



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

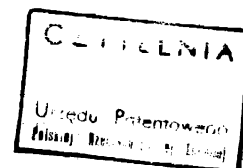
Int. Cl.⁴ H01J 43/04
C08J 7/12

Zgłoszono: 84 01 17 (P. 245789)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 84 11 19

Opis patentowy opublikowano: 1987 03 31



Twórcy wynalazku: Gerard Wiśniewski, Bronisław Jachym

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Gdańska,
Gdańsk (Polska)

Sposób wytwarzania kanałowego, polimerowego powielacza elektronów

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kanałowego, polimerowego powielacza elektronów charakteryzującego się wysokim współczynnikiem emisji wtórnej. Może on znaleźć zastosowanie jako rozdzielacz, detektor cząstek naładowanych w spektroskopii elektronowej oraz badania przestrzeni kosmicznej.

Znany jest z polskiego opisu patentowego nr 134 760 polimerowy, kanałowy powielacz elektronów składający się z warstwy powielającej i nośnej, w którym warstwę nośną stanowi uplastyczniony polimer termoplastyczny a warstwę powielającą stanowi trójskładnikowa kompozycja polimeru, substancji przewodzącej prąd oraz substancji o wysokim współczynniku emisji wtórnej elektronów. Jako substancje stosuje się węgle przewodzące, kompleksy 7,7,8,8 — czterocyjanochinodwumetanu z metalami jedno- lub dwuwartościowymi lub z donorami organicznymi. Natomiast jako substancje o wysokim współczynniku emisji wtórnej stosuje się sproszkowane tlenki metali, chlorowcopochodne metali alkalicznych lub kompleksy 7,7,8,8 — czterocyjanochinodwumetanu antracenu, tetracenu, pirenu.

Celem wynalazku jest sposób wytwarzania powielacza, w którym zastąpiono trójskładnikową kompozycję warstwy powielającej jedno- lub dwuskładnikową kompozycją łatwiejszą do uzyskania i charakteryzującą się lepszymi parametrami przewodnictwa i elektrycznego i jednorodnym w całej warstwie współczynnikiem emisji wtórnej elektronów oraz niższą prężnością par własnych powielacza.

Według wynalazku sposób wytwarzania polimerowego, kanałowego powielacza elektronów, zaopatrzonego na obu końcach w elektrody charakteryzuje się tym, że rurkę z polichlorofluoroetyleny zadaje się kompleksem metali alkalicznych z naftalenem w stosunku 2:1, korzystnie z nadmiarem metalu alkalicznego i pozostawia do całkowitego przereagowania w temperaturze pokojowej. Reakcję prowadzi się w obecności niepolarnego rozpuszczalnika organicznego i w atmosferze beztlenowej. Następnie usuwa się nadmiar reagentów, przemywa się niepolarnym rozpuszczalnikiem organicznym, odgazowuje i suszy. Rurka z tak spreparowaną powierzchnią wewnętrzną, którą stanowi warstwa polichlorofluoroetyleny zredukowanego do fluorowej pochodnej poliacyetyleny, po podłączeniu elektrod stanowi powielacz elektronów charakteryzujący się oporem elektrycznym na poziomie $10^{12}\Omega$. Żeby zwiększyć opór elektryczny powielacza poddaje się wewnętrzną

powierzchnię rurki kompleksowaniu, w atmosferze beztlenowej i w obecności niepolarnego rozpuszczalnika chloroowocopochodnymi węglowodorów aromatycznych lub tlenkami arsenu i galu. Następnie po całkowitym przereagowaniu i usunięciu nadmiaru reagtorów przemywa się, odgazowuje i suszy. Tak uzyskany powielacz charakteryzuje się oporem elektrycznym na poziomie $10^9 \Omega$.

Sposób wytwarzania, polimerowego kanałowego powielacza elektronów ilustrują podane niżej przykłady wykonania:

Przykład I. Przygotowuje się kompleks sodu z naftalenem w stosunku molowym 2:1. W tym celu w 1000 cm^3 czterowodorofuranu rozpuszcza się 1 mol naftalenu a po uzyskaniu klarownego roztworu dodaje się 2 mole sodu. Całość uciera się do zmiany zabarwienia na ciemnozieloną, następnie z roztworu usuwa się powietrze przepuszczając jednocześnie azot w czasie 1 doby w temperaturze pokojowej. Rurkę z policzterofluoroetyleny o grubości ścianki $1 > 10^{-3} \text{ m}$, średnicy wewnętrznej $1,5 > 10^{-3} \text{ m}$ i długości $1 > 10^{-1} \text{ m}$ zamyka się z jednej i drugiej strony korkiem, przy czym jeden z korków przebija się złotą rurką o średnicy wewnętrznej $1 > 10^{-4} \text{ m}$ i zewnętrznej $2 > 10^{-4} \text{ m}$. Po czym do rurki wlewa się otrzymany roztwór aż do całkowitego jej wypełnienia i zamyka korkiem ze złotą rurką. Roztwór kompleksu wypływa przez rurkę aż do całkowitego usunięcia powietrza. Wyjmuje się rurkę z korka a otwór uszczelnia się złotym kołeczkiem, który podgrzewa się do temperatury 633 K i uciska aż do pełnego uszczelnienia. Tak przygotowaną rurkę umieszcza się na obrotowym stoliku i pozostawia na 10 dni.

Następnie usuwa się z rurki roztwór, przemywa się czterowodorofuranem aż do momentu wypływu czystego rozpuszczalnika. Po czym rurkę zanurza się na okres 6 godzin w roztworze cytrynianu sodu w mieszaninie czterowodorofuranu i acetonitrylu w stosunku 1:1 ponownie przepłukuje się rurkę czterowodorofuranem i suszy strumieniem powietrza o temperaturze 373 K. Następnie w celu odgazowania umieszcza się ją w próżni $1 > 10^{-6} \text{ Pa}$ i pogrzewa do temperatury 573 K w czasie 12 godzin, po czym, srebrną pastą epoksydową do obu końców rurki przymocowuje się elektrody w postaci srebrnych drutów. Uzyskuje się polimerowy, kanałowy powielacz elektronów, który przy napięciu 3 KV charakteryzuje się wzmocnieniem 10^8 oraz współczynnikiem szumów własnych $10^{-1}-10^{-2} \text{ csp}$, przy oporności $10^9-10^{12} \Omega$.

Przykład II. postępuje się jak w przykładzie I, z tym, że proces redukcji policzterofluoroetyleny prowadzi się kompleksem litu z naftalenem w czterowodorofuranie i przez okres 5 dni. Po przemyciu i wysuszeniu powierzchni wewnętrznej rurki poddaje się ją ponownemu kompleksowaniu. W tym celu przygotowuje się roztwór przez rozpuszczenie 2 moli fluoroantracenu w 1.000 cm^3 czterowodorofuranu, następnie zanurza się w tym roztworze rurkę na okres 1 dnia. Po wyjęciu i wypłukaniu rurki postępuje się dalej jak w przykładzie I. Uzyskuje się polimerowy, kanałowy powielacz elektronów, który przy napięciu 3 KV charakteryzuje się wzmocnieniem 10^7-10^9 , współczynnikiem szumów własnych $10^{-1}-10^{-2} \text{ cps}$ przy oporności $10^7-10^8 \Omega$.

Przykład III. Przygotowuje się powielacz kanałowy jak w przykładzie I w postaci rurki o średnicy wewnętrznej 10^{-3} m , zewnętrznej $3 > 10^{-3} \text{ m}$ i długości $9 > 10^{-2} \text{ m}$, z przymocowanymi na końcach srebrnymi elektrodami. Powielacz taki charakteryzuje się oporem elektrycznym na poziomie 10^{12} , co zapewnia maksymalną liczbę zliczeń na poziomie 10^3 csp . Po umieszczeniu powielacza w próżni, pod ciśnieniem 10^{-6} Pa wygrzewa się go w temperaturze 600 K przez około 1 godzinę, po czym, próżnię wypełnia się parami As_2O_3 do ciśnienia 10^{-4} Pa i wychładza się do temperatury otoczenia. Po wyjściu tak spreparowanego powielacza z próżni przemywa się jego etanolem i ponownie suszy w próżni pod ciśnieniem 10^{-6} Pa w temperaturze 500 K przez okres 0,5 godziny. Tak uzyskany powielacz charakteryzuje się wzmocnieniem 10^8 przy napięciu zasilania 3 KV oraz opornością elektryczną na poziomie 10^9 , co zapewnia maksymalną liczbę zliczeń na poziomie 10^6 cps .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kanałowego, polimerowego powielacza elektronów zaopatrzonego na obu końcach w elektrody, **znamienny tym**, że wewnętrzną powierzchnię rurki z policzterofluoroetyleny zadaje w obecności niepolarnego rozpuszczalnika organicznego i w atmosferze beztlenowej, kompleksem metali alkalicznych z naftalenem w stosunku 2:1, korzystnie z nadmiarem metalu alkalicznego i pozostawia się w temperaturze pokojowej do całkowitego przereagowania, następnie

usuwa się nadmiar reagentów, przemywa rozpuszczalnikiem, odgazowuje i suszy, po czym uzyskaną powierzchnię korzystnie poddaje się kompleksowaniu, w atmosferze beztlenowej i w obecności niepolarnego rozpuszczalnika, chlorowcopochodnymi węglowodorów aromatycznych lub tlenkami arsenu i galu, a następnie po całkowitym przereagowaniu i usunięciu nadmiaru reagentów, przemywa, odgazowuje i suszy.