

342406
P = 35.562

PHN 1675



342406

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de N.V. PHILIPS' GLOBELAMPENFABRIEKEN

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

~~son domicilio en~~ establecida en Emmasingel 29, Eindhoven,
Holanda.

por: "METODO DE FABRICACION DE UN CATODO DE SUMINISTRO"
(Clase internacional HOLj 19/22)

28 JUN 1967



La invención se refiere a métodos de fabricación de un método de suministro que comprende un cuerpo de tungsteno sinterizado impregnado con aluminatos, particularmente aluminato de bario y calcio.

5 De acuerdo con el método conocido, los constituyentes requeridos para la formación del aluminato, generalmente carbonato de bario, carbonato de calcio y óxido de aluminio, son mezclados en estado pulverizado y calentados en una atmósfera de hidrógeno o en vacío a aproximadamente 950°C a fin de obtener el aluminato de bario y
10 calcio deseado. La temperatura es luego aumentada hasta aproximadamente 1625 y el aluminato funde. Después de enfriamiento, la masa fundida es retirada del horno y desmenuzada. El polvo desmenuzado es aplicado luego a
15 los cuerpos que deben ser impregnados y es absorbido por el mismo mediante fusión en vacío o en una atmósfera de hidrógeno.

Este método es comparativamente complicado y por lo tanto, caro. Debido al hecho que durante la formación de
20 los aluminatos en vacío se desarrolla dióxido de carbono gaseoso y es disociado a una temperatura más alta en monóxido de carbono y oxígeno, debe evitarse que este gas se ponga en contacto con los cuerpos de tungsteno de modo que dicha mezcla de los constituyentes requeridos para la
25 formación del aluminato no podría ser directamente aplicada a la superficie del cuerpo de tungsteno poroso, el aluminato no podría ser formado sobre dicha superficie calentando este cuerpo en vacío y ser directamente absorbido por dicho cuerpo después de la fusión. Además los
30 carbonatos no pueden ser mezclados con suficiente homo-

342406

23.6.67



geneidad.

5 Se ha encontrado, sin embargo, que después que
el aluminato ha fundido por primera vez, el cuerpo de
tungsteno puede no obstante ser impregnado con dicho
aluminato de modo que el método de fabricación de cá-
10 todos impregnados es considerablemente simplificado.
De acuerdo con la invención, los constituyentes requere-
ridos para la formación del aluminato son obtenidos
por co-precipitación y mezclados homogeneamente con
un compuesto soluble que contiene carbono, preferible-
15 mente azúcar y un ligante, mezcla que es puesta en con-
tacto en la forma de una capa, con las superficies de
los cuerpos porosos que deben ser impregnados, después
de lo cual los cuerpos que deben ser impregnados y di-
cha capa, son calentados en una atmósfera de hidrógeno
20 a una temperatura tan alta y durante un tiempo tan lar-
go, que los carbonatos se disocian completamente y los
gases desarrollados son eliminados, siendo luego gra-
dualmente aumentada la temperatura hasta aproxima-
damente 1400°C, a fin de acelerar la formación de alumi-
natos y reducir cualesquier óxidos de tungsteno produ-
cidos en el cuerpo poroso, sin fusión de uno de los
constituyentes, después de lo cual la temperatura es
25 aumentada por encima de 1600°C, de modo que el alumi-
nato funde y es absorbido por el cuerpo poroso, siendo
luego enfriados estos cuerpos y retirados del horno.
La suspensión de la mezcla de carbonatos co-precipita-
dos en el ligante y el compuesto soluble que contiene
30 carbono, puede ser aplicada directamente a las superfi-
cias de los cuerpos porosos, por ejemplo por pulveriza-



5 ción, pero como alternativa, esta suspensión puede ser aplicada en la forma de una capa a un substrato de tungsteno, siendo luego dispuestos sobre dicha capa los cuerpos porosos. Es esencial que el calentamiento se realice en una atmósfera de hidrógeno y a una velocidad baja de modo que el dióxido de carbono gaseoso se convierte en CO y vapor de agua antes que pueda oxidar intensamente al tungsteno del cuerpo que debe ser impregnado. En vacio el CO₂ se disociaría a esta temperatura en CO y 10 O y así tendría un efecto intensamente oxidante. Por lo tanto, es necesario el uso de una atmósfera de hidrógeno. Mediante la adición del compuesto que contiene carbono y mediante un correcto calentamiento en una atmósfera de hidrógeno antes que el aluminato funda, se evita que el 15 CO₂ o cualquier óxido de tungsteno producido sea encapsulado por los constituyentes fundidos antes que el CO₂ haya sido completamente eliminado y los óxidos de tungsteno hayan sido reducidos completamente.

20 Consecuentemente en este método se evita la fabricación, fusión y desmenuzamiento separados del aluminato, operaciones estas últimas que deben realizarse en una atmósfera seca, dado que de otro modo el aluminato es convertido parcialmente de nuevo en hidróxidos y carbonatos por la humedad y el dióxido de carbono de la atmósfera ambiente. Por lo tanto, en el método conocido, 25 solamente una pequeña cantidad de aluminato podría ser tratado simultáneamente. No es necesario usar una atmósfera libre de dióxido de carbono, siempre que esta atmósfera sea muy seca, dado que en este caso se forman carbonatos a una velocidad suficientemente baja, 30

342406



En el método de acuerdo con la invención, un gran número de cuerpos porosos pueden ser impregnados simultáneamente y este método es adecuado para ser llevado a la práctica en un horno de tunel.

5 La invención será descrita a continuación con referencia a un ejemplo y un dibujo, en que:

La figura 1 muestra un substrato al que está aplicada una capa de una suspensión que forma un aluminato, estando dispuestos los cuerpos porosos sobre dicha capa.

10 La figura 2 muestra un horno y un gráfico sobre el que están trazadas las zonas de temperatura y

La figura 3 es una vista en corte de un cátodo fabricado por el método de acuerdo con la invención.

15 Refiriéndose ahora a la figura 1, la referencia 1 designa un substrato que consiste en una placa de tungsteno no porosa.

Una mezcla co-precipitada de 5 mol de BaCO_3 , 3 mol de CaCO_3 y 2 mol de $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{nH}_2\text{O}$ es suspendida en nitrocelulosa con 3% en peso de azúcar ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$). La viscosidad de la suspensión es elegida de modo que la suspensión puede ser aplicada, por ejemplo, por pulverización, vertiéndola o por cataforasis, al substrato 1 como una capa 2 que tiene un espesor de por ejemplo 0,5 mm. Después que esta capa se ha secado, un número de discos de tungsteno sinterizado poroso 3 que contiene por ejemplo un espesor de 1 mm y un diámetro de 3 mm son dispuestos sobre la capa 2. Subsecuentemente, las placas 1 son hechas pasar a través de un horno 5 por un dispositivo transportador 4.

30 Del gráfico de la figura 2 resulta evidente que el



horno está dividido en zonas que tienen longitudes diferentes y temperaturas diferentes. La velocidad de paso es elegida de modo que las placas 1 pasan a través del

5 hornos en aproximadamente 50 minutos. En la zona A (10 minutos) las placas 1 y los cuerpos 3 son calentados a 1000°C y en la zona B, son mantenidos a esta temperatura durante aproximadamente 10 minutos. El carbonato de bario y el carbonato de calcio de la capa 2 son entonces disociados y el CO₂ convertido en la atmósfera de

10 hidrógeno en vapor de agua y el CO es evacuado. A esta temperatura elevada el tungsteno poroso de los cuerpos 3 puede ser ligeramente oxidado debido al vapor de agua desarrollado en la zona . La capa 2 es convertida también en aluminato de bario y calcio. A fin de reducir

15 los óxidos de tungsteno los cuerpos 3 son calentados en la zona C en 11 minutos a 1400°C. Dado que la dirección de la corriente de hidrógeno que circule a través del horno es puesta a la dirección de paso, los productos gaseosos desarrollados en la zona B son conducidos

20 hasta la entrada del horno de modo que en las zonas D, E y F prevalece una atmósfera de hidrógeno muy pura. Después que se han formado los aluminatos y los cuerpos 3 han sido reducidos, la temperatura en la zona D es aumentada en 3 minutos a 1625°C y el aluminato funde. En

25 la zona E, el aluminato fundido puede ser absorbido por los cuerpos 3 durante aproximadamente 20 a 30 segundos. Después de enfriamiento en la zona F, las placas 1 y los cuerpos 3 salen del horno y los cuerpos impregnados 3 pueden ser tratados para convertirlos en cátodos como se muestra en la figura 3.

30

342406



Para este fin, un cuerpo 3 es asegurado con la interposición de una placa de molibdeno 6 en un cilindro de molibdeno 7 y un cuerpo calefactor 8 es introducido luego en el cilindro 7. Como alternativa el soporte 5 6,7 que consiste en molibdeno puede hacerse en una pieza plegándola de modo que se obtiene una construcción más simple.

Aunque se ha descrito una sola realización de los cuerpos de tungsteno poroso, estos cuerpos también pueden ser conformados de manera diferente. A fin de obtener un contacto satisfactorio entre las superficies de dichos cuerpos y la capa 2, la superficie del substrato 1 puede ser adaptada a los mismos. Por ejemplo este substrato puede estar provisto con un número de elevaciones convexas para recibir cuerpos porosos que tienen una superficie cóncava, mientras que el substrato 1 puede tener forma de varilla o cilíndrica para recibir cuerpos porosos cilíndricos o en forma de varilla. A fin de obtener una impregnación uniforme, en estos casos los substratos y los cuerpos porosos pueden ser hechos girar, si fuera necesario. Sin embargo, como alternativa, la suspensión de los carbonatos y azúcar puede ser aplicada directamente a los artículos que deben ser impregnados por pulverización, inmersión o vertiéndola.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 1 de julio de 1966, bajo nº 66.09171, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

342406



N O T A

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

5

10

15

20

25

30

1.- Método de fabricación de un cátodo de suministro que comprende un cuerpo de tungsteno sinterizado poroso impregnado con un aluminato, caracterizado porque los constituyentes requeridos para la formación del aluminato son obtenidos por co-precipitación y son mezclados homogéneamente con un compuesto soluble que contiene carbono, preferiblemente azúcar, y un ligante, mezcla que es puesta en contacto con las superficies de los cuerpos porosos que deben ser impregnados en la forma de una capa, después de lo cual estos cuerpos y esta capa son calentados juntos en una atmósfera de hidrógeno a una temperatura elevada tal y durante un tiempo tan largo que los carbonatos son completamente disociados y los gases desarrollados son eliminados, siendo luego gradualmente aumentada la temperatura hasta aproximadamente 1400°C a fin de acelerar la formación de los aluminatos y reducir cualesquier óxidos de tungsteno producidos en el cuerpo poroso, sin fusión de uno de los constituyentes, después de lo cual la temperatura es aumentada por encima de 1600°C de modo que el aluminato funde y es absorbido en el cuerpo poroso siendo luego enfriados estos cuerpos y retirados del horno.

2.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla co-precipitada de consti-

28 JUN



tuyentes requeridos para la formación del aluminato consis-
te en 5BaCO_3 , 3CaCO_3 y $2\text{Al}_2\text{O}_3$, a la que se agrega 3% en
peso de azúcar.

3.- Método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2,
caracterizado porque el sustrato y los cuerpos porosos
son hechos pasar por medio de un dispositivo transporta-
dor, a través de un horno y son calentados en el mismo,
sucesivamente, a las temperaturas deseadas en una atmós-
fera de hidrógeno.

4.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1,
2 ó 3, caracterizado porque una suspensión de la mezcla
de constituyentes es directamente aplicado a las super-
ficies de los cuerpos que deben ser impregnados por
ejemplo por pulverización.

5.- Método de fabricación de un cátodo de suminis-
tro.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antece-
de, representado en los dibujos que se acompañan, y con
los fines que se han especificado.

Esta memoria consta de nueve hojas, escritas a má-
quina por una sola cara.

Madrid,

28 JUN 1960

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Fecar

342406

342406

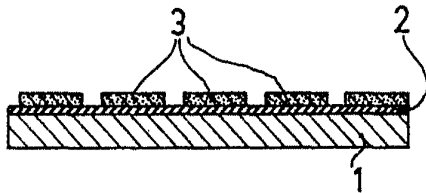


FIG. 1

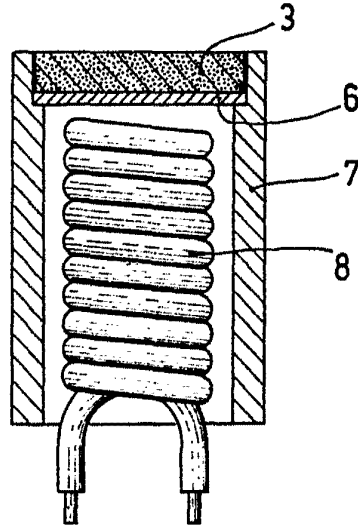


FIG. 3

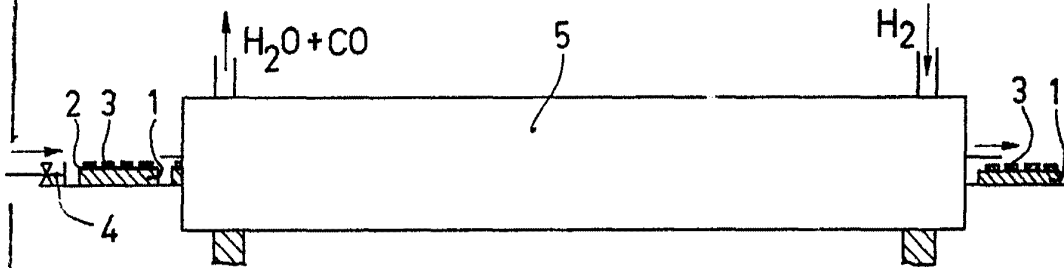


FIG. 2a

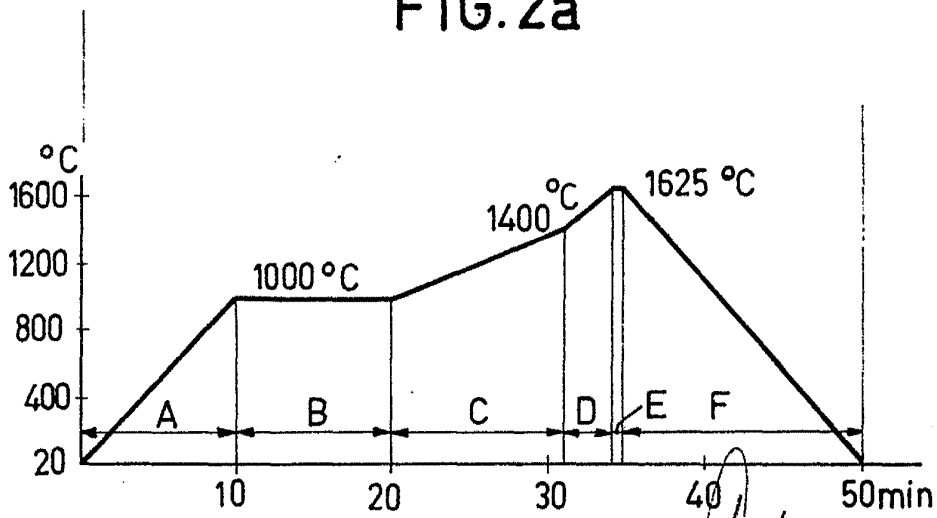


FIG. 2b

ALBERT G. E. J. J. VAN
DE WEGE