



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 13.VI.1967 (P 121 118)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 31.III.1969

Kl. 21 g, 13/31

MKP H 01 j 7/18

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Konstanty Nesteruk, inż. Halina Strojewska

Właściciel patentu: Przemysłowy Instytut Elektroniki, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania getteru nierozpylanego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania getteru nierozpylanego, stosowanego do poprawienia stanu próżni w lampach elektronowych lub w innych urządzeniach próżniowych.

Spośród wielu substancji aktywnych do wytwarzania getterów nierozpylanych stosuje się mieszaniny różnych pierwiastków jak na przykład tytanu z cyrkonem, wolframu z cyrkonem, cyrkonu z hafnem i inne lub związki międzymetaliczne niektórych tych pierwiastków przeważnie z aluminium.

Substancje te po odpowiednim procesie technologicznym stosuje się w formie pokryw getterujących nakładanych na elementy lampy lub wprasowuje się w pojemniki i poddaje się aktywacji przez podgrzanie w wysokiej próżni do określonej temperatury, przy czym ich własności sorpcyjne w znacznym stopniu zależą od temperatury aktywacji. Po aktywacji znane substancje wykazują dostateczne szybkości pochłaniania gazów w temperaturach rzędu 300°C lub wyższych.

Podobne własności mają stosowane również do wytwarzania getterów nierozpylanych stopy toru z aluminium i pierwiastkami ziem rzadkich, jak na przykład z cerem i lantanem. W niektórych przypadkach do wytwarzania takich getterów używanych w postaci pokryw detali lampowych stosuje się niewielkie dodatki tytanu, nie przekraczające 5%, które nieznacznie obniżają temperaturę pracy i temperaturę aktywacji.

2

Gettery na bazie stopów toru z aluminium i pierwiastkami ziem rzadkich wytwarza się w ten sposób, że mieszaninę sproszkowanego stopu ceru z aluminium lub ceru i lantanu z aluminium w stosunku wagowym 20% stopu i 80% toru prasuje się i spieka w próżni w temperaturze około 1000°C, po czym ponownie rozdrabnia się, miesza się z lepikiem i nanosi na detale lampowe w postaci pasty lub też bez dodatku lepiku wprasowuje się w metalowe pojemniki.

Substancje aktywne wykonane w ten sposób wykazują dostateczne własności getterujące w temperaturze powyżej 300°C.

Celem wynalazku jest uzyskanie substancji aktywnej, która zastosowana w postaci pasty lub wprasowana do metalowych pojemników pozwala na osiągnięcie dostatecznych szybkości pochłaniania gazów w temperaturach zbliżonych do pokojowej, a przy tym w odróżnieniu od znanych substancji może być aktywowana w szerokim zakresie temperatur.

Cel ten według wynalazku osiągnięto w ten sposób, że sproszkowane składniki miesza się w stosunku wagowym około 20% stopu ceru z aluminium, około 65% toru i około 15% wodoru tytanu.

Tak przygotowaną mieszaninę prasuje się pod ciśnieniem około 2000 KG/cm², po czym spieka się w temperaturze około 900°C w próżni lub w

atmosferze gazu ochronnego w czasie około 1 godziny.

Otrzymany spiek po rozdrobnieniu stanowi substancję getterującą, którą można umieścić wewnątrz lampy jednym ze znanych sposobów, na przykład można ją wymieszać z lepikiem i w postaci pasty nanieść na detale lampowe albo wymieszać z proszkiem metalu ułatwiającego prasowanie, na przykład z proszkiem niklu, tytanu, cyrkonu, żelaza lub hafnu, najlepiej w stosunku wagowym około 80% rozdrobnionego spieku i około 20% proszku metalu ułatwiającego prasowanie, i wprasować w pojemniki getteru.

*Niezależnie od sposobu umieszczenia substancji wewnątrz lampy, w celu reaktywowania własności sorpcyjnych poddaje się tę substancję aktywacji wewnątrz lampy w wysokiej próżni w czasie od 20 do 30 sek w dowolnie wybranej temperaturze w granicach od 650°C do 1100°C, po czym substancja ta wykazuje dostateczne własności pochłaniania gazów już w temperaturze zbliżonej do pokojowej, a poza tym szybkość pochłaniania bardzo nieznacznie zależy od wybranej temperatury aktywacji we wskazanym przedziale.

Jak wykazały badania, zamiast sproszkowanego stopu ceru z aluminium do sporządzenia mieszaniny można użyć rozdrobnionego stopu ceru i lantanu z aluminium i zmieszać go z pozostałymi składnikami w tych samych stosunkach wagowych, a poza tym zarówno w przypadku użycia sproszkowanego stopu ceru z aluminium, jak i w przypadku użycia sproszkowanego stopu ceru i lantanu z aluminium do sporządzenia mieszaniny zamiast sproszkowanego wodorku tytanu można użyć sproszkowanego wodorku cyrkonu lub hafnu albo czystego sproszkowanego tytanu, cyrkonu lub hafnu w tym samym stosunku wagowym, wynoszącym 15%, przy czym cały proces otrzymywania getteru wykonuje się tak samo jak w przypadku użycia wodorku tytanu.

Uzyskany w ten sposób getter wykazuje maksymalne własności sorpcyjne po aktywacji w temperaturze wybranej w szerokich granicach, od 650°C do 1100°C, po czym już w temperaturze zbliżonej do temperatury pokojowej ma wystarczającą szybkość pochłaniania. W wyższej temperaturze, na przykład w temperaturze około 300°C, ma znacznie lepsze własności getterujące niż znane substancje aktywne, wymagające przy tym aktywacji w wąskim zakresie temperatury, na przykład około 1000°C. Niższa temperatura aktywacji getteru według wynalazku umożliwia stosowanie go w wielu typach lamp elektronowych bez obawy ujemnego wpływu procesu aktywacji na detale lampowe.

Sposób postępowania według wynalazku objaśniono na następujących przykładach:

Przykład I. Rozdrobniony stop ceru z aluminium o składzie około 72% ceru i około 28% aluminium miesza się ze sproszkowanym wodorkiem tytanu i ze sproszkowanym torem uprzednio odgazowanym w próżni, w następującym stosunku wagowym: stop ceru z aluminium 20%, wodorek tytanu 15%, tor 65% a następnie tak otrzymaną mieszaninę prasuje się pod ciśnieniem 2000 KG/cm²

po czym spieka się w temperaturze 900°C w próżni lub w atmosferze gazu ochronnego w czasie 1 godziny, otrzymany spiek rozdrabnia się i miesza się z proszkiem niklu, w stosunku wagowym 80% rozdrobnionego spieku i 20% proszku niklu po czym wprasowuje się do pojemników getteru, które umieszcza się wewnątrz balonu lampy.

Po uzyskaniu wysokiej próżni wewnątrz balonu lampy, substancję getterującą poddaje się aktywacji w czasie 20 sekund przez rozgrzanie pojemnika do temperatury 1100°C, po czym substancja ta wykazuje dostateczne własności pochłaniania gazów w temperaturze 40°C.

Przykład II. Rozdrobniony stop ceru i lantanu z aluminium o składzie około 48% ceru, 29% lantanu i około 28% aluminium miesza się ze sproszkowanym wodorkiem cyrkonu i ze sproszkowanym torem uprzednio odgazowanym w próżni w następującym stosunku wagowym stop ceru i lantanu z aluminium 20%, wodorek cyrkonu 15%, tor 65% a następnie tak otrzymaną mieszaninę prasuje się pod ciśnieniem 2000 kG/cm² po czym spieka się w temperaturze 900°C w próżni lub w atmosferze gazu ochronnego w czasie 1 godziny, otrzymany spiek rozdrabnia się i miesza się z lepikiem i w postaci pasty nanosi się na detale lampowe, które umieszcza się wewnątrz balonu lampy.

Po uzyskaniu wysokiej próżni wewnątrz balonu lampy substancję getterującą poddaje się aktywacji w czasie 30 sekund przez rozgrzanie do temperatury 650°C, po czym substancja ta wykazuje dostateczne własności pochłaniania gazów w temperaturze 40°C.

Przykład III. Rozdrobniony stop ceru z aluminium o składzie jak w przykładzie 1, miesza się ze sproszkowanym wodorkiem hafnu i ze sproszkowanym torem uprzednio odgazowanym w próżni w następującym stosunku wagowym: stop ceru z aluminium 20%, wodorek hafnu 15%, tor 65% a następnie tak otrzymaną mieszaninę prasuje się pod ciśnieniem 2000 kG/cm², po czym spieka się w temperaturze 900°C w próżni lub w atmosferze gazu ochronnego w czasie 1 godziny, otrzymany spiek rozdrabnia się i miesza się z proszkiem tytanu w stosunku wagowym 80% rozdrobnionego spieku i 20% proszku tytanu po czym wprasowuje się do pojemników getteru, które umieszcza się wewnątrz balonu lampy.

Po uzyskaniu dostatecznej próżni wewnątrz lampy, substancję getterującą poddaje się aktywacji w czasie 25 sekund przez rozgrzanie pojemnika do temperatury 900°C, po czym substancja ta wykazuje dostateczne własności pochłaniania gazów w temperaturze 40°C.

Przykład IV. Rozdrobniony stop ceru z aluminium, o składzie jak w przykładzie 1, miesza się ze sproszkowanym tytanem i ze sproszkowanym torem uprzednio odgazowanym w próżni w następującym stosunku wagowym: stop ceru z aluminium 20%, tytan 15%, tor 65%, a następnie tak otrzymaną mieszaninę prasuje się pod ciśnieniem 2000 kG/cm² po czym spieka się w temperaturze 900°C w próżni lub w atmosferze gazu ochronnego w czasie 1 godziny, otrzymany spiek rozdrab-

nia się i miesza się z lepikiem i w postaci pasty nanosi się na detale lampowe, które umieszcza się wewnątrz balonu lampy.

Po uzyskaniu wysokiej próżni wewnątrz balonu lampy substancję getterującą poddaje się aktywizacji w czasie 20 sekund przez rozgrzanie do temperatury 700°C, po czym substancja ta wykazuje dostateczne własności pochłaniania gazów w temperaturze 40°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania getteru nierozpylanego z mieszaniny sproszkowanego stopu ceru i lantanu z aluminium ze sproszkowanym torem i wodorkiem tytanu **znamienny tym**, że sproszkowane składniki miesza się w stosunku wagowym około 20% stopu ceru i lantanu z aluminium, około 65% toru i około 15% wodorku tytanu, a po wymieszaniu prasuje się pod ciśnieniem około 2000 kG/cm² po czym spieka się w temperaturze około 900°C w próżni lub w atmosferze gazu ochronnego w czasie około 1 godz. a następnie otrzymany spiek rozdrabnia się albo miesza się z lepikiem i w

postaci pasty nanosi się na detale lampowe albo rozdrabniony spiek miesza się z odgazowanym proszkiem metalu ułatwiającego prasowanie, korzystnie z proszkiem niklu, tytanu, cyrkonu, żelaza lub hafnu w stosunku wagowym około 80% spieku i około 20% proszku metalu ułatwiającego prasowanie i wprasowuje się w pojemniki getteru, które umieszcza się wewnątrz balonu lampy.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do sporządzenia mieszaniny, w miejsce sproszkowanego stopu ceru i lantanu z aluminium stosuje się w tym samym stosunku wagowym, sproszkowany stop ceru z aluminium.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2 **znamienny tym**, że zarówno w przypadku użycia sproszkowanego stopu ceru i lantanu z aluminium jak i w przypadku użycia sproszkowanego stopu ceru z aluminium, do sporządzenia mieszaniny w miejsce sproszkowanego wodorku tytanu stosowanego w stosunku wagowym około 15% stosuje się sproszkowany wodorek cyrkonu lub hafnu albo czysty sproszkowany tytan, cyrkon lub hafn w tym samym stosunku wagowym.