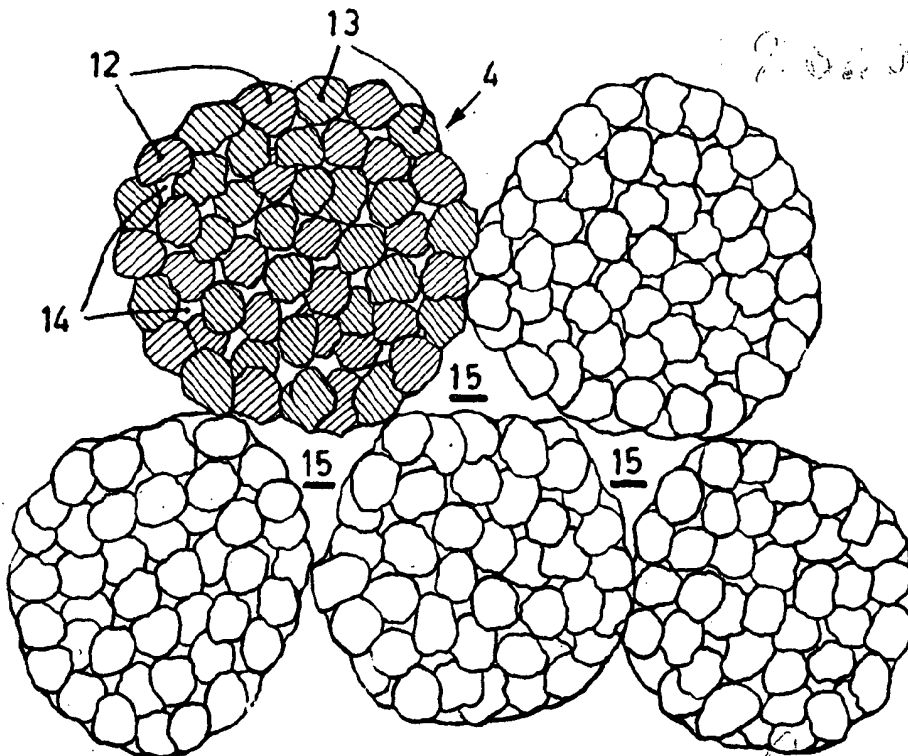


FIG. 4

Albert de/Elz...

ESCALA VARIABLE

N. V. PHILIPS'GLOEILAMPENFABRIEKEN

KL/II

