

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49426

Patent dodatkowy
do patentu

KI 21 g, 13/31

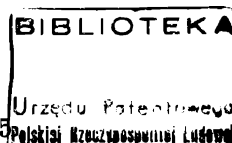
Zgłoszono: 19.XI.1962 (P 100 097)

MKP H 01 j

Pierwszeństwo: 21.XI.1961 Niemiecka
Republika Federalna

UKD

Opublikowano: 15.V.1965



4/18.

Właściciel patentu: N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven
(Holandia)

Pochłaniacz gazu do lamp elektronowych i innych zbiorników próżniowych

1

Wynalazek dotyczy pochłaniacza gazu w lampach elektronowych i w innych zbiornikach próżniowych, który to pochłaniacz jako aktywny metal zawiera cyrkon, hafn, tytan, tor lub jeden z ich stopów. Pod pojęciem pochłaniacza gazu, w ramach tego wynalazku rozumie się zarówno zaktywowany pochłaniacz, jak również pochłaniacz jeszcze niezaktywowany, który zawiera metal wiążący gaz lub wodorek tego metalu w postaci niezaktywowanej, przy czym na powierzchni istnieje warstwa tlenkowa.

Znane są już pochłaniacze gazu, składające się ze sprasowanych pigułek lub tabletek albo ze sprasowanego proszku umieszczonego w odpowiednim zbiorniku. Materiał wyjściowy otrzymuje się przez granulację większych, sprasowanych elementów, które zawierają wodorek metalu wiążącego gaz w postaci ziaren o średnicy mniejszej niż 5 mikronów, zmieszany z ziarnami wolframu o znacznie mniejszej średnicy dla zapobieżenia spiekaniu. Po granulacji materiału do prasowania w elementy pochłaniające gaz, używa się tylko grubszego odsiewu. Drobnny proszek nie nadaje się do bezpośredniej przeróbki w takie elementy.

Dla wielu zastosowań szybkość pochłaniania gazu przez znane pochłaniacze ze sprasowanymi elementami pochłaniającymi gaz, jest zbyt mała, mimo, że ich całkowita zdolność pochłaniania (pojemność) jest dostatecznie duża. Okoliczność ta zmuszała do stosowania wielu pigułek lub tabletek

2

albo większych zbiorników ze sprasowanym materiałem, co z wielu względów było nie do przyjęcia.

W przypadku pochłaniacza gazu w lampach elektronowych i innych zbiornikach próżniowych, który jako aktywny metal zawiera cyrkon, hafn, tytan, tor lub ich stopy w postaci drobnych ziaren zmieszanych z ziarnami metalu przeciwdziałającego spiekaniu, jak na przykład wolfram lub molibden, według wynalazku drobne ziarna pierwotne posiadają możliwie dużą powierzchnię właściwą, przy czym są one zaglomerowane w ziarna wtórne, a te ziarna wtórne posiadają możliwie jednakowe wymiary i są umieszczone we wnętrzu zbiornika perforowanego przynajmniej częściowo, przy czym w zbiorniku tym nie są sprasowywane jednak silnie dociśnięte.

W pochłaniaczu według wynalazku uzyskuje się układ, w którym wielką powierzchnię właściwą ziaren pierwotnych uzyskuje się przez małe mikropory w ziarnach wtórnych. Ziarna wtórne uzyskuje się przez makropory między tymi ziarnami. Przy takim tworze uzyskuje się prędkość pochłaniania gazu większą o co najmniej jeden rząd wielkości w porównaniu do znanych układów gdzie ziarna są sprasowane tak, że mikropory prawie nie istnieją.

Przy znanych urządzeniach zawierających sprasowane elementy, działać może jedynie reakcja objętościowa, co zgadza się z panującym dotychczas poglądem na wiązanie gazu. Tego rodzaju reakcja

postępuje bardzo powoli. Przy pochłaniaczu według wynalazku cała jego powierzchnia jest dostępna dla pochłanianego gazu, który jest wiązany w reakcji powierzchniowej. Powierzchnię tą uzyskuje się w pochłaniaczu według wynalazku, przy czym charakteryzuje się ona dyfuzją porów o dużej prędkości, która jest określona przez kombinację mikroporów i makroporów.

Określone eksperymentalnie prędkości dyfuzji zgadzają się z teorią i wynikającymi z niej obliczeniami. W znanych urządzeniach istniejące niekiedy mikropory nie umożliwiają wystarczającej dyfuzji. Przy urządzeniu według wynalazku, dla uzyskania możliwie dużej prędkości pochłaniania gazu, nie można sprasowywać wtórnych ziaren, jednak dopuszczalne jest nadanie zbiornikowi pewnego wstępnego niewielkiego napięcia, aby uzyskać dobrze dociśnięte położenie ziaren względem siebie.

Według wynalazku, powierzchnia właściwa ziaren materiału wiążącego gaz wynosi 1 do 2 m²/g jednak przy proszku o powierzchni właściwej 25 do 30 m²/g uzyskuje się znacznie lepsze prędkości pochłaniania. Powierzchnia właściwa jest podana dla materiału jeszcze nie zaktywowanego. Na skutek aktywacji następuje zmniejszenie jej około 30%. Ziarna metalu zapobiegającego spiekaniu posiadają w przybliżeniu taką samą powierzchnię właściwą jak ziarna materiału wiążącego, przy czym wagowo oba rodzaje ziaren są w tej samej ilości.

Jeżeli w pochłaniaczu według wynalazku, ziarna wtórne posiadają znacznie większe średnice, to makropory są wprawdzie również większe, ale mikropory, przez które uzyskuje się większą część aktywnej powierzchni ziaren pierwotnych, stają się większe tak, że prędkość pochłaniania gazu zmniejsza się. Dlatego też średnica ziaren wtórnych powinna, leżeć pomiędzy kilkudziesięciu mikronami a kilkoma dziesiętymi milimetra, przy czym stosunek między większymi i mniejszymi średnicami powinien być mniejszy od dwóch. Najkorzystniejsze wymiary znajdują się między stu i dwustu mikronami. Ziarna wtórne można otrzymać przez granulację większych elementów uzyskiwanych przez sprasowanie pod ciśnieniem mniejszym od 5 t/cm² najkorzystniej 1 t/cm².

Pochłaniacz według wynalazku daje w efekcie nie tylko dużą prędkość pochłaniania gazu, lecz również odgazowanie i ulotnienie się wodoru, przy aktywacji, gdy wodorek ulega rozkładowi, jest o wiele słabsze tak, że również przy wyższych temperaturach roboczych nie występuje zauważalne ciśnienie wodoru w przeciwieństwie do znanych urządzeń.

Wynalazek zostanie objaśniony na podstawie rysunku. Na fig. 1, 2 i 3 są przedstawione pochłaniacze do pochłaniania gazu według wynalazku, na fig. 4 położenie ziaren, a na fig. 5 są przedstawione charakterystyki pochłaniania gazu.

Na fig. 1 cyfrą 1 jest oznaczony nikłowy cylinder o średnicy 4 mm i wysokości 4 mm, który z obu końców zamknięty jest gazą ze stali chromoniklowej 2 względnie 3. Gazu ta składa się z przepłatających drutów o średnicy 30 mikronów, przechodzących w odległości 30 mikronów od siebie. Wewnątrz cylindra 1 znajdują się ziarna wtórne 4 uży-

skane przez odsiewanie i posiadające średnice zawarte między 100 a 200 mikronami, a otrzymywane w następujący sposób.

Proszek wodorko-cytrkonowy o powierzchni właściwej 20 — 30 m²/g miesza się z proszkiem wolframowym o zbliżonej powierzchni właściwej, w stosunku wagowym 60:40. Całość zostaje sprasowana pod ciśnieniem 1 t/cm² a następnie zgranulowana. Z tej granulacji pobiera się jedynie podany wyżej odsiew.

Na fig. 2 te same ziarna wtórne 4 są ujęte między dwie siatki druciane 5 i 6 zespawane na brzegu 7, przez co uzyskuje się lepszy dostęp do ziaren. Aby przy aktywacji uzyskać lepszą możliwość podgrzewania, wewnątrz zbiornika znajduje się pierścień nikłowy 8, który rozgrzewa się pod wpływem prądów wirowych. Używane są w tym celu również wkładki blaszane.

Na fig. 3 jest przedstawiony przekrój prostopadły do osi pochłaniacza składającego się z dwóch pierścieni 9 i 10, wykonanych z opisanej wyżej gazy, o średnicy 22 mm i wysokości 12 mm. Oba te pierścienie są zespawane u góry i u dołu, a oprócz tego przez osiem równoległych do osi spawów tworzą osiem kieszeni, w których znajdują się ziarna 4.

Na fig. 4, ziarna wtórne 4 są ukazane w powiększeniu względem fig. 1. Ziarna pierwotne wodorku cyrkonu są oznaczone cyfrą 12 a ziarna pierwotne wolframu cyfrą 13. Pomimo, że figura nie przedstawia realnych stosunków, to jednak łatwo zauważyć, że mikropory 14 są znacznie mniejsze niż makropory 15.

Na fig. 5 na osi odciętych zaznaczone są pochłonięte ilości gazu w torach razy litry, a na osi rzędnych prędkości pochłaniania gazu w litrach na sekundę. Wszystkie pomiary zostały wykonane za pomocą tlenku węgla jako gazu próbnego, ponieważ gaz ten stanowi największą część resztek gazowych w lampach elektronowych, a poza tym jest niezbyt szkodliwy. Krzywa I odnosi się do pochłaniacza według fig. 1, przy czym wypełnienie wynosiło 50 mg ziaren. Krzywa II odnosi się do pochłaniacza według fig. 2, przy czym zasobnik z gazy miał średnicę około 14 mm. Z obu krzywych widać, że pochłonięte zostały te same ilości gazu ale dla krzywej II w dużym zakresie wykorzystywania zdolności pochłaniania, prędkość pochłaniania jest większa o jeden rząd wielkości, co można wyjaśnić lepszą dostępnością ziaren wtórnych.

Krzywa II dotyczy tej samej ilości proszku pod względem ciężaru, co przy krzywej I.

Krzywa III odnosi się do dwóch zbiorników według fig. 2, z których każdy jest napełniony 50 mg proszku. Krzywa IV odnosi się do pochłaniania według fig. 3 przy napełnianiu 500 mg proszku. Z tych czterech krzywych widać, że zbliżają się one mniej lub więcej do idealnej krzywej prostokątnej, to znaczy, że idealne urządzenie do pochłaniania gazu zachowuje się tak, że prędkość pochłaniania gazu S pozostaje stała, aż do zupełnego wyczerpania zdolności pochłaniania Q. Wszystkie krzywe odnoszą się do proszku wyjściowego o powierzchni właściwej 25 m²/g. Dla porównania zaznaczona jest również krzywa V odnosząca się do znanego pochłaniacza, przy czym użyto 26 mg tego samego prosz-

ku co dla wyznaczania pozostałych krzywych, w postaci tabletki o średnicy 3,5 mm i o grubości 1 mm, zaprasowanej w metalowej taśmie. Z fig. 5 widać wyraźnie, że różnica w prędkości pochłaniania gazu dla krzywej I i V jest większa niż jeden rząd wielkości, której to różnicy można by oczekiwać ze względu na różnicę w ilości proszku. Największa prędkość pochłaniania jaką można użyć dla układu według krzywej V, wynosi $3 \cdot 10^{-2}$ litrów/sek. przy pochłoniętej ilości $5 \cdot 10^{-5}$ tor. litr.

Zastrzeżenia patentowe

1. Pochłaniacz gazu w lampach elektronowych i w innych zbiornikach próżniowych, jako aktywny metal zawierający cyrkon, hafn, tytan, tor lub ich stopy, w postaci drobnych ziaren zmieszanych z ziarnami metalu zapobiegającego spiekaniu, jak wolfram lub molibden, **znamienny tym**, że ziarna pierwotne posiadają powierzchnię właściwą większą od $1 \text{ m}^2/\text{g}$, wynoszącą 25 do $30 \text{ m}^2/\text{g}$ i zglomerowane są w ziarna wtórne, składające się ze zgranulowanych ziaren pierwotnych, sprasowanych uprzednio pod ciśnieniem mniejszym niż 5 t/cm^2 , w szczególności 1 t/cm^2 , przy czym wszystkie ziarna wtórne posiadają możliwie te same wymiary i są umieszczone w przynajmniej częściowo perforowanym pojemniku, bez sprasowania, jednak ściśle do siebie przylegając.

2. Pochłaniacz gazu według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ziarna metalu zapobiegające spiekaniu, posiadają taką samą powierzchnię właściwą i znajdują się w tym samym stosunku wagowym co ziarna metalu aktywnego.

3. Pochłaniacz gazu według zastrz. 1 lub 2, **znamienny tym**, że średnica ziaren wtórnych znajduje się w przedziale od kilkudziesięciu mikronów do kilku dziesiątych milimetra.

4. Pochłaniacz gazu według zastrz. 1, 2 lub 3, **znamienny tym**, że stosunek między średnicami większymi i mniejszymi ziaren wtórnych jest mniejszy od dwóch.

5. Pochłaniacz gazu według zastrz. 1, 2, 3 lub 4, **znamienny tym**, że średnica ziaren wtórnych znajduje się w przedziale od 100 do 200 mikronów.

6. Pochłaniacz gazu według zastrz. 1, 2, 3, 4, 5 lub 6, **znamienny tym**, że ziarna wtórne są umieszczone wewnątrz blaszanego cylindra zamkniętego z obu stron metalową gazą, który to cylinder wywiera lekkie ciśnienie na te ziarna.

7. Pochłaniacz gazu według zastrz. 1, 2, 3, 4, 5, 6, **znamienny tym**, że ziarna wtórne są umieszczone w torebce z gazy, a wśród tego proszku znajduje się wkład blaszany lub pierścień zwierający.

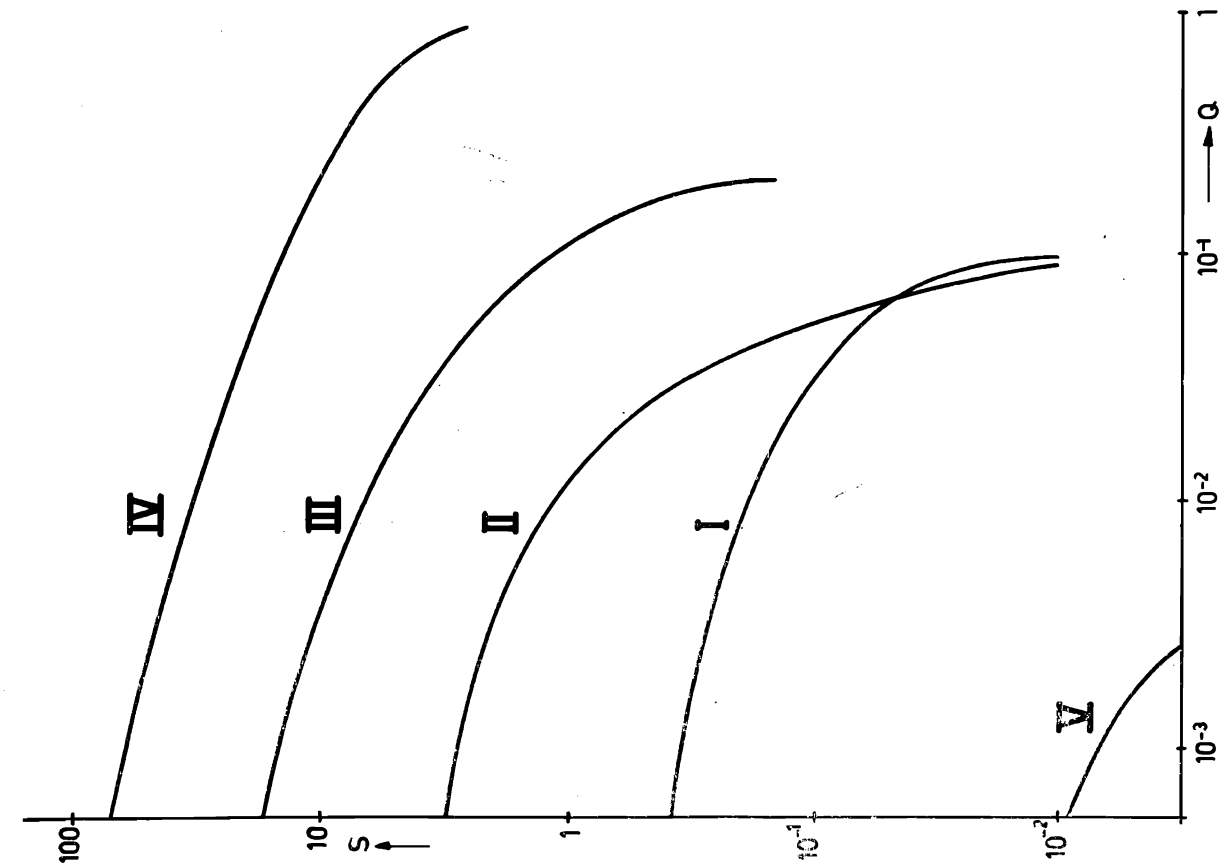


FIG. 5

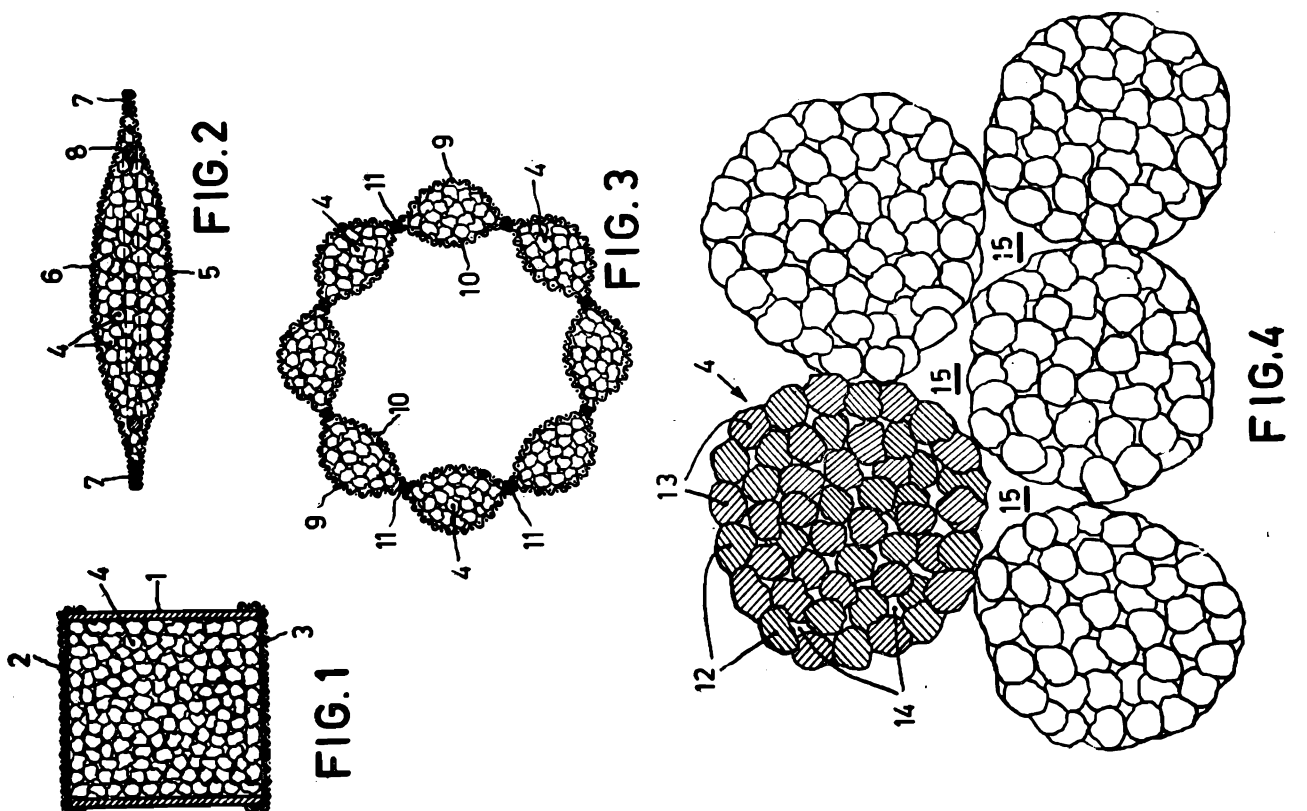


FIG. 1

FIG. 2

FIG. 3

FIG. 4