



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243415

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

H 01 J 9/02

(22) Přihlášeno 20 12 84
(21) PV 10096-84

(40) Zveřejněno 31 08 85

(45) Vydáno 14 08 87

(75)

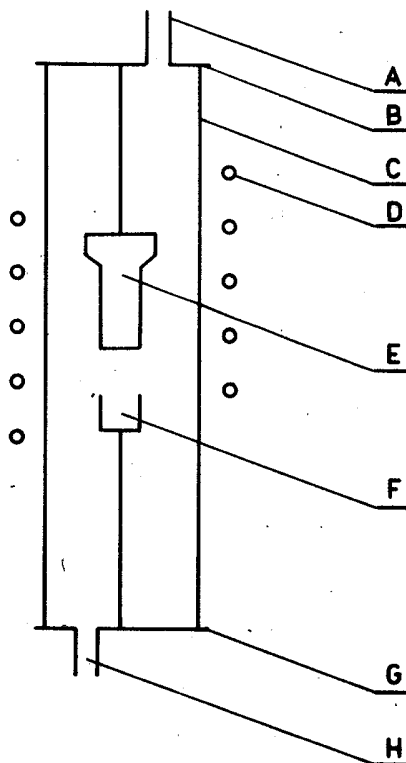
Autor vynálezu

SCHNEIDER PETR RNDr., PRAHA

(54) Způsob impregnace katody

Způsob se týká přímé impregnace katody ze semonosného pyrolytického grafitu thoriem. Impregnace se provádí současně s nerůstající vrstvou pyrolytického grafitu, takže thorium je rozptýleno v celé jeho tvořící se hmotě. Princip impregnace je následující: V reakční trubici z křemenného skla je umístěna vhodná grafitová forma, určená pro usazování vrstvy z pyrolytického grafitu. Forma je vyhřívána vř. cívkou vně trubice. K hornímu těsnicímu víku na trubici je připojena rotační vývěva, která udržuje snížený tlak po dobu tvorby a usazování pyrografitové vrstvy, vznikající z uhlovodíkové atmosféry, přiváděné jehlovým ventilem dolním těsnicím víkem. Empiricky se vř. cívka nastaví tak, aby částečně svou dolní částí ohřívala i elektricky vodivý kelímk, umístěný pod grafitovou formou s obsahem halogenidu thorie.

Vlastní tvorba pyrografitové vrstvy probíhá při teplotě 1 900 - 2 300 °C; bublina u halogenidu thorie probíhá při 900 - 1 200 °C. Sublimující halogenid je unášen ve směru čerpání na žhavenou formu, kde se rozloží. Kovové atomy thorie tak postupně impregnují tvořící se vrstvu pyrolytického grafitu.



Vynález se týká způsobu impregnace katody ze samonosného pyrolytického grafitu thoriem.

Je znám způsob výroby samonosných mřížek z pyrolytického grafitu pro výkonové elektronky při němž se obvykle postupuje tak, že na vhodně tvarovanou a žhavenou podložku z grafitu se nanáší vrstva pyrolytického grafitu rozkladem připouštěné uhlovodíkové atmosféry za sníženého tlaku.

Postupně narůstající vrstva věrně kopíruje tvar podložky. Z podložky se pak vrstva stáhne ve formě tvarované skořepiny, a dále mechanicky opravuje do finální podoby.

V případě, že takto vyrobená elektroda má plnit funkci katody je nezbytné, aby vytvořená vrstva pyrolytického grafitu byla impregnována thoriem jako emisním činitelem, a to v celé hmotě, jako u klasické kovové katody z thoriovaného wolframu.

Existují metody, které umožňují katodu z pyrolytického grafitu aktivovat thoriem jen na jejím povrchu. Provádí se to až na hotové pyrografitové katodě dodatečným procesem a to například kataforetickým nanášením thoria, napařováním ve vakuu, nebo pomocí elektronového paprsku.

Tím ovšem není splněna zásadní podmínka zásobníkové dlouhoživotnostní katody, kde atomy thoria jsou rozloženy v celé hmotě, jako je tomu u již zmíněné katody z thoriovaného wolframu. Dalším nedostatkem této katody je nebezpečí přímého styku operátora s radioaktivním thoriem.

Jiný způsob vyvinutý pro jiné účely, pro tepelnou izolaci materiálů, sice popisuje tvorbu slitin boru a některých specificky jmenovaných kovů s pyrolytickým grafitem, nikoli však slitina s thoriem. Mimo toho popisovaný způsob vyžaduje přídavného komplikovaného zařízení.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob impregnace katody z pyrolytického grafitu, kdy na vyhřívanou grafitovou formu indukčním ohřevem se nanáší v trubici z křemenného skla vrstva pyrolytického grafitu rozkladem uhlovodíku, který je přiváděn spodní částí trubice za sníženého tlaku, dosahovaného rotační vývěvou, která je připojena na horní částí trubice.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že elektricky vodivý kelímek s obsahem halogenidu thoria, umístěný pod grafitovou formou určenou pro nanášení pyrolytického grafitu, se ohřívá částí indukční cívky, která slouží pro vlastní vyhřátí této formy, v rozmezí teplot 900 - 1 200 °C za stálého přívodu par uhlovodíku po dobu 30 min. - 6 hod.

Výhody řešení podle vynálezu spočívají v možnosti impregnace katody z pyrolytického grafitu v celé její hmotě. Přitom vzniká v jednom pracovním cyklu jak vrstva pyrolytického grafitu, tak i jeho impregnace thoriem v celé hmotě vytvářené katody. Navíc je přitom vyloučeno nebezpečí přímého styku operátora s radioaktivním thoriem.

Způsob impregnace katody vakuové elektronky podle vynálezu bude následovně blíže popsán v příkladovém provedení s pomocí připojeného vyobrazení schematicky znázorňujícího princip impregnace thoriem.

Výchozí substancí pro impregnaci je halogenidová sůl thoria, například chlorid. Tato krystalická sůl sublimuje za normálního tlaku při 750 °C a rozkládá se ve své prvky při 1 100 °C. Chlorid thoričitý lze snadno vyrobit jednou ze známých metod, například vedením par tetrachloridu uhlíčitého přes zehřátý kysličník thoričitý na 500 °C dle rovnice

$$\text{CCl}_4 + \text{ThO}_2 \rightarrow \text{ThCl}_4 + \text{CO}_2$$

Bílý krystalický chlorid thoričitý se chrání před hydrolýzou převratvením těkavým sa-

motuhnoucím organickým nevodivým pojídkem, což současně umožní snadné skladování a dávkování. Jako pojídla je možno použít například polystyrenu rozpuštěného v toluenu nebo roztoku nitrocelulose v amylacetátu. Tímto způsobem si můžeme připravit impregnační substanci ve formě pastilek.

Princip impregnace thoriem současně se tvořící vrstvy pyrolytického grafitu vyplývá z výkresu.

Vhodně tvarovaná vyleštěná podložka z grafitu je zavěšena ve vertikální trubce z průhledného křemenného skla. Vyhřívání podložky na teplotu 1 900 - 2 300 °C se provádí Vf cívkou. Horní vakuové těsnicí víko je opatřeno přívodem k rotační vývěvě; dolním víkem je přiváděno měřené množství plynného uhlovodíku přes jehlový ventil.

Při této vlastní pyrolýze dochází k postupné tvorbě a usazování vrstvy pyrolytického grafitu na podložce. Pod podložkou je zavěšen v určité vzdálenosti elektricky vodivý kelímek, například z grafitu, ve kterém je vložen halogenid thoria, například ve formě impregnační pastilky chloridu thořičitého.

Empiricky volenou délkou Vf cívky je možno dosáhnout jak vhodné teploty grafitové formy pro pyrolytické usazování grafitu t. j. 1 500 - 2 300 °C, tak i rozkladné teploty impregnační substance, například 1 100 °C.

Při jednom takto řízeném cyklu dochází k následujícím procesům:

- a) pyrolytickému rozkladu uhlovodíku a tvorbě vrstvy pyrolytického grafitu na grafitové podložce
- b) rozklad organického pojídla impregnační pastilky
- c) sublimace a rozklad chloridu thořičitého na thorium a chlor
- d) impregnace narůstající vrstvy pyrografitu thoriem
- e) tvorba karbidu thoria jako následek vysokoteplotní reakce mezi vytvářeným a usazovaným pyrouhlíkem a thoriem.

Posledně jmenovaná reakce e) je v plné shodě s funkční podmínkou klasické kovové katody z thoriovaného wolframu, která musí být v poslední fázi výroby navíc ještě karbidovaná za vysoké teploty v uhlovodíkové atmosféře za účelem vytvoření karbidu thoria.

Praktický příklad:

Pyrolýza butanu pro vytváření vrstvy pyrolytického grafitu o tloušťce 1 mm na grafitovém podkladu se provádí při 2 000 °C při sníženém tlaku 5 - 15 Pa za použití rotační vývěvy. Tlak par připouštěného butanu je 90 Pa.

Pyrolýza se provádí 4 hod. Mám-li mít výrobek z pyrolytického grafitu, stažený ve formě skořepiny z podložky váhu 5 g, použije se pro impregnaci 0,5 čistého chloridu thořičitého. Tím se získá katoda z pyrolytického grafitu impregnovaná 1 - 2 hmotnostních % thoria.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob impregnace ketody z pyrolytického grafitu, kdy se na indukčním ohřevem vyhřívanou grafitovou formu nanáší v trubici z křemenného skla vrstvy pyrolytického grafitu z uhlovodíkové atmosféry přiváděné spodní částí trubice za sníženého tlaku získaného rotační vývěvou připojenou na horní část trubice, vyznačený tím, že odpařovací vodivý kelímk (F) s obsahem halogenidu thoria, umístěný pod grafitovou formou (E) pro nanášení pyrolytického grafitu, při teplotách 1 500 - 2 300 °C se ohřívá částí indukční cívky (D) určené pro vyhřívání formy pro nanášení vrstvy pyrolytického grafitu, v rozmezí 900 - 1 200 °C za stálého přívodu par uhlovodíku při sníženém tlaku po dobu 30 min. - 6 hod.

1 výkres

243415

