



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO	102015000041842
Data Deposito	04/08/2015
Data Pubblicazione	04/02/2017

Classifiche IPC

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	01	B	3	04

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
F	21	V	29	506

Titolo

Dosaggio di idrogeno in lampadine di illuminazione a LED

DOSAGGIO DI IDROGENO IN LAMPADINE DI ILLUMINAZIONE A LED

I sistemi di diodi ad emissione di luce "riempiti con gas" o le lampadine a LED "riempite con gas" sono proposti come sostituzione delle lampade ad incandescenza e in alcuni casi anche come sostituzione delle lampade a scarica ad alta intensità (HID);

- 5 queste lampadine a LED consistono tipicamente di strutture a base di LED (ad esempio i cosiddetti "filamenti LED" basati su una serie di piccoli LED disposti su substrati stretti e lunghi o LED montati, ad esempio mediante saldatura, su assi) sigillate all'interno di lampadine in vetro piene di un gas di riempimento ad elevata conducibilità termica in modo che la presenza di uno specifico dissipatore non sia necessario.
- 10 Ulteriori informazioni su questo tipo di lampade può essere trovato nel brevetto europeo Nr. EP2535640.

Il gas adottato di solito è l'elio altamente termicamente conduttivo o miscele di riempimento ad alta concentrazione di He, e la pressione di riempimento può variare da 100 mbar a 1200 mbar, in modo tale che durante il funzionamento i LED possano 15 lavorare a temperature inferiori ai valori critici (tipicamente si suggerisce che la temperatura di esercizio sia inferiore a 125°C per evitare meccanismi di degradazione accelerata e per evitare una riduzione sensibile dell'efficienza luminosa).

Anche se l'elio è in realtà il gas più diffuso, anche l'idrogeno è stato descritto come gas adatto, per esempio nella domanda di brevetto US 2004/201990. L'idrogeno 20 presenta alcuni vantaggi tecnici in vista della sua conducibilità termica superiore rispetto all'elio, inoltre la sua bassa viscosità rende i meccanismi convettivi più efficaci nella dissipazione termica ed in più la sua inferiore fugacità riduce la perdita di gas durante la lunga durata della lampada, ma il suo uso crea anche un grave inconveniente legato a ragioni di sicurezza.

25 La presente invenzione affronta il problema di un riempimento di idrogeno preciso e controllato all'interno della lampadina a LED per ottenere una buona gestione termica, senza i rischi associati con l'uso di una fornitura di gas idrogeno. La precisione nel dosaggio di idrogeno assicura che il contenuto corretto di idrogeno sia presente all'interno della lampadina a LED, cioè la quantità è sufficiente a garantire una gestione 30 termica soddisfacente, e allo stesso tempo la concentrazione di idrogeno è mantenuta al di sotto del livello di pericolo. Questo è un problema che può manifestarsi non nel

normale funzionamento lampadina del LED, poiché il bulbo è sigillato e quindi isolato dall'ambiente esterno contenente ossigeno, ma può entrare in gioco in caso di rottura della lampadina e quindi di contatto e miscelazione dell'atmosfera esterna con l'atmosfera interna della lampadina a LED.

5 I suddetti vantaggi sono conseguiti con la presente invenzione, che in un suo primo aspetto consiste in un metodo per il dosaggio irreversibile di idrogeno in lampadine a LED comprendente una fase di riscaldamento di un erogatore di idrogeno irreversibile contenente almeno un materiale attivo per il rilascio di idrogeno, caratterizzato dal fatto che detto materiale attivo per il rilascio di idrogeno è:

10 • uno o più materiali A scelti nel gruppo costituito da LiH, NaH, MgH₂, CaH₂, LiAlH₄, LiBH₄, NaAlH₄, loro composti sub-stechiometrici contenenti almeno un terzo della quantità di idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stochiometrici, e loro miscele ; o

• una miscela tra:

15 - uno o più materiali B scelti nel gruppo costituito da TiH₂, ZrH₄, YH₂, ZrCr₂-_xMn_(x)H₂, LaNi_(5-y)Al_yH_(6+z), LaNi_(5-y)Sn_yH_(6+z), e loro composti sub-stechiometrici contenenti almeno un terzo della quantità di idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stochiometrici, in cui x è compreso tra 0 e 2, y è compreso tra 0 e 0,25, z è compreso tra 0 e 0,5; e

20 - uno o più materiali C scelti nel gruppo costituito da Al, Sn, AlNi, AlSi, CuAl, CuSn; e / o uno o più materiali A;

detto materiale attivo per il rilascio di idrogeno essendo inoltre caratterizzato dal fatto che la somma di W_A e W_B è almeno 5 mg/dm³ di volume lampadina a LED, e dal fatto che il rapporto W_B / (W_A + 9*W_C) è compreso tra 0 e 0,8, più preferibilmente tra 0 e 0,6; in cui W_A è il peso dei materiali A in mg/dm³ di volume della lampadina a LED, W_B è il peso dei materiali B in mg/dm³ di volume della lampadina a LED e W_C è il peso dei materiali C in mg/dm³ di volume della lampadina a LED.

25 Come sopra definito, il termine materiali attivi identifica i materiali che sono coinvolti nel meccanismo di rilascio di idrogeno, cioè A, B e C. Ulteriori elementi possono essere presenti nel erogatore, che in ogni caso devono soddisfare la limitazione sopra sulle quantità minime di A e B, e il relazione del rapporto in peso tra W_B e W_A +

9*W_c.

In alcune forme di realizzazione, si preferisce l'aggiunta/uso di materiali getter per rimuovere gas indesiderati / impurità che possono influenzare le prestazioni della lampadina a LED quali idrocarburi e altri composti organici volatili. Materiali getter preferiti sono le leghe metalliche basate sulla combinazione di Zr, Fe, V e, in particolare la lega ZrFeV, nota con il nome commerciale St707.

Il termine "erogatore irreversibile di idrogeno" secondo la presente invenzione è intesa indicare un erogatore di idrogeno che dopo il rilascio di idrogeno può riassorbire solo una frazione dell'idrogeno rilasciato; più specificamente dopo l'attivazione mediante riscaldamento dell'erogatore di idrogeno irreversibile in un ambiente chiuso, come ad esempio una lampadina a LED, la pressione misurata dopo il raffreddamento a temperatura ambiente è non inferiore al 60% della pressione di picco misurata durante l'accensione dell'erogatore irreversibile di idrogeno.

Questo effetto si ottiene mediante la corretta scelta di materiali o combinazioni di materiali, che assicura tale irreversibilità, che è di fondamentale rilevanza, sia per il corretto funzionamento della lampadina a LED, sia per evitare l'uso di una quantità eccessiva di idrogeno, che potrebbe creare problemi di sicurezza.

Questa soluzione e problema tecnico rappresentano un approccio opposto rispetto alle fonti di idrogeno solidi più comunemente utilizzate, dove invece è richiesta una elevata reversibilità dei materiali di rilascio di idrogeno, come ad esempio per l'applicazione stoccaggio dell'idrogeno, come quello descritto nel US domanda di brevetto 2003/042008. Come già indicato, per la presente domanda è importante che almeno la maggioranza del idrogeno rilasciato non viene riassorbito, cioè irreversibilmente rilasciato.

Nella presente invenzione una certa quota di riassorbimento di idrogeno è tollerato, poiché l'idrogeno all'interno della lampadina a LED ha la funzione di migliorare la gestione termica della lampadina a LED, con riferimento alla dissipazione del calore; quindi un minimo riassorbimento di idrogeno a temperatura più bassa è accettabile, visto che l'ulteriore riscaldamento dovuto al funzionamento della lampadina a LED provocherà la sua riemissione.

Nonostante le considerazioni di cui sopra sul livello tollerabile di riassorbimento

parziale dell'idrogeno dall'erogatore irreversibile di idrogeno, in una forma realizzativa preferita l'erogatore di idrogeno presenta una irreversibilità uguale o superiore al 90%.

Questa condizione assicurerà che tutto l'idrogeno richiesto venga rilasciato e sfruttato e consentirà anche un miglior controllo dell'ambiente gassoso in termini di composizione

5 del gas così come di pressione gassosa all'interno della lampadina a LED. Come precedentemente definito, irreversibilità uguale o superiore al 90% significa che, dopo la prima attivazione erogatore irreversibile di idrogeno, la pressione parziale di idrogeno all'interno della lampadina d'illuminazione LED oscilla al massimo del 10% (in genere diminuisce quando la lampadina è fredda).

10 Inoltre l'erogatore di idrogeno altamente irreversibile è il tipo corretto di soluzione quando l'erogatore stesso non è contenuto o non rimarrà all'interno della lampadina a LED, per esempio quando l'idrogeno viene inserito nella lampadina a LED mediante la cosiddetta tecnica Tip-Off. Questa tecnica è ampiamente conosciuta ed utilizzata in passato per il dosaggio del mercurio all'interno di lampade fluorescenti, ma

15 è applicabile per il dosaggio / rilascio di qualsiasi tipo di riempimento gassoso all'interno di una lampada; altri dettagli si possono trovare ad esempio nell'articolo di Corazza et al, "Beneficial effects of using gette during cold cathode lamp production", pubblicato nel Light Sources 2004, Atti del 10 ° Simposio internazionale sulla scienza e la tecnologia di sorgenti di luce.

20 Gli inventori hanno trovato che una generazione di idrogeno irreversibile secondo la definizione precedente è ottenuta utilizzando uno o più materiali A scelti nel gruppo costituito da LiH, NaH, MgH₂, CaH₂, LiAlH₄, LiBH₄, NaAlH₄ o loro miscele come erogatori di idrogeno. Questi materiali possono essere utilizzati in modo autonomo, cioè senza la necessità di materiale aggiuntivo per la gestione di idrogeno. È importante 25 sottolineare che l'elenco comprende anche i loro composti sub-stechiometrici, qualora essi contengano almeno un terzo della quantità di idrogeno presente nei corrispondenti composti stochiometrici (es CaH_{2/3} per il corrispondente CaH₂).

Nella presente descrizione e nelle rivendicazioni, il termine "composto sub-stechiometrico" di un materiale A o B indica un composto chimico la cui composizione elementare differisce dalla composizione del materiale corrispondente A o B per il fatto che una certa quantità di atomi di idrogeno è mancante.

Altri materiali adatti per il rilascio di idrogeno sono dati da uno o più materiali B scelti nel gruppo costituito da TiH_2 , ZrH_4 , YH_2 , $ZrCr_{(2-x)}Mn_xH_2$ in cui x è compreso tra 0 e 2, $LaNi_{(5-y)}Al_yH_{(6+z)}$, $LaNi_{(5-y)}Sn_yH_{(6+z)}$ in cui y è compreso tra 0 e 0,25, z è compreso tra 0 e 0,5 ed i loro composti sub-stoichiometrici a condizione che contengano almeno un terzo della quantità di idrogeno presente nei corrispondenti composti stoichiometrici. Tuttavia, questi materiali devono essere utilizzati in combinazione con uno o più altri materiali C scelti nel gruppo costituito da Al, Sn, ALNI, AISi, CuAl, CuSn e / o uno o più materiali A.

In particolare gli inventori hanno trovato le condizioni per effettuare un dosaggio irreversibile entro una lampadina a LED, cioè l'utilizzo di un erogatore contenente uno o più materiali A, o una combinazione tra B e uno o più materiali A e / o C, che agisce come inibitore.

La condizione sopra espressa per il rapporto in peso tra B, A e C, in particolare:

$$W_{ratio} = W_B / (W_A + 9*W_C) < 0,8$$

riflette il diverso effetto inibitore dagli elementi A e C rispetto a B. Il rapporto W_{ratio} preferito è compreso tra 0 e 0,6.

Questa condizione definisce in modo sufficientemente chiaro per un tecnico del ramo le composizioni all'interno dell'erogatore irreversibile, che insieme con la minima quantità di materiale per volume di lampadina a LED, caratterizzano completamente il metodo secondo la presente invenzione.

In particolare le forme realizzative più interessanti sono qui di seguito descritte:

- a) un erogatore di idrogeno irreversibile contenente solo A, $W_B = W_C = 0$ ($W_{ratio}=0$), in cui la quantità di A è nell'intervallo di 5 - 120 mg/dm³, più preferibilmente tra 15 e 75 mg/dm³ del volume di lampadina a LED;
- b) un erogatore di idrogeno irreversibile contenente solo A e B, $W_C = 0$; in questo caso A dovrebbe fornire non meno del 60% in peso della composizione, e la quantità totale di A + B è nell'intervallo 5 - 170 mg/dm³ di volume della lampadina a LED, più preferibilmente tra 20 e 80 mg/dm³ di volume della lampadina a LED;
- c) un erogatore di idrogeno irreversibile contenente solo B e C, $W_A = 0$; in questo caso gli inventori hanno trovato che tale composizione deve contenere non meno del 12,5% in peso di C ($W_{ratio} = 0,77$), preferibilmente almeno 16 % di C ($W_{ratio} = 0,58$). In

questo caso la quantità di B dovrebbe essere nell'intervallo 35 - 750 mg/dm³, più preferibilmente tra 50 e 250 mg/dm³ di volume della lampadina a LED.

Materiali preferiti per la forma di realizzazione (a) sono LiAlH₂ e MgH₂, mentre per la forma realizzativa (c) B è preferibilmente scelto tra uno o più tra TiH₂ e ZrCr₂.

5 x)Mn_(x)H₂ con x compreso tra 0 e 2, mentre C è preferibilmente scelto tra uno o più di CuAl, CuSn e Sn.

Con la specifica di cui sopra in termini di caricamento di idrogeno per materiali attivi, compresi i composti sub-stechiometrici (essendo almeno 1/3 del corrispondente stochiometrico) e il rapporto in peso tra A, B e C, l'erogatore di idrogeno irreversibile ha una concentrazione di H₂ nell'intervallo di 0,060- 2,3 mBar · litro / mg di materiale attivo.

Come già detto, al fine di realizzare il metodo secondo la presente invenzione, l'erogatore irreversibile può essere utilizzato all'esterno della lampadina a LED, durante la fase di produzione, o in alternativa può essere all'interno della lampada. In entrambi i 10 casi, il metodo non è limitato a qualsiasi forma particolare, aspetto esteriore, posizionamento (quest'ultimo essendo rilevante solo per erogatori residenti). In particolare l'erogatore può essere un recipiente contenente il materiale in forma di polveri compresse. Contenitori adatti sono descritti ad esempio nella domanda di brevetto internazionale WO 98/53479 e nel brevetto europeo EP2408942, entrambi a nome della richiedente, o in forma di polveri compresse o pillole, o in forma di una dispersione di polvere in un legante o matrice adatti. Per tutte le forme realizzative in cui il materiale attivo è in forma di polvere, la granulometria (cioè per particelle sferiche il diametro, per le particelle irregolari la loro dimensione massima), non influenza in modo rilevante le prestazioni dell'erogatore, purché soddisfi il requisito di essere 15 inferiore a 200 µm.

Metodi di riscaldamento adatti per realizzare il metodo secondo la presente invenzione sono ad esempio accoppiamento induttivo RF, irradiazione IR (mediante una lampada o laser), forno, effetto Joule.

Le temperature adatte sono comprese tra 120 ° C e 800 ° C per periodi compresi 20 fra 10 e 15 minuti. Questa ampia variabilità tiene conto delle differenze nel tipo e materiali delle lampadine a LED, visto che alcune di esse possono soffrire del

prolungato riscaldamento, mentre altre hanno dei limiti sulle temperature superiori. Per esempio, il MgH₂ è effettivamente attivato a 400 ° C, ma a temperature di 600 ° C viene osservata l'evaporazione dal metallo. In generale, durata più brevi sono accoppiate con temperature più elevate e viceversa.

5 In alcune forme realizzative specifiche, l'erogatore di idrogeno irreversibile viene attivato direttamente mediante il riscaldamento che si verifica durante il normale funzionamento della lampadina a LED, questo è evidentemente applicabile solo per erogatori residenti all'interno della lampadina a LED, e preferibilmente collocati vicino ai LED, che sono le fonti di riscaldamento all'interno la lampadina a LED.

10 La pressione finale di H₂ deve essere superiore a 5 mbar e inferiore a 250 mbar nel bulbo e preferibilmente superiore a 10 mbar e inferiore a 50 mbar. Infatti a pressioni inferiori a 10 mbar la dissipazione termica sembra essere in "-regime molecolare", ad esempio essa dipende dalla pressione e diminuisce con pressioni decrescenti. A pressioni superiori a 50mbar possono sorgere problemi di sicurezza a causa della alta 15 concentrazione rispetto all'ossigeno atmosferico, così l'intervallo tra 10 e 50 mbar costituisce il compromesso corretto tra sicurezza e prestazioni.

È importante sottolineare che con il metodo secondo la presente invenzione è possibile impostare la quantità desiderata e corretta di idrogeno all'interno di una lampada, che è vantaggiosamente compreso tra 0,8 e 75 mbar · litro.

20 È importante sottolineare che, sebbene la presente invenzione sia dedicata ad un metodo di dosaggio dell'idrogeno entro lampadine a LED come tale, ciò non impedisce di adottare il metodo qui descritto per ottenere composizioni più complesse dell'atmosfera interna, come le miscele gassose descritti nel brevetto US 8.587.186.

In un suo ulteriore aspetto l'invenzione riguarda una lampadina a LED contenente 25 un erogatore di idrogeno irreversibile contenente almeno un materiale attivo per il rilascio di idrogeno caratterizzato dal fatto che detto materiale è:

- uno o più materiali A selezionati nel gruppo costituito da LiH, NaH, MgH₂, CaH₂, LiAlH₄, LiBH₄, NaAlH₄, loro composti sub-stoichiometrici contenenti almeno un terzo della quantità di idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stochiometrici, e 30 loro miscele; o
 - una miscela di:

- uno o più materiali B selezionati nel gruppo costituito da TiH_2 , ZrH_4 , YH_2 , $ZrCr_{(2-x)}Mn_{(x)}H_2$, $LaNi_{(5-y)}Al_yH_{(6+z)}$, $LaNi_{(5-y)}Sn_yH_{(6+z)}$, e loro composti sub-stoichiometrici contenenti almeno un terzo della quantità di idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stoichiometrici, in cui x è compreso tra 0 e 2, y è compreso tra 0 e 0,25, z è compreso tra 0 e 0,5; e

- uno o più materiali C selezionati nel gruppo costituito da Al, Sn, AlNi, AlSi, CuAl, CuSn; e / o uno o più materiali A;

caratterizzato dal fatto che la somma di $W_A + W_B$ è almeno 5 mg/dm³ di volume della lampadina a LED, e dal fatto che il rapporto $W_B / (W_A + 9 * W_C)$ è compreso tra 0 e 0,8, più preferibilmente tra 0 e 0,6; in cui W_A è il peso dei materiali A in mg/dm³ di volume della lampadina a LED, W_B è il peso dei materiali B in mg/dm³ di volume della lampadina a LED e W_C è il peso dei materiali C in mg/dm³ di volume della lampadina a LED.

Ci sono tre forme realizzative preferite di lampadine a LED secondo la presente invenzione e queste sono legate alla forma dell'erogatore irreversibile di idrogeno ivi contenuto:

a) L'erogatore irreversibile di idrogeno è in forma di un contenitore metallico che contiene polveri compresse di materiale attivo per il rilascio di idrogeno,

b) L'erogatore irreversibile di idrogeno è in forma di polveri compresse di materiale attivo per il rilascio di idrogeno,

c) L'erogatore irreversibile di idrogeno è sotto forma di una dispersione di polveri di materiale attivo per il rilascio di idrogeno dispersa in un legante / matrice ospitante adatti.

Per quanto riguarda la terza forma di realizzazione preferita (c) matrici ospitanti preferite sono: quelle a base epossidica o di silicone.

L'invenzione verrà ulteriormente illustrata con l'aiuto dei seguenti esempi non limitativi.

Esempio 1: S1 [W_A = 100% in peso, W_B = 0, W_C = 0% in peso]

Un erogatore per un metodo di dosaggio di idrogeno secondo la presente invenzione è stato preparato utilizzando un materiale dall'elenco A e specificamente soltanto il composto LiAlH₄; la polvere, circa 20 mg, fu premuta in un contenitore

metallico anulare adatto ed il campione fu riscaldato in un bulbo di vetro evacuato e chiuso con un volume di circa $0,6 \text{ dm}^3$ a 250°C per circa 30 minuti. I valori della pressione di picco di idrogeno indotta durante l'attivazione e la pressione finale dopo il raffreddamento del campione sono state misurati e sono riportati in Tabella 1.

5 Esempio 2: S2 [$W_A = 0\%$ in peso; $W_B = 80\%$ in peso, $W_C = 20\%$ in peso]

Un erogatore per un metodo di dosaggio di idrogeno secondo la presente invenzione fu preparato mescolando un materiale dall'elenco B, in particolare il composto TiH_2 , e un materiale dall'elenco C, in particolare la lega CuAl rispettivamente con un rapporto in peso 80:20; così il parametro W_{ratio} è = 0,44; circa 100 mg di questa polvere furono premuti in un contenitore anulare e il campione fu riscaldato in un bulbo di vetro evacuato e chiuso con un volume di circa $0,6 \text{ dm}^3$ a 600°C per circa 30 secondi. I valori della pressione di picco di idrogeno indotta durante l'attivazione e la pressione finale dopo il raffreddamento del campione sono state misurati e riportati in Tabella 1.

15 Esempio 3: S3 [$W_A = 70\%$ in peso; $W_B = 30\%$ in peso; $W_C = 0\%$ in peso]

Un erogatore per un metodo di dosaggio di idrogeno secondo la presente invenzione fu preparato mescolando un materiale dall'elenco A, in particolare il composto MgH_2 , e un materiale dall'elenco B, in particolare la lega ZrMn_2H_2 rispettivamente con un rapporto in peso 70:30; così il parametro W_{ratio} è = 0,26; circa 12 mg di questa polvere furono premuti in un contenitore anulare ed il campione fu riscaldato in un bulbo di vetro evacuato e chiuso con un volume di circa $0,6 \text{ dm}^3$ a 400°C per circa 300 secondi. I valori della pressione di picco di idrogeno indotta durante l'attivazione e la pressione finale dopo il raffreddamento del campione sono stati misurati e riportati in Tabella 1.

25 Esempio di confronto 1: C1 [$W_A = 0\%$ in peso; $W_B = 90\%$ in peso; $W_C = 10\%$ in peso]

Un erogatore per un metodo di dosaggio di idrogeno non secondo la presente invenzione fu preparato mescolando un materiale dall'elenco B, in particolare il composto TiH_2 , e un materiale dall'elenco C, in particolare la lega CuAl, rispettivamente con un rapporto in peso 90:10 ; quindi il parametro W_{ratio} è = 1; circa 100 mg di questa polvere furono premuti in un contenitore anulare ed il campione fu riscaldato in un bulbo di vetro evacuato e chiuso con un volume di circa $0,6 \text{ dm}^3$ a

600°C per circa 30 secondi. I valori della pressione di picco di idrogeno indotta durante l'attivazione e la pressione finale dopo il raffreddamento del campione sono stati misurati e riportati in Tabella 1.

Esempio comparativo 2: C2 [W_A = 40% in peso; W_B = 60% in peso; W_C = 0% in peso]

5 Un erogatore per un metodo di dosaggio di idrogeno non secondo la presente invenzione fu preparato mescolando un materiale dall'elenco A, in particolare il composto CaH₂, e un materiale dall'elenco B, in particolare il composto TiH₂, rispettivamente con un rapporto in peso 40:60 ; così il parametro W_{ratio} è = 1,5; circa 100 mg di questa polvere furono premuti in un contenitore anulare ed il campione fu
10 riscaldato in un bulbo di vetro evacuato e chiuso con un volume di circa 0,6 dm³ a 500°C per circa 60 secondi. I valori della pressione di picco di idrogeno indotta durante l'attivazione e la pressione finale dopo il raffreddamento del campione furono misurati e riportati in Tabella 1.

Esempio pressione ID H2 Peak (mbar) Pressione H2 finale

15 (mbar) Percentuale di pressione H2 finale (%)

ID Campione	Pressione di picco H ₂ (mbar)	Pressione finale H ₂ (mbar)	Percentuale della pressione finale di H ₂ (%)
S1	31,52	30,99	98,3
S2	41,89	26,33	62,9
S3	94,27	92,41	98,0
C1	46,28	8,91	19,2
C2	5,82	0,91	15,6

Tabella 1: Confronto della pressione di picco e finale di diversi erogatori di H₂

Come mostrato nella Tabella 1, solo utilizzando il metodo secondo l'invenzione (usando campioni S1, S2 e S3) è possibile creare gli erogatori di idrogeno irreversibili necessari che riassorbono solo una frazione dell'idrogeno rilasciato dopo l'attivazione e
20 lasciano nella lampadina non meno del 60% della pressione di picco ottenuta durante l'attivazione dell'erogatore irreversibile di idrogeno. Invece i dati ottenuti con i campioni comparativi C1 e C2 mostrano che il riassorbimento di idrogeno è troppo alto ed è al di fuori dell'intervallo utile ai fini e scopi della presente invenzione.

RIVENDICAZIONI

1. Metodo per il dosaggio irreversibile di idrogeno in una lampadina a LED comprendente una fase di riscaldamento di un erogatore irreversibile di idrogeno contenente almeno un materiale attivo per il rilascio di idrogeno, caratterizzato dal fatto
5 che detto materiale attivo per il rilascio di idrogeno è:

• uno o più materiali A scelti nel gruppo costituito da LiH, NaH, MgH₂, CaH₂, LiAlH₄, LiBH₄, NaAlH₄, i loro composti sub-stechiometrici contenenti almeno un terzo della quantità di idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stochiometrici, e loro miscele; o,

10 • una miscela di:

- uno o più materiali B scelti nel gruppo costituito da TiH₂, ZrH₄, YH₂, ZrCr_xMn_(x)H₂, LaNi_(5-y)Al_yH_(6+z), LaNi_(5-y)Sn_yH_(6+z), e loro composti sub-stochiometrici contenenti almeno un terzo della quantità di idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stochiometrici, in cui x è compreso tra 0 e 2, y è compreso tra 0 e 0,25, z è
15 compreso tra 0 e 0,5; e

- uno o più materiali C scelti nel gruppo costituito da Al, Sn, AlNi, AlSi, CuAl, CuSn; e / o uno o più materiali A;

caratterizzato dal fatto che la somma di W_A + W_B è almeno 5 mg/dm³ del volume della lampadina a LED, e dal fatto che il rapporto W_B / (W_A + 9 * W_C) è compreso tra 0
20 e 0,8, più preferibilmente tra 0 e 0,6; in cui W_A è il peso dei materiali A in mg/dm³ del volume della lampadina a LED, W_B è il peso dei materiali B in mg/dm³ del volume della lampadina a LED e W_C è il peso dei materiali C in mg/dm³ del volume della lampadina a LED.

2. Metodo secondo la rivendicazione 1 in cui W_B e W_C sono pari a zero; e W_A è
25 nell'intervallo da 5 a 120 mg/dm³ del volume della lampadina a LED, più preferibilmente tra nell'intervallo da 15 a 75 mg/dm³ del volume della lampadina a LED.

3. Metodo secondo la rivendicazione 2 in cui materiale A viene scelto nel gruppo costituito da LiAlH₄, MgH₂ e loro miscele.

30 4. Metodo secondo la rivendicazione 1 in cui W_C è zero ; W_B è fino a 40% in peso della somma di W_A e W_B; e la somma di W_A e W_B è nell'intervallo da 6 a 170 mg/dm³

del volume della lampadina a LED, più preferibilmente tra nell'intervallo da 20 a 80 mg/dm³ del volume della lampadina a LED.

5. Metodo secondo la rivendicazione 1, in cui W_A è zero; W_C è almeno 15% in peso della somma di W_C e W_B; e W_B è compreso nell'intervallo da 35 a 750 mg/dm³ di volume della lampadina a LED, più preferibilmente tra nell'intervallo da 50 a 350 mg/dm³ di volume della lampadina a LED.

6. Metodo secondo la rivendicazione 5 in cui B è scelto nel gruppo formato da TiH₂ e ZrCr_(2-x)Mn_(x)H₂ e loro miscele, con x compreso tra 0 e 2; e C è scelto nel gruppo formato da CuAl, CuSn e Sn e loro miscele.

10 7. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti comprendente la fase di posizionamento di detto erogatore irreversibile di idrogeno all'interno della lampadina a LED.

15 8. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni 1 a 6, comprendente la fase di collegamento temporaneo di detto erogatore irreversibile di idrogeno alla lampadina a LED durante l'accensione.

9. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti in cui detto riscaldamento viene effettuato tramite accoppiamento induttivo RF, irradiazione IR, forno, effetto Joule.

20 10. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti in cui la temperatura di riscaldamento è compresa tra 120°C e 800°C, e la durata di riscaldamento tra 10 secondi e 15 minuti.

11. Metodo secondo la rivendicazione 7 in cui detto erogatore irreversibile di idrogeno rilascia idrogeno durante il normale funzionamento della lampadina a LED come effetto dell'auto-riscaldamento della lampadina a LED.

25 12. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti in cui la quantità di idrogeno erogata all'interno della lampadina a LED è compresa fra 0,8 e 75 mBar · litro.

30 13. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti in cui la pressione dell'idrogeno all'interno della lampadina a LED è compreso fra 5 mbar e 250 mbar, preferibilmente tra 10 mbar e 50mbar.

14. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti in cui

L'erogatore irreversibile di idrogeno ha una concentrazione di H₂ nell'intervallo 0,060-2,3 mbar · litro/mg di materiale attivo.

15. Lampadina a LED contenente un erogatore irreversibile di idrogeno contenente almeno un materiale attivo per il rilascio di idrogeno caratterizzato dal fatto
5 che detto materiale attivo per il rilascio di idrogeno è:

- uno o più materiali A selezionati nel gruppo costituito da LiH, NaH, MgH₂, CaH₂, LiAlH₄, LiBH₄, NaAlH₄, loro composti sub-stechiometrici contenenti almeno un terzo della quantità di idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stochiometrici, e loro miscele ; o

10 • una miscela tra:

- uno o più materiali B selezionati nel gruppo costituito da TiH₂, ZrH₄, YH₂, ZrCr_(2-x)Mn_(x)H₂, LaNi_(5-y)Al_yH_(6+z), LaNi_(5-y)Sn_yH_(6+z), e loro composti sub-stechiometrici contenenti almeno un terzo della quantità dell' idrogeno contenuto nei corrispondenti composti stochiometrici, in cui x è compreso tra 0 e 2, y è compreso tra 0

15 e 0,25, z è compreso tra 0 e 0,5; e

- uno o più materiali C selezionati nel gruppo costituito da Al, Sn, AlNi, AlSi, CuAl, CuSn; e / o uno o più materiali A;

caratterizzato dal fatto che la somma di W_A + W_B è almeno 5 mg/dm³ del volume della lampadina a LED, e dal fatto che il rapporto W_B / (W_A + 9 * W_C) è compreso tra 0
20 e 0,8, più preferibilmente tra 0 e 0,6; in cui W_A è il peso dei materiali A in mg/dm³ del volume della lampadina a LED, W_B è il peso dei materiali B in mg/dm³ del volume della lampadina a LED e W_C è il peso dei materiali C in mg/dm³ del volume della lampadina a LED.

16. Lampadina LED secondo la rivendicazione 15 in cui l'erogatore di idrogeno è
25 in forma di un contenitore metallico che contiene polveri compresse del materiale attivo
per il rilascio di idrogeno.

17. Lampadina LED secondo la rivendicazione 15 in cui l'erogatore di idrogeno è
in forma di pillole di polveri compresse del materiale attivo per il rilascio di idrogeno.

18. Lampadina LED secondo la rivendicazione 15 in cui l'erogatore di idrogeno è
30 in forma di polveri di materiali attivi per il rilascio di idrogeno dispersi in un legante o
in una matrice ospitante.