



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105359248 B

(45)授权公告日 2017.07.07

(21)申请号 201480037424.3

(22)申请日 2014.07.02

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105359248 A

(43)申请公布日 2016.02.24

(30)优先权数据

MI2013A001171 2013.07.11 IT

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.12.29

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/IB2014/062788 2014.07.02

(87)PCT国际申请的公布数据

W02015/004574 EN 2015.01.15

(73)专利权人 工程吸气公司

地址 意大利米兰

(72)发明人 迭戈·迪詹彼得罗

安东尼奥·博努奇 詹尼·圣泰拉

(74)专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

代理人 蔡胜有 苏虹

(51)Int.Cl.

H01J 9/12(2006.01)

G23C 14/00(2006.01)

H01J 9/395(2006.01)

(56)对比文件

CN 1026040 C, 1994.09.28,

CN 102138197 A, 2011.07.27,

CN 102473566 A, 2012.05.23,

US 3598384 A, 1971.08.10,

EP 1967605 A1, 2008.09.10,

US 3636302 A, 1972.01.18,

US 4112290 A, 1978.09.05,

CN 1981066 A, 2007.06.13,

审查员 黄宇

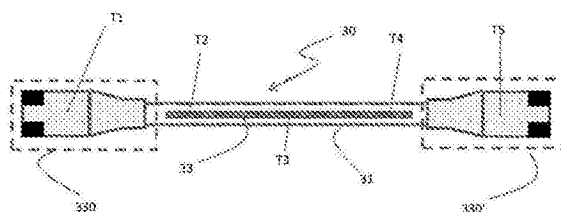
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

改进的金属蒸气给料器

(57)摘要

本发明涉及加热的金属蒸气给料器,具体涉及碱金属蒸气给料器,所述金属蒸气给料器包括包含金属释放材料的丝状元件和固定在丝状元件的端部的两个端子。根据本发明的金属蒸气给料器的特征是对所释放金属蒸气的速率和再现性的改进的控制。



1. 一种金属蒸气给料器(30), 包括含金属释放材料的丝状元件(31), 所述丝状元件(31)在其长度的至少80%上具有孔(33), 所述给料器(30)还包括布置在所述丝状元件(31)的端部的两个端子(110;120;130;140;150;330,330'), 其中所述丝状元件(31)具有电阻 R_w 和表面积 S_w , 并且其中所述两个端子(110;120;130;140;150;330,330')具有总电阻 R_t 和总表面积 S_t , 所述金属蒸气给料器(30)的特征在于所述丝状元件的电阻 R_w 和表面积 S_w 与所述两个端子的总电阻 R_t 和总表面积 S_t 之间的如下关系:

$$(R_t/S_t) / (R_w/S_w) < 0.7$$

其中, 所述总表面积 S_t 为切去操作之后保留的端子的主要部分的上面和下面的部分的表面积的两倍加上端子的连接部的表面积,

并且其中所述两个端子的总表面积 S_t 等于或大于 72mm^2 。

2. 根据权利要求1所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述丝状元件的电阻 R_w 和表面积 S_w 与所述两个端子的总电阻 R_t 和总表面积 S_t 之间的关系是: $(R_t/S_t) / (R_w/S_w) < 0.65$ 。

3. 根据前述权利要求中的任一项所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述两个端子的总表面积 S_t 等于或小于 5cm^2 。

4. 根据权利要求1或2所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述丝状元件(31)的长宽比在10与1000之间。

5. 根据权利要求1或2所述的金属蒸气给料器(30), 其中形成在所述丝状元件(31)中的孔(33)的宽度为 0.03mm 至 0.4mm 。

6. 根据权利要求1或2所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述两个端子(110;120;130;140;150;330;330')具有主要部分(111;121;131;141;151), 在所述主要部分中形成有一个或更多个切去部(112;122,122';132,132';142,142';152,152')。

7. 根据权利要求6所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述切去部(112;122,122';132,132';142,142';152,152')的表面积占所述两个端子的所述主要部分(111;121;131;141;151)的表面积的5%至90%。

8. 根据权利要求1或2所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述两个端子(110;120;130;140;150;330,330')由镍合金、镀镍金属、钢制成。

9. 根据权利要求1或2所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述金属释放材料为碱金属。

10. 根据权利要求1或2所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述金属释放材料在锂与铯之间选择。

11. 根据权利要求9所述的金属蒸气给料器(30), 包括碱金属的钼酸盐、钨酸盐、铌酸盐、钽酸盐、硅酸盐、锆酸盐、铬酸盐、高锰酸盐、钛酸盐中的至少之一作为金属释放材料, 以及还原剂。

12. 根据权利要求11所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述还原剂包括以下中的一种或更多种: 钛、锆、以及包括钛和/或锆和一种或更多种过渡元素的合金, 其中钛和/或锆占所述合金的至少20wt%。

13. 根据权利要求1或2所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述金属释放材料为粉末形式。

14. 根据权利要求13所述的金属蒸气给料器(30), 其中所述粉末的颗粒尺寸等于或小于 $1000\mu\text{m}$ 。

改进的金属蒸气给料器

技术领域

[0001] 本发明涉及对加热的金属给料器的改进,具体涉及碱金属蒸气给料器并且更具体涉及丝状型的碱金属蒸气给料器。

[0002] 在下面、用于本发明的目的中,术语给料器、发生器以及源应被认为是等同的并且表示适合于释放金属蒸气的物体、系统和装置。

[0003] 根据本发明的金属蒸气给料器能够改进对其中的金属蒸气的速率和再现性的控制。

背景技术

[0004] 在金属蒸气的使用中,碱金属发挥着日益重要的作用,原因是碱金属被用于在释放量上需要精确剂量和控制的各种高端制造工艺中,特别是锂和铯被用于制造光敏表面(例如图像增强器或光倍增管的光敏表面)的电子领域中。合金或盐形式的锂的另一重要用途是制造电池元件。除此以外,锂被越来越多地用于制造OLED(“有机发光显示器”)。

[0005] 本领域中的大多数开发活动致力于分析用于金属蒸镀的合适的化合物或者使用适合的添加剂来改进其释放特性,通常为产率或释放温度方面。例如,美国专利3,945,949公开了与金或银合金的碱金属的用途。相反,欧洲专利0360316公开了使用“核-壳”方案用于碱金属释放。本发明申请人在美国专利3,579,459公开了使用铬酸铯作为释放化合物,同时本发明申请人在美国专利6,753,648中描述了更加环境友好的铯释放化合物和合适的给料器结构。本发明申请人在美国专利7,625,505中描述了锂释放化合物和合适的给料器结构。

[0006] 本发明申请人所获得的并且其教导通过参引并入本文中,美国专利4,195,891公开了一种标准的碱给料器结构,该结构包含混合有硼或硅的碱金属化合物。

[0007] 以上参考文献无一具体解决在整个给料器的长度上具有均匀的温度分布的问题。

[0008] 本发明申请人在美国专利7,842,194中描述了发放大量碱金属并确保给料器中的均匀温度的问题,该专利教导使用适合的热屏蔽件。

[0009] 对在不采取使用使给料器结构更加复杂、增加其尺寸和成本的另外的构件(如热屏蔽件)的情况下来改进金属蒸气丝状给料器中的温度分布仍然存在需求,其为本发明的一个目的。另外考虑到不同于上述美国专利7,842,194中描述的高负载型给料器,丝状给料器通常一旦耗尽就不可再用,所以该问题甚至更加严重。

发明内容

[0010] 该问题是通过本发明解决的,在本发明的第一方面包括金属蒸气给料器,该金属蒸气给料器包括含金属发放材料的丝状元件,所述丝状元件具有沿其长度的至少80%的隙缝,该金属蒸气给料器还包括布置在丝状元件的端部的两个端子,其中丝状元件的电阻为 R_w 并且表面积为 S_w ,并且其中两个端子的总电阻为 R_t 并且总表面积为 S_t ,所述金属蒸气给料器的特征在于电阻 R_w 、 R_t 和表面积 S_w 、 S_t 具有以下关系:

[0011] $(R_t/St) / (R_w/S_w) < 0.7$

[0012] 并且其中端子的总表面积 S_t 等于或高于 72mm^2 。

[0013] 优选地,端子的总表面积 S_t 不高于 10cm^2 ,并且甚至更优选地等于或小于 5cm^2 。

[0014] 为了清楚起见,端子的用词“总表面积” S_t 表示端子的包括端子面的上表面积和下表面积两者的整个辐射表面积,还考虑了通过其端子被固定至丝状元件的连接部的表面积。

附图说明

[0015] 将在下面的附图的帮助下进一步描述本发明,其中:

[0016] 图1是根据现有技术的半组装金属给料器的顶视图,

[0017] 图2A至图2E示出根据本发明修改的金属给料器端子的顶视图,

[0018] 图3示出根据本发明的金属给料器的顶视图,该图指示了5个温度采样点。

[0019] 在附图中,仅呈现了对于说明本发明绝对必要的元件。此外,在一些情况下改变了尺寸和尺寸比例,以改进附图的可读性。

具体实施方式

[0020] 根据本发明的丝状元件是存在发放孔的元件,该发放孔通常为沿着其长度的大部分(等于或大于80%)延伸的狭缝的形状。该丝状元件被限定为具有至少10的长宽比。通常这样的比例不大于1000。该比例变化是因为根据本发明的金属给料器会在不同的工艺中使用。在需要薄的层或低浓度掺杂的情况下,需要生成少量的金属蒸气,然而在需要金属蒸气沉积的较厚的层的情况下,需要较大(即更长)的丝状给料器。

[0021] 狭缝的宽度通常在 0.03mm 至 0.4mm 之间。

[0022] 端子布置在丝状元件的端部的目的是使得能够安装并且固定金属蒸气给料器,以及通过因电流流过产生的焦耳效应来加热。因此,金属给料器端子还具有电路中的电流端子的功能。

[0023] 本发明人已经发现通过丝状元件的表面积和电阻率与端子的表面积和电阻率之间的适当的关系,可以改进沿着给料器的温度分布,以实现金属蒸气的更加均匀和受控的发放,以及对存在于给料器的丝状元件内部的材料材料的更佳利用。均匀的温度分布改进了发放的金属材料的总产率。

[0024] 具体地,端子的总电阻与总表面积之间的比例 R_t/St 和丝状元件的电阻与表面积之间的比例 R_w/S_w 应满足以下关系:

[0025] $(R_t/St) / (R_w/S_w) < 0.7$

[0026] 并且更优选地:

[0027] $(R_t/St) / (R_w/S_w) < 0.65$

[0028] 标准的金属给料器(具体参照现有技术中已知的碱金属蒸气给料器)的 $(R_t/St) / (R_w/S_w)$ 的比例为0.8。

[0029] 重要的是要强调以上关系指的是根据测量得到的值,原因是元件的电阻可能根据其制造所用材料、其横截面面积以及长度而变化。因此,基于上述关系并且以给定的本体结构、电阻以及表面积开始,本领域的普通技术人员将立即了解如何对将连接至丝状元件的

端子确定尺寸、进行选择 and 验证,以制造根据本发明的给料器。

[0030] 在这点上,还重要的是要强调为了获得根据本发明的给料器,需要对标准给料器做出一些修改。为了这个目的,优选的方案设想改变关系中的 R_t/St 部分,原因是作为用于待蒸镀的金属材料的给料器情况下,较容易对端子进行处理,而不是修改丝状元件的构成特征。

[0031] 即使在原则上通过改变制造丝状给料器的材料的电阻值 R_w ,例如通过使用具有较低电阻的材料或者通过采用具有较薄的壁的丝状元件,可以制造根据本发明的给料器,但是这并非优选的,原因是需要仔细地平衡任何变化,例如丝状元件的壁厚度减少过多会使得其结构更加脆弱并且难以处理。

[0032] 关于比例 R_t/St 的变化,即,在对端子特征进行处理的情况下,可以通过以下方式中的一个或更多个来实现这点:

[0033] R1 选择具有较高电阻率的材料。

[0034] R2 在端子上涂覆以增加其电阻率。

[0035] R3 增加端子的厚度。

[0036] S1 通过对其宽度和/或长度进行处理来减少端子的表面积。

[0037] S2 通过切去标准端子的一个或更多个部分,即,通过使用其形状不是矩形的端子,来减少端子的表面积。在这种情况下,不对端子的将其连接至丝状元件的部分进行切割。

[0038] 方案S2是优选的,原因是其使得能够较容易地将根据本发明的金属给料器集成到已存在的设备和装置中,而无需对其进行任何修改。

[0039] 端子的典型的标准宽度(图1中的 w)为2.7mm,并且通过生产过程与丝状给料器的横截面尺寸密切相关;端子的典型的标准长度(图1中的 l)为9.5mm,其适合于最常见的电连接技术。为了减少端面积,优选的是切去占面积的5%至90%的部分。

[0040] 图1示出根据现有技术的半组装金属蒸气给料器10的顶视图,其中端子100安装在丝状元件11的左端部上。端子100包括:主要部分101,其具有宽度 w 和长度 l ;连接部102,其目的是使得能够将端子插入和固定在丝状元件11上。如图1所示,端子100借助于焊接点12固定在丝状元件11上。连接部可以被定义为端子的其宽度从尺寸 w 向稍大于丝状元件的宽度的尺寸变化的部分。

[0041] 在图2A至图2E中示出了根据本发明制造的经改进的端子。在这些附图中的每一个中,端子110;120;130;140;150中的主要部分111;121;131;141;151中的一个或更多个部分已经被切去。因此,切割之后端子的主要部分的表面积相对于标准端子的表面积减少。在图2A至图2E中,通过黑颜色的实影的方式示出了被切去的部分112;122,122';132,132';142,142';152,152'。端子110;120;130;140;150的连接部通过附图标记113;123;133;143;153表示。

[0042] 如出于本发明的目的已经说明的,重要的是被切去的部分的表面积占端子的主要部分的表面积的5%至90%,以实现参数 St 的期望条件。如之前指出的,总表面积 St 与两个端子的整个辐射表面积对应,即,切去操作之后保留的端子的主要部分的上面和下面的部分的表面积的两倍加上端子的连接部的表面积。

[0043] 用于制造给料器的端子和丝状元件的适合的材料例如镍合金或镀镍金属,其中优

选的是Ni-Cr、Ni-Fe、Fe-Cr合金(如以商标名FeCrAlloy所售的)以及诸如AISI 304L和AISI 316L的钢。用于制造端子和丝状元件的材料可以相同或不同。一旦选择了端子和丝状元件的材料和几何参数,则技术人员容易了解如何实现期望的 $(R_t/St)/(R_w/S_w)$ 比例的范围。

[0044] 根据本发明的给料器优选地通过在300℃与900℃之间的温度下使电流通路通过连接端子来加热。电流通常在2A与10A之间。

[0045] 关于用于发放金属蒸气的适合的材料,可以使用能够在高于300℃(并且优选在350℃与900℃之间)的温度下发放金属的任何合金或混合物。300℃的阈值温度确保在不期望的制造步骤中包含在丝状元件中的金属不被发放,其可能造成金属蒸气形式的材料损失,也潜在地导致安全问题,同时900℃的上阈值确保在不采取过度加热的情况下良好的产率,否则其会需要较大量的电流以及造成通过给料器结构的金属部分释放的气体的增加。

[0046] 在碱金属(如铯或锂)的情况下,优选的是钼酸盐、钨酸盐、铌酸盐、钽酸盐、硅酸盐和锆酸盐,并与还原剂一起使用。在前文引用的专利US 6,753,648和US 7,625,505中描述了这些方案,其教导通过引用并入本文中。其他适合和可用的盐为钛酸盐、铬酸盐、高锰酸盐。如这些专利中公开的,优选的方案是将金属释放化合物的盐与还具有吸气剂功能(即,对不期望气体的吸附功能)的还原元素混合。

[0047] 适合的吸气剂材料例如钛、锆、以及包括钛和/或锆以及一种或更多种过渡元素的合金,其中钛和/或锆占按该合金重量的至少20%。

[0048] 通常,金属释放材料为粉末形状。在丝状元件内部存在不同材料的粉末时,例如在碱金属盐与吸气剂材料共存时,这些粉末通常被混合在一起并且具有受控的颗粒尺寸,例如低于1000 μm 。粉末的颗粒尺寸通常借助于筛选操作来确定。

[0049] 实施例1

[0050] 制造一系列的金属蒸气给料器,这些金属蒸气给料器中的每一个包括丝状元件,该丝状元件包含重量比为1:5的铬酸铯和ST 101吸气剂的混合物。丝状元件的长度为2.5cm,并且包括宽度为1.13mm和长度为2.5cm的狭缝。在所有的给料器样本中端子由Ni-Cr制造并且具有0.0095mm的厚度。端子的表面积 S_t 根据表1中示出的值变化,其中最后一列示出了 $(R_t/St)/(R_w/S_w)$ 比例。相反,端子的连接部的表面积是恒定的并且等于28.7 mm^2 ,这是因为如上所述,没有在其上进行切去操作。

[0051] 在表1中,C1表示根据现有技术制造的金属给料器,并且因此具有在本发明的范围之外的 $(R_t/St)/(R_w/S_w)$ 值,同时样本1至3是根据本发明制造的,并且因此其端子具有相对于C1的端子减小的表面积,这确保了 $(R_t/St)/(R_w/S_w)$ 等于或小于0.7。样本3的端子的特征是相对于标准端子减小的长度和宽度,而样本1和2的端子的特征是如图2C所示的被切去。表1的第二列包括单个端子的上表面积和下表面积的值。因此,在计算中使用的总表面积 S_t 是该值的四倍(两个端子,上表面和下表面)加上用于将端子连接至丝状元件的连接面积。

[0052] 表1

[0053]

样本 ID	减小的端子表面积 (mm ²) 面积 101	面积 St	端子特征	(Rt/St)/(Rw/Sw)
1	22.3	146.6	类型 2C (方案 A2)	0.58
2	21.95	145.2	类型 2C (方案 A2)	0.39
3	19.5	135.4	减小的宽度和长度 (方案 A1)	0.58
C1 (比较)	24.84	156.8	平坦的	0.8

[0054] 实施例2

[0055] 接着利用4.5A的电流供给实施例1中描述的金属蒸气给料器200秒,并且根据图3中所示的方案来测量不同区段中的温度,图3示出了根据本发明的金属给料器330,其包括具有蒸气释放孔或狭缝33的丝状元件31并且具有图2C所示类型的端子330、330'。图3示出了总共5个点/区段T1、T2、T3、T4、T5,其中对温度进行了测量,具体为在端子(点T1、T5)处、在丝状元件靠近端子的部分(点T2、T4)处、以及在丝状元件的中心部分(点T5)处的温度。该测量标准适用于根据实施例1所述制造的所有金属蒸气给料器。表2中示出了测量结果。

[0056] 表2

[0057]

样本ID	T1	T2	T3	T4	T5	ΔT_{max}
1	644	635	637	633	645	12
2	664	660	661	660	663	4
3	645	636	633	635	646	13
C1 (比较)	595	625	631	627	616	36

[0058] 基于表2所述的结果,可以观察到根据本发明的金属蒸气给料器有利地示出并且改进了在其整个长度上的温度均匀性,如通过样本1、2、3相对于比较样本C1的较窄的最大温度差(ΔT_{max})所清楚表示的。这导致更加受控的蒸镀过程和对金属释放化合物的更有效率的利用,这提供了成本优势,以及更加环境友好的生产过程,特别是在碱金属源的情况下。实施例3

[0059] 该实施例示出并且强调了在图2A至图2E以及图3中示出的实施方式中切去的不期望的效果。具体地,通过切去端子的部分能够获得的表面积的减少导致其电阻的较大的变化。这解释了为什么与可以预期的相反,减小Rt/St比例的最容易的方式是减小St值,如表3所示。

[0060] 表3

[0061]

St (mm ²)	(Rt/St) (欧姆/mm ²)
156.8	3.78E-04
146.6	2.93E-04
145.2	1.91E-04

143.8	2.82E-04
-------	----------

[0062] 表3还示出了Rt/St趋势不与总表面积St的减少成正比,因此不与被切去的部分的尺寸成正比,并且即使减少,该趋势也不是可以被提前预见的。

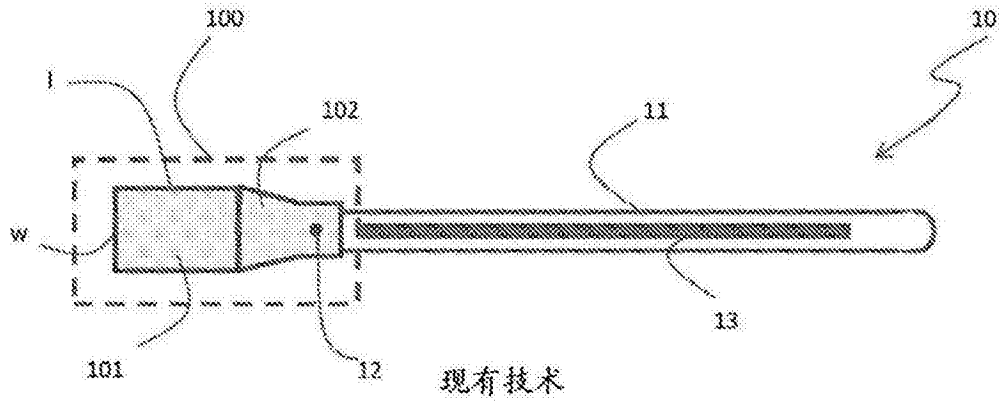


图1

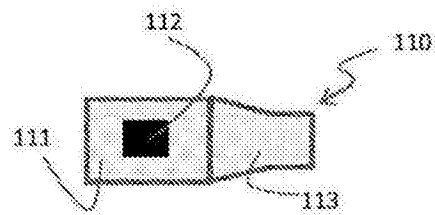


图2A

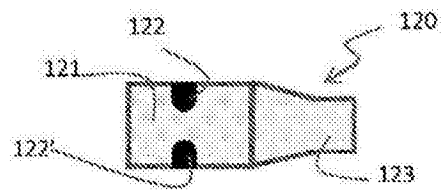


图2B

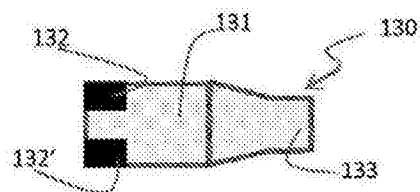


图2C

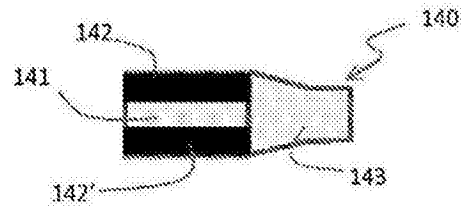


图2D

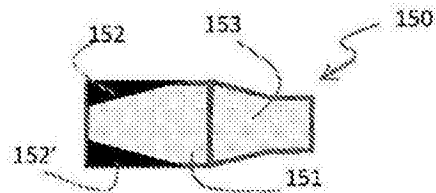


图2E

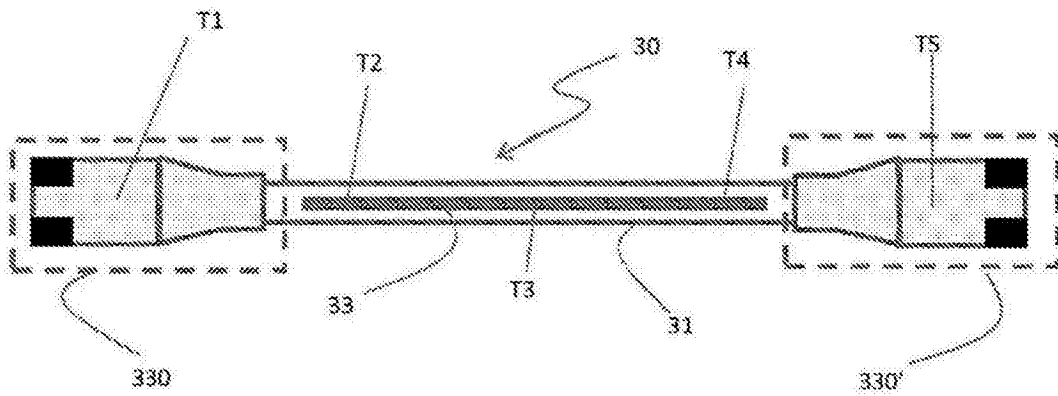


图3