

70794

ELJÁRÁS ADALÉKOLT, POLIKRISTÁLYOS SZERKEZETŰ ANYAG EGYKRISTÁLYOS SZERKEZETŰ
ANYAGGÁ VALÓ ÁTALAKÍTÁSÁRA, ELJÁRÁS EGYKRISTÁLYOS ALUMÍNIUM-TRIOXID ANYAG
ELŐÁLLÍTÁSÁRA ÉS GÁZKISŰLŐ CSŐ

General Electric Co., Fairfield, Connecticut US
A bejelentés napja: 1995. 02. 08.
Elsőbbsége: 1994. 02. 14. (08/195,187) US

KIVONAT

A találmány tárgya eljárás adalékolt, polikristályos szerkezetű anyag egykristályos szerkezetű anyaggá való átalakítására, eljárás egykristályos alumínium-trioxid anyag előállítására és gázkisülő cső. A javasolt eljárásban kerámia jellegű polikristályos, adott esetben alumínium-trioxid anyagú kiindulási testet hőhatás mellett egykristályos, adott esetben zafír anyagú testté alakítunk át és ebből a célból a kerámia jellegű polikristályos kiindulási test anyagának, illetve a kiindulási test elkészítéséhez használt összetevők legalább egy részét az átalakulást gyorsító segédanyaggal adalékoljuk és a segédanyag előre meghatározott koncentrációját beállítjuk, az a lényeges, hogy az előre meghatározott koncentrációig adalékolt kiindulási test anyagának legalább egy részét kezelési hőmérsékletre melegítjük, a kezelési hőmérsékleten előre meghatározott ideig tartjuk és ezzel a megfelelő koncentrációra adalékolt polikristályos, adott esetben alumínium-trioxid anyagú kiindulási testet egykristályos szerkezetű anyagú, adott esetben zafír anyagú egykristályos testté alakítjuk, ahol a kezelési hőmérséklet az adalékolt polikristályos szerkezetű anyag olvadáspontjának felénél nagyobb, de ugyanannak az anyagnak az olvadáspontjánál kisebb. A javasolt gázkisülő csőnek, amely alumínium-trioxid alapú, pórusokat tartalmazó anyagból álló cső alakú testként van kiképezve, az a lényege, hogy a cső alakú test anyaga legalább részben egykristályos szerkezetű alumínium-trioxidból, különösen zafírból áll.

(1. ábra)

Képviselő:
DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.
Budapest

Magyarországi
Szabadalmi és
Védjegy Hivatal

A

ELJÁRÁS ADALÉKOLT, POLIKRISTÁLYOS SZERKEZETŰ ANYAG EGYKRISTÁLYOS SZERKEZETŰ
ANYAGGÁ VALÓ ÁTALAKÍTÁSÁRA, ELJÁRÁS EGYKRISTÁLYOS ALUMÍNIUM-TRIOXID ANYAG
ELŐÁLLÍTÁSÁRA ÉS GÁZKISÜLŐ CSŐ

General Electric Co.,	Fairfield, Connecticut	US
Feltalálók:		
Curtis Edward SCOTT	Mentor, Ohio	
Mary Sue KALISZEWSKI	Cleveland Heights, Ohio	
Lionel Monty LEVINSON	Schenectady, New York	US
A bejelentés napja:	1995. 02. 08.	
Elsőbbsége:	1994. 02. 14. (08/195,187)	US

A találmány tárgya eljárás adalékolt, polikristályos szerkezetű anyag egykristályos szerkezetű anyaggá való átalakítására, eljárás egykristályos alumínium-trioxid anyag előállítására és gázkisülő cső. A találmány szerinti eljárásoknál polikristályos szerkezetű, általában alumínium-trioxid anyagú kiindulási testet hő hatásával egykristályos szerkezetű testté alakítjuk, amelynek anyagát alumínium-trioxid kiindulási test esetében zafír képezi. A találmány szerinti gázkisülő cső ismert módon alumínium-trioxidból van kiképezve és cső alakú teste van.

A találmány szerinti eljárással polikristályos kerámia anyagból álló kiindulási test tömegében lezajló szilárdtest, vagyis halmazállapotváltozással nem járó folyamat segítségével egykristályos testet készítünk, aminek során a polikristályos testet egy adott adalékoló szerrel adalékoljuk, majd szükséges hőmérsékletre melegítjük, amely hőmérséklet felismerésünk szerint az adalékolt anyag olvadáspontjának felénél nagyobb, de az olvadáspont alatt marad. A találmány ezért célszerűen alkalmazható polikristályos alumínium-trioxid tömegének egykristályos szerkezetű terméké, különösen zafírrá való átalakítására. Az alumínium-trioxidból készülő zafír előállításánál az alumínium-trioxid anyagú kiindulási testet szükséges mértékben adalékoljuk és az adalékoló segédanyag koncentrációjának beállítása után 1100 °C hőmérsékletet meghaladó, de az alumínium-trioxid 2050 °C értékű olvadáspontját nem meghaladó hőmérsékletű környezetet biztosítunk. Itt és a továbbiakban zafírnak, ha egyebet nem említünk, azt az anyagot tekintjük, amely egykristályos szerkezetet mutat és összetétele lényegében az alumínium-trioxidnak felel meg. Gázkisülő csövek esetén különösen célszerű, ha a zafír színe fehér.

A nagynyomású nátriumgőzlámpákban alkalmazott polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid gyártására és technológiai felhasználására számos lehetőség ismert. Ezek közül többet az US-A 3,026,210, a 4,150,317 és a 4,285,732 számú US szabadalmi leírások mutatnak be. Az ezekben részletezett eljárások segítségével nagy sűrűségű polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid anyagú testet állítanak elő, amely szerkezeti felépítése révén látható fényben megnövelt transzmissziójú anyagként viselkedik. A test előállításához viszonylag nagy tisztaságú alumíniumport használnak, amelyhez kis mennyiségű magnézium-oxidot adnak. Az említett szabadalmi helyek közül az US-A 4,285,732 számú US szabadalmi leírás ezt az alapeljárást úgy fejleszti tovább, hogy a magnézium-oxiddal adalékolt alumínium-trioxidhoz cirkónium-dioxid és hafnium-dioxid adagolását javasolja, mivel így csökkenthető annak esélye, hogy spinell szerkezetű fázis alakuljon ki és egyúttal a szinterelés során a szemcse-növekedés túlzott mértékű legyen vagy akár megfusson. A polikristályos alumínium-

-trioxid anyagú testek a nátriumgőzlámpáknál gázkisülő csövek anyagaként szolgálnak és az említett szabadalmi leírások tanítása szerint szemcséik 15 µm és 100 µm közötti méretűek.

5 A nátriumgőzlámpákban felhasznált gázkisülő csövek alumínium-trioxid anyagával szemben az a legfontosabb kifogás, hogy fényben áttetszőek és nem átlátszóak, míg a másik alapvető kifogás az, hogy a gázkisülés ívében jelen levő nátrium az alumínium-trioxiddal a szemcsék határfelületein reakcióba lép, így nátrium-aluminát keletkezik, amely a gázkisülésnek helyt adó cső strukturális egységét megbontja, a lámpa élettartamát lerövidíti.

10 A nagynyomású nátriumgőzlámpák tervezése során egyre inkább a nátrium belső parciális nyomásának növelésére törekszenek, mivel a polikristályos alumínium-trioxid anyagú gázkisülő csőben növekvő nyomás javítja a színvisszaadási indexet és a kisugárzott fényt a fehér szín irányában tolja el. A belső nyomás növelése azonban a gázkisülés teréből távozó nátrium fogyásának növekvő üteme miatt szintén a lámpa
15 élettartamának csökkenéséhez vezet. Az egyre nagyobb nátriumvesztések oda vezetnek, hogy a lámpa üzemi feszültsége növekszik, az egymással kapcsolódó paraméterpárt alkotó színhőmérséklet és színvisszaadási index értéke rosszabbodik, a színhatás a fehér fény irányából a rózsaszín irányába tolódik el. A gázkisülő kamra falán át vándorló nátrium a vákuumos külső lámpabura belső falán rakódik le, a burán
20 bamás bevonatot képez, aminek negatív következménye a fényforrás által kisugárzott fényteljesítmény további csökkenése. Ezek a problémák jól megkerülhetők, ha a gázkisülő csövet zafírból, vagyis alumínium-trioxid anyagú egykristályból készítik.

A zafír anyagú gázkisülő csöveket a nagynyomású nátriumgőzlámpákhoz számos különböző eljárás segítségével készítik, ide értve a Tyco Laboratories vállalat által kifejlesztett és szerint definiált, vékonyréteges növekedési eljárást, amit a
25 Czochralski-eljárás módosításával dolgoztak ki. Ez az eljárás kristályos magból indul ki és az olvasztott alumínium-trioxid felületére olyan húzókorongot helyeznek, amelyen át az olvadékból folyamatosan csőszerű üreges testet lehet kiemelni. Ennek az eljárásnak a hátránya lassúsága és költséges volta. A zafír anyagú egykristályos szerkezetek előállítására szolgáló eljárások egy másik osztályát az úsztatózónás eljárások
30 jelentik, amelyben polikristályos alumínium-trioxid rudat előre meghatározott sebességgel hevítő zónába vezetnek be, ahol egy vagy több lézer nagyteljesítményű nyalábját vagy más hőforrás koncentrált hőáramát a rúdra irányítják, a koncentrált energia az alumínium-trioxidot zónánként megolvasztja és ezzel abban olvadékszónát hoz létre.
35 Az olvadékszónából folytonos húzással egykristályos szerkezetű anyagot emelnek ki,

így zafír anyagú szálakat kapnak, a szálhúzás sebességét a körülményeknek megfelelően állítják be és a rudat egyidejűleg a szál kihúzásának sebességénél lassabban mozgatják. Ez az eljárás a zafír folytonos előállítását teszi lehetővé. A szabadalmi leírás szerint ennek az eljárásnak a célja zafír anyagú szálak készítése és nehéz lenne
 5 a benne ismertetett módon egykristályos alumínium-trioxid csöveket előállítani, bár ennek a lehetőségére az US-A 3,943,324 sz. US szabadalmi leírás utal.

A 62-28,118 számú japán közzétételi irat azt mutatja be, hogy a zafír szilárdtest folyamat segítségével szintetizálható, amikor egy polikristályos alumínium-trioxid anyagú test hossza mentén a magnézium-oxid koncentrációjában gradienst hoznak
 10 létre, és ezzel biztosítják, hogy a hőkezelés folyamatában a polikristályos alumínium-trioxid anyagú test egy pontjában a szemcse növekedése megindul. A magnézium-oxid koncentrációjának gradiensét a polikristályos alumínium-trioxid anyagú testben a nyers kiindulási test magnézium-oxidos adalékolásával biztosítják, amikor is a test belsőjében a magnézium-oxid eloszlásának gradiensét úgy biztosítják, hogy a testet
 15 változó hőmérséklet hatásának vetik alá, magát a hőmérsékletet is a térfogatban változó módon, zérustól eltérő gradienssel jellemzett függvénynek megfelelően állítják be, vagy a nyers test egy szakaszának keresztmetszeti átmérőjét csökkentik. Az említett szabadalmi leírás szerinti eljárás lényege, hogy a polikristályos testben egy megadott helyből kiindulva inicializálják az egykristály növekedését. Ennek az eljárásnak a
 20 gyakorlati hasznosításáról nincs adat és a leírás olvasása alapján az a benyomás adódik, hogy az ott megadott szempontokat figyelembe véve a megvalósítás rendkívüli nehézségekbe ütközik. Az egyik ilyen súlyponti kérdés lehet az, hogy a szabadalmi leírás szerint 90 p.p.m. magnézium-oxidot kell a kiindulási alumínium-trioxid testhez adagolni, vagyis a tömeg minden millió egységére 90 egységnyi tömegű adalékanyagot. A tudományos kutatások és a tapasztalat viszont azt támasztják alá, hogy
 25 egy adott határt túllépő sűrűségű polikristályos alumínium-trioxidot csak akkor lehet előállítani, ha abban legalább 300 p.p.m. magnézium-oxid van jelen, mint erről például az Eindhoveni Műszaki Egyetemen dolgozó J. G. J. Peelen 1977. májusában elkészült doktori disszertációjában beszámol (*"Alumínium-trioxid: Színterelés és optikai jellemzők"*). Az alumínium-trioxid sűrűségének növelésére szolgáló tipikus eljárásoknál, mint például a General Electric Lucalox elnevezésű áttetsző polikristályos alumínium-trioxidot eredményező technológiájában a magnézium-oxid részaránya a tömegre
 30 számítva mintegy 550 és mintegy 750 p.p.m. között van és így biztosítható, hogy a kiindulási alumínium-trioxid test szükséges nagy sűrűsége elérhető legyen. Valószínűsíthető tehát, hogy a Yoshida által az említett 62-28,118 számú japán közzétételi irat-
 35

ban meghatározott 90 p.p.m. értékű részarány nem elegendő arra, hogy a magnézium-oxid felhasználásával sűrű, porózus struktúrát állítsunk elő.

A polikristályos alumínium-trioxid felhasználói között továbbra is fennáll az igény a zafír viszonylag olcsó és könnyű előállítására. Ezt felismerve célul tűztük ki olyan eljárást kidolgozását, amely a költségek és energiafelhasználás szempontjából kedvező módon teszi lehetővé polikristályos szerkezetű anyag, különösen alumínium-trioxid szerkezetének egykristályossá való átalakítását.

Felismerésünk szerint a polikristályos szerkezetű anyagokat szilárdtest jellegű, megolvasztást nem igénylő átalakítási folyamattal lehet egykristályos szerkezetű anyaggá átalakítani, ha a kiindulási anyagot megfelelő, az átalakulást gyorsító segédanyaggal kezeljük.

Feladatunk tehát olyan eljárás létrehozása, amelynek segítségével egyszerű vagy komplex alakzatú, a polikristályos szerkezetű anyagokhoz illesztett feldolgozási technológiákkal előállított kerámia anyagú kiindulási test kristályszerkezete egyszerűen egykristályos szerkezetté alakítható át, mégpedig a kiindulási test megolvasztása nélkül. Feladatunk továbbá olyan gázkiszűlő cső készítése, amely különösen nagynyomású nátriumlámpáknál gázkiszűlés befogadására és a gázkiszűlés elektromágneses sugárzásának az eddigieknél hatékonyabb továbbítására alkalmas.

A kitűzött feladat megoldásaként szilárdtest jellegű eljárásokat dolgoztunk ki adalékolt, polikristályos szerkezetű anyag egykristályos szerkezetű anyaggá való átalakítására, amikor kerámia jellegű polikristályos, különösen alumínium-trioxid anyagú kiindulási testet egykristályos, különösen zafír anyagú testté alakítunk át és ebből a célból a polikristályos alumínium-trioxid anyagot tartalmazó kerámia anyag legalább egy részét az átalakulást gyorsító segédanyaggal egy adott koncentráció eléréséig adalékoljuk, majd az adott koncentrációig adalékolt, célszerűen alumínium-trioxid anyagú kiindulási test legalább egy részét kezelési hőmérsékletre melegítjük, ezen a hőmérsékleten meghatározott ideig tartjuk, amivel a megfelelő koncentrációra adalékolt polikristályos, különösen alumínium-trioxid anyagú testet egykristályos szerkezetű anyagú, különösen zafír testté alakítjuk. A kezelési hőmérsékletet a találmány értelmében az adalékolt polikristályos szerkezetű anyag olvadáspontjának felénél nagyobb, de ugyanannak az anyagnak az olvadáspontjánál kisebb értékre választjuk.

A jelen találmány bemutatása során szilárdtest jellegűnek tekintjük azt a folyamatot, amelynél a polikristályos test egykristályos alakba való átalakításához az anyag olvadáspontja alatti hőmérsékletet tartunk fenn, tehát az anyag megolvasztása

térfogatának egyetlen pontjában sem következik be, a hőmérsékletet csak olyan mértékben emeljük meg, amely mellett megolvastott zóna az anyagban nem keletkezik.

A polikristályos szerkezetű anyaghoz célszerűen olyan mennyiségű átalakulást gyorsító segédanyagot adagolunk, hogy koncentrációja kisebb legyen, mint az átalakulást gyorsító segédanyagnak, mint adalékoló összetevőnek a polikristályos szerkezetű anyagban, adott esetben alumínium-trioxidban való szilárd fázisú oldékonysági határa. Különösen a fényforrások tekintetében előnyös a találmány szerinti eljárásnak az a megvalósítási módja, amelynél az adott koncentrációt a polikristályos szerkezetű anyagban, adott esetben alumínium-trioxidban a felhasznált segédanyag mennyiségétől függően létrejöheto második kristályos fázishoz tartozó koncentrációnál kisebb értékre választjuk. Ugyancsak ebből a szempontból különösen célszerű, mivel a polikristályos alumínium-trioxid átalakítását hatékonyan segíti elő, ha az adalékoláshoz használt anyag +3 vegyértékű elem kationját tartalmazza, és ilyen elemek például a króm, gallium, titán. A tapasztalat azt mutatja, hogy az átalakulást vanádium, cérium, lantán és szamárium szintén hatékonyan segíti elő.

A találmány szerinti eljárás megvalósítása során a polikristályos szerkezetű anyag adalékolását az ismert módok valamelyikén végezzük, például célszerűen az adalékoló segédanyagot a polikristályos szerkezetű anyag valamely kiindulási összetevőjéhez adagoljuk, vagy kiégetett formában a polikristályos szerkezetű anyagú test térfogatának legalább egy részét az átalakulást gyorsító segédanyagot vagy annak vegyületét tartalmazó folyékony halmazállapotú oldatba merítjük és így a kiválasztott térfogatot a szükség szerinti mennyiségű adalékanyaggal a bemerítés idejének megválasztásával kiegészíthetjük. A bemerítéses eljárás hatékonyságát növelhetjük, ha a kiégetett anyagú kiindulási testet vákuumba helyezzük.

A végtermék minősége szempontjából előnyös a találmány szerinti eljárásnak az a megvalósítási módja, amelynél a polikristályos szerkezetű anyag melegítése során a polikristályos szerkezetű kiindulási testet, különösen az alumínium-trioxid anyagú testet szintereljük, ezzel sűrűségét megnöveljük, rajta hőkezelést hajtunk végre, amivel az átalakulást nehezítő szennyezéseket eltávolítjuk és a sűrűbb testet a kezelési hőmérsékleten végzett további hőkezeléssel egykristályos testté, különösen zafírrá alakítjuk.

Ugyancsak a kitűzött feladat megoldását szolgálja az a javasolt eljárás, amelynél egykristályos alumínium-trioxid anyag, mégpedig zafír előállítására alumínium-trioxidot melegítéssel legalább részben egykristályos szerkezetűvé alakítjuk, és a találmány értelmében a polikristályos alumínium-trioxid anyag legalább egy részét

adott esetben a kiindulási test elkészítése előtt az átalakulást gyorsító segédanyaggal egy meghatározott koncentráció eléréséig adalékoljuk, majd az adalékolt polikristályos alumínium-trioxid kiindulási testet kezelési hőmérsékletre melegítjük és ezen a hőmérsékleten tartva a meghatározott koncentrációig adalékolt polikristályos alumínium-
 5 -trioxid legalább egy részét zafírrá alakítjuk, amihez az adalékolt alumínium-trioxid olvadáspontjának felét meghaladó, de olvadáspontja alatt maradó hőmérsékletet választunk. Az átalakulást gyorsító segédanyagot a megemelt hőmérséklet alkalmazásával előállított, adott esetben kiégetett alumínium-trioxid anyagú kiindulási test szerkezetébe visszük, például a kiindulási testnek az adalékoló segédanyagot tartalmazó
 10 oldatba való bemelegítésével, miközben célszerűen vákuumos közeget tartunk fenn és a bemelegítéses állapotot előre meghatározott ideig fenntartjuk. Ezután az adalékolt anyagot hevítjük, aminek révén azt szintereljük, belőle viszonylag sűrű struktúrát hozunk létre és egyúttal az átalakulást megnehezítő szennyezések jelentős részét, köztük a magnézium-oxidot eltávolítjuk. A megemelt hőmérséklet a kerámia anyag
 15 több szennyező összetevőjének eltávolítására alkalmas és egyúttal biztosítja azt is, hogy a polikristályos struktúrából egykristályos szerkezet (zafir) alakul ki. A megemelt hőmérsékletet többféle menetrend szerint alkalmazhatjuk, az egyik az, hogy egy adott hőmérsékletet egy adott időn keresztül fenntartunk, a másikat követve különböző hőmérsékleteket biztosítunk szinterelésre, a szennyezések és a zavaró mellékanyagok
 20 eltávolítására, majd a többkristályos szerkezet egykristályos struktúrává való átalakítására, mindegyik lépéshez egy-egy időtartamot rendelve.

Ennél a megoldásnál is célszerű, ha az adalékoló segédanyag +3 vegyértékű elem kationját tartalmazza, például az króm, gallium, vanádium, cérium, lantán, szamárium vagy titán.

25 Különösen a későbbi felhasználás szempontjából előnyös a találmány szerinti eljárásnak az a változata, amelynél az adalékolást a kiindulási test térfogatának csak egy részében végezzük el és ezzel a kezelési hőmérséklet alkalmazása után olyan alumínium-trioxid anyagú testet kapunk, amely összetett szerkezetű testként van kiképezve, és ez a test legalább egy, zafírt tartalmazó egykristályos első részből és
 30 legalább egy, polikristályos alumínium-trioxidot tartalmazó második részből áll. Ezt az eljárást célszerűen úgy hajtjuk végre, hogy a kiindulási testnek az első résznek megfelelő térfogatát az adalékoló segédanyaggal az adott koncentráció eléréséig telítjük, eközben a második részt változatlanul, illetve adalékolás nélkül hagyjuk, majd az adalékolt kiindulási test és benne a polikristályos alumínium-trioxidot tartalmazó térfogat
 35 hőkezelésével az első részben zafírt állítunk elő, míg a második részt polikristályos

szerkezetben hagyjuk. Ugyanennek egy előnyös továbbfejlesztését jelenti az a megoldás, amikor a kiindulási testben az első résznek megfelelő térfogatot az adalékoló segédanyaggal az adott koncentráció eléréséig telítjük, míg a második részt azonos vagy eltérő adalékoló segédanyaggal második fázis keletkezését biztosító koncentráció eléréséig telítjük, ahol a második fázis keletkezését biztosító koncentráció nagyobb, mint az adalékoló segédanyagnak a polikristályos alumínium-trioxid alapú kerámia anyagban való oldhatósági szintje. Ezzel a megoldással a szemcsék határvonalai mentén a második részben a zafírrá való átalakulást késleltetjük és második fázist hozunk létre, amikor is az adalékolt polikristályos alumínium-trioxid anyagú kiindulási test melegítésével első részében zafírt, második részében polikristályos alumínium-trioxidot tartalmazó összetett anyagú testet készítünk.

A fentiekben vázolt eljárási lépésekkel nyert zafír a hagyományos, egykristály olvadékból történő előállítási módszerével kapott változattal szemben azzal különbözik, hogy véletlenszerű pórusstruktúrája van, felülete egyedi topográfiát mutat, benne kisebb mértékű hullámosság figyelhető meg, amelynek csúcspontjai ott helyezkednek el, ahol az átalakulás előtt a polikristályos alumínium-trioxid szemcséinek középpontjai helyezkedtek el, míg a szemcsék közötti határfelületeknek az átalakulással kapott termék felületén völgyszerű bemélyedések felelnek meg.

A találmány szerinti eljárás gyakorlati alkalmazása szempontjából különösen előnyös, ha a kerámia testet szál vagy cső alakjában hozzuk létre, ahol például cső alakú kerámia testet készítünk, amelynél az összetett szerkezetű test első részének zafír anyagát a cső belső felülete mentén alakítjuk ki, míg a polikristályos szerkezetű második részt a cső külső felületénél készítjük el.

Szintén a találmány elé kitűzött feladat megoldását teszi lehetővé az a különösen nagy intenzitású kisülő lámpa, adott esetben nagynyomású nátriumlámpa kialakításánál használható gázkisülő cső, amely alumínium-trioxid alapú, pórusokat tartalmazó anyagból álló cső alakú testként van kiképezve és a találmány értelmében a cső alakú test anyaga legalább részben egykristályos szerkezetű alumínium-trioxidból, különösen zafírból áll. Az egykristályos szerkezetű anyagot célszerűen létrehozhatjuk a cső belső felülete mentén, amikor a külső felület polikristályos szerkezetű marad, egy másik lehetőség szerint fordított felépítést biztosítunk, vagyis a találmány szerinti gázkisülő cső külső felületét az egykristályos szerkezetű anyag határozza meg, míg belső felületénél a polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid helyezkedik el.

Különösen célszerű a találmány szerinti gázkisülő csőnek az a kiviteli alakja, amelynél az egykristályos szerkezetű alumínium-trioxid, különösen zafír külső felüle-

tén polikristályos alumínium-trioxid szemcsés szerkezetének megfelelően a szemcsék geometriai középpontjainak megfelelő részen csúcspontok, a szemcsehatárokon bemélyedések vannak. Ugyancsak célszerű a találmány szerinti gázkisülő csőnek az a megvalósítása, amelynél a cső anyagában az egykristályos szerkezetű alumínium-
 5 -trioxidból, különösen zafírból álló részben véletlenszerű eloszlást mutató pórusok vannak.

A találmány szerinti eljárásban az egykristályos test megőrzi a polikristályos szerkezetű kiindulási test alakját, vagyis számos olyan alakzat válik egykristályos szerkezetben gyárthatóvá, amely a szokásos olvasztásos, húzást vagy zónás olvasztást igénylő módszereknél lehetetlen. Ennek megfelelően tagolt felületű, aszimmetri-
 10 kus, adott esetben komplex alakú testet állíthatunk elő, de természetesen a javasolt eljárás adott esetben egyszerű alakzatok, közöttük gázkisülő cső elkészítésére is hasznosítható. Az ismert megoldásokhoz képest további jelentős előrelépést jelent, hogy a találmány szerinti eljárás megvalósítása egyszerű, viszonylag kis költséggel
 15 jár, mivel felhasználása során az egykristályos kerámia struktúrákat a polikristályos kerámia struktúrák átalakítása révén eredményező folyamatok energia- és időigénye jelentősen csökken.

A találmány tárgyát a továbbiakban példakénti kiviteli alakok kapcsán, a csatolt rajzra hivatkozással ismertetjük részletesen. A rajzon az
 20 **1. ábra:** az adalékoló segédanyag koncentrációja és az átalakulás ideje közötti összefüggést mutató mérési eredmények összehasonlítása a találmány szerinti eljárásban felhasznált néhány adalékoló segédanyag esetében, míg a
2. ábra: a találmány szerinti eljárással előállított gázkisülő csövet alkalmazó nagy-nyomású nátriumlámpa vázlatos oldalnézete.

A találmány értelmében polikristályos szerkezetű kiindulási test anyagát egykristályos jellegű szerkezetté kívánjuk konvertálni. Ebből a célból a szerkezeti átalakulást megkönnyítő, gyorsító adalékoló segédanyagot kell felismerésünk szerint a kiindulási testbe bevinni, mégpedig előre meghatározott koncentrációban és ezt követően az adalékolt anyagot hőkezelésnek alávetni. Találmányunk lényegéhez tartozik, hogy
 25 a hőkezelést a polikristályos szerkezetű kiindulási test anyagának olvadáspontjánál kisebb, de annak felét meghaladó hőmérsékleten kell végrehajtani, és ezt a megemelt hőmérsékletet elegendő ideig kell fenntartani ahhoz, hogy a kívánt átalakulási folyamat lezajolhasson.
 30

Találmányunk mindenek előtt az iparban széles körben alkalmazott polikristályos alumínium-trioxid szerkezeti átalakítását tűzi ki célul, amelyből egykristályos szer-
 35

kezetként zafírt készítünk. Az alumínium-trioxidot kiégetett biszkvitként visszük a folyamatba, amelynek szerkezetében egymással kapcsolódó pórusok vannak. A polikristályos alumínium-trioxidot tiszta állapotban dolgozzuk fel, annak szerkezetében az alumínium-trioxid alfa módosulata található. Az összekapcsolódó pórusok rendszere azért fontos, mert ezzel az adalékoló segédanyag oldatának hatékony behatolása biztosítható, az a biszkvit térfogatának egészében egyenletesen osztható el. A tipikusnak tekinthető kiindulási test kiégetett biszkvites (zsengélt) anyagában a pórusok a teljes térfogat mintegy 15 %-a és mintegy 70 %-a közötti részét foglalják el. Az általános követelmény szerint a kiindulási alumínium-trioxid tisztasága mintegy 99,9 tömeg%, ezt az anyagot legalább $3,90 \text{ g/cm}^3$ sűrűségűre lehet szinterelni, mégpedig adalékolás után. Mielőtt az anyagot feldolgozzuk, ellenőrizzük, vajon a szinterelt polikristályos alumínium-trioxid egykristályos zafírrá való átalakítását akadályozó szennyezők vannak-e benne. A szinterelést követően a kiégetett biszkvit általában olyan polikristályos alumínium-trioxid, amelynek egytengelyes szemcsestruktúrája van, a szemcsék méretei általában legfeljebb $100 \mu\text{m}$ -t tesznek ki, célszerűen azonban nem nagyobbak, mint $70 \mu\text{m}$. A szemcse méretén azt az átlagos paramétert tekintjük, amelyet a jól ismert technikákkal állapítunk meg, például a lineáris megközelítést biztosító és az ASTM E 112-88 számú előírásban rögzített eljárással. Ha a polikristályos alumínium-trioxid anyagok esetében az átlagos szemcsenagyság a $100 \mu\text{m}$ -t meghaladja, akkor a hőkezelés során mikrorepedések keletkezésére hajlamos struktúrával állunk szemben, amelyet a mikrorepedések jelenléte miatt aligha lehet zafírrá alakítani. A szinterelt polikristályos alumínium-trioxid sűrűségének legalább $3,90 \text{ g/cm}^3$ értékűnek kell lennie, célszerűen azonban ez legalább $3,97 \text{ g/cm}^3$, míg a porozitás visszamaradó mennyiségének csökkentésére kell törekedni, mivel a porozitás a zafírrá való átalakítást nehezíti és végeredményben olyan zafír alapú termék keletkezhet, amelynek fényáteresztő képessége az elérhetőnél kisebb.

A találmány szerinti eljárás megvalósítása során zafír készítése céljából alumínium-trioxid anyagú kiégetett biszkvitből készült csövet használtunk, amit a General Electric Lucalox elnevezésű áttetsző polikristályos alumínium-trioxidjából gyártottunk le. Ez a gázkisülő cső $4,5 \text{ mm}$ és $8,8 \text{ mm}$ közötti külső átmérőjű, falvastagsága mintegy $0,5 \text{ mm}$ és $0,75 \text{ mm}$ között van. Az alapanyagot a General Electric Company-nak az Ohio állambeli Willoughbyban működő kvarcot és kerámiaanyagokat gyártó üzeme szállította, és ez a #LT5.5-36-PS jelű termék #258 23 61 jelű adagjából származott. A kiégetéssel nyert biszkvit anyagában a pórustérfogat $50 \text{ tf}\%$ és $60 \text{ tf}\%$ között változott. Szintereléssel ebből az alapanyagból olyan polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid

kiindulási testeket állítottunk elő, amelyek sűrűsége $3,97 \text{ g/cm}^3$ és $3,98 \text{ g/cm}^3$ között ingadozott és amelyeknél az átlagos szemcse nagyság mintegy $15 \mu\text{m}$ és mintegy $70 \mu\text{m}$ között volt, maga a szerkezet egytengelyes szemcsestruktúrát alkotott. A szennyezéseket nyomelemzéssel állapítottuk meg és adalékolás előtt a szinterelt anyag a következő szennyezéseket tartalmazta:

1. TÁBLÁZAT

A szennyező összetevők mennyisége adalékolás előtt

Szennyező elem	Si	Fe	Ca	Mg	K	Na	Li	Mo	Cr	Cu
Észlelt mennyiség, p.p.m.	50	4	7	180	50	80	<1	10	2	4

A magnéziumra megállapított 180 p.p.m. koncentráció magnézium-oxidra vonatkoztatva mintegy 300 p.p.m. értéket jelent.

10 A magnézium-oxidot az alumínium-trioxidhoz általában a szinterelést gyorsító segédanyagként adagolják, mivel jelenléte elősegíti, hogy a kapott szinterelt test sűrűsége $3,97 \text{ g/cm}^3$ vagy ennél nagyobb legyen. A tapasztalat azonban azt mutatja, hogy van egy olyan határérték, amely fölött a jelenlevő magnézium-oxid miatt a polikristályos alumínium-trioxid már nem alakítható át zafírrá. Éppen ezért a megfelelő sűrűségűre kompaktált polikristályos alumínium-trioxid anyagú testből a magnézium-oxid nemkívánatos mennyiségét a zafírrá való átalakítás előtt el kell távolítani. A magnézium-oxid megengedhető koncentrációját a bevinni kívánt adalékoló segédanyag típusától és mennyiségétől függően is meghatározhatjuk. Egyes esetekben kitűnt, hogy a magnézium részarányát akár 50 p.p.m. szintre is le kell csökkenteni, mielőtt a polikristályos szerkezetet egykristályossá kívánnánk alakítani. A magnézium mennyiségét oxidja alapján határozzuk meg, erre a célra induktív csatolású plazmaanalízises berendezést használtunk. A szakemberek számára jól ismert, hogy a polikristályos alumínium-trioxid szerkezetéből a magnézium-oxid nemkívánatos mennyiségét vákuumban, száraz hidrogén vagy semleges gázt tartalmazó atmoszféra átáramoltatása mellett lehet mintegy $1600 \text{ }^\circ\text{C}$ hőmérséklet fölé hevítve a testet eltávolítani. A találmány szerinti eljárás megvalósítása során az adalékolt Lucalox anyagú csöveket elektromos ellenálláskemencében mintegy 1 és 9 óra közötti időtartamra $1880 \text{ }^\circ\text{C}$ hőmérsékleten tartottuk, az időtartamot az alumínium-trioxid anyagú kiindulási test méretétől, a felhasználni kívánt adalékoló segédanyag minőségétől és koncentrációjától függően választva meg. Ehhez $0 \text{ }^\circ\text{C}$ alatti harmatpontú, száraz hidrogént tartalmazó atmoszférát tartottunk fenn. A magnézium-oxidnak az alumínium-trioxidból való kihajtásához

igen változó időtartamokat kellett választani, mégpedig a magnézium-oxid mennyiségétől, a kemence hőmérsékletétől, a kemencében létrehozott atmoszféra összetételétől és a kezelt test méreteitől függően. A magnézium-oxid kihajtása során azt lényegében elpárologtatjuk. Ezért gondosan ügyelni kell arra, hogy az anyagot túlságosan
 5 hosszú ideig ne tartsuk az ehhez szükséges magas hőmérsékleten, mivel ennek eredménye a szemcsenagyság 100 µm-es határt túllépő növekedése, vagy a szemcsék anomális jellegű méretváltozása.

A találmány értelmében a kiégetett biszkvites kiindulási testet az átalakulást elősegítő, gyorsító adalékoló segédanyaggal egészítjük ki, mégpedig annyival, hogy
 10 egy adott koncentrációját beállítsuk. Az átalakulást gyorsító adalékoló segédanyag olyan szer, általában elem, amely a szükséges koncentrációban a polikristályos szerkezetű anyagban jelen lévén a szilárdtest folyamatban lezajló átalakuláshoz szükséges időt csökkenti, megkönnyíti az alábbiakban leírandó hőkezelési lépés során a polikristályos szerkezetű anyag egykristályos szerkezetűvé való átalakítását. Az adalé-
 15 koló segédanyag koncentrációjának megválasztásakor határértéknek azt a maximális értéket tekintjük, amely a szilárd halmazállapotú oldékonyságot jellemzi, vagyis azt, hogy belőle a szilárd halmazállapotú polikristályos szerkezetű anyag milyen mennyiséget képes feloldani. Ezt a határértéket az egykristályos szerkezetűvé való átalakítás során nem célszerű túllépni. Az átalakulást gyorsító adalékoló segédanyagok szükséges koncentrációjának meghatározásakor irányadó tehát, hogy annak kisebbnek kell
 20 lennie annál, mint amire szükség van ahhoz, hogy a polikristályos szerkezetű anyagban egy második kristályos fázis alakuljon ki. A polikristályos szerkezetű anyag adalékolása során az adalékoló segédanyagot a polikristályos szerkezetű anyagban eloszlatjuk, és így térfogatilag egyenletes eloszlást biztosítunk számára. Az eddig megvizsgált adalékoló segédanyagok esetében az volt megfigyelhető, hogy a polikristályos
 25 alumínium-trioxidból a zafírrá való átalakulás hatékonysága javul, ha az adalékoló segédanyag koncentrációját az elfogadható határértékig növeljük.

A polikristályos alumínium-trioxidból álló kiindulási test adalékolását elvégeztük krómmal, galliummal és titánnal, majd a folyamatok eredményeit összehasonlítottuk
 30 és azt találtuk, hogy a hasonló méretű, de adalékoló segédanyag nélküli polikristályos alumínium-trioxid anyagú kiindulási testtel összehasonlítva az egykristályos szerkezetű testté való átalakulás sokkal rövidebb idő alatt lezajlott. Erről a későbbiekben a mérési eredmények elemzésekor még szó lesz. Az alumínium-trioxid esetében az átalakulást megkönnyítő adalékoló segédanyagok +3 vegyértékű elemek kationjai, és pedig
 35 olyan elemeké, amelyek szilárd halmazállapotban az alumínium-trioxidban jelentős

mennyiségben oldhatók. A szilárd halmazállapotban megfigyelhető jelentős mértékű oldhatóság azt jelenti, hogy az oldékonysági határt nem meghaladó mennyiségben a szilárd alumínium-trioxidban oldott segédanyag a gyakorlat számára jelentős mértékben megnöveli a zafírrá való átalakulás sebességét. A gyakorlat számára jelentős növelés az óránként néhány centimétert legalább kitevő átalakulási ütemet jelenti, hiszen csak ilyen átalakulási ütemek mellett lehetséges a polikristályos szerkezetű anyagokból kiindulva az egykristályos szerkezetű termékek gazdaságos gyártása. A szilárd halmazállapotú oldhatóság az elfogadhatónak tekintett adalékoló segédanyagok esetében legalább 50 p.p.m. és annál inkább több. A szilárd oldhatósági szinteket az alumínium-trioxid átalakításához használt adalékoló segédanyagok esetében a következő felsorolás adja meg:

Króm	100 %-os szilárd oldhatóság
Titán	mintegy 50 ... 100 p.p.m.
Gallium	20 ... 30 tömeg%.

Más +3 vegyértékű kationok is a szükséges koncentrációban alkalmazva elősegítik az alumínium-trioxid anyagú szerkezet megfelelő hatékonyságú átalakulását. A szokásos adalékoló segédanyagok példái lehetnek a cérium, a samárium, a lantán és a vanádium.

A találmány szerinti eljárás egy célszerű megvalósításában a kiégetett biszkvit anyagú polikristályos szerkezetet úgy adalékoljuk, hogy a polikristályos szerkezetű anyagú testet a kiválasztott adalékoló segédanyag oldatba vitt vegyületéből készített folyadékba merítjük. Az adalékoló segédanyag oldatának tekinthető folyadék általában ionmentes vízzel és benne oldott olyan vegyülettel készül, amely az oldatba merített kiindulási test anyagával érintkezve az adalékoló elem, mint segédanyag ionjainak megfelelő koncentrációban történő felhalmozódását biztosítja. Az oldatba vitt adalékoló segédanyag a polikristályos szerkezetű anyagba való behatolását többféle módon lehet elősegíteni, például a bemerítendő kiindulási testet és az őt befogadó adalékoló oldatot vákuumkamrában rendezzük el és a vákuumkamra csökkentett nyomását meghatározott időn keresztül fenntartjuk. A bemerítés és adott esetben a vákuumkamrás kezelés után a kiégetett biszkvites anyagot az oldatból kiemeljük, célszerűen levegőn tartva kiszárítjuk, majd ezt követően végezzük el a találmány szerinti eljárásnak azt a lépését, amikor az anyagot a kijelölt hőmérséklettartományra felfűtött kemencébe helyezzük és a szilárdtest folyamat lefuttatásával a polikristályos szerkezetet egykristályossá konvertáljuk.

A kiégetett biszkvites kiindulási testet, miután azt az átalakulást gyorsító adalékoló segédanyaggal kiegészítettük és ezzel az utóbbi szükséges koncentrációját biztosítottuk, felhevítjük, mégpedig a kerámia jellegű kiindulási testet alkotó anyag olvadáspontját nem meghaladó hőmérsékletre. A találmány értelmében a hőkezelés hőmérséklete általában a kerámia testet tartalmazó anyag olvadáspontjának felét meghaladja. A fentiekben leírt alumínium-trioxid anyagú kiindulási testeknél a kerámia anyagot 1100 °C hőmérsékletet meghaladó szintre hevítjük, de mindenképpen a hőkezelés hőmérséklete kisebb, mint 2050 °C, vagyis az alumínium-trioxid olvadáspontját nem érjük el. A kemence belsejében a hőmérsékleti viszonyokat úgy állítjuk be, hogy az adalékolt kiindulási test kerámia anyagának tömegében semmiféle olvadási folyamat az alumínium-trioxidból a zafírig vezető konvertálás menetében ne induljon meg és egyúttal az egykristályos szerkezetté való átalakulás célszerűen a kiindulási test egynél több felületénél induljon meg. A szilárdtest folyamatban történő termikus átalakulási (konvertálási) folyamatok számos részlete egyébként a szakirodalomból jól ismert.

A jelen találmány szerinti eljárás egy megvalósítása során a fentiekben már meghatározott Lucalox anyagú, tehát áttetsző kiégetett alumínium-trioxidból álló, 220 mm körüli hosszúságú, mintegy 5 mm külső átmérőjű és 0,5 mm falvastagságú csövet a következők szerint krómtartalmú vegyülettel kezeltünk és így krómmal, mint az átalakulást gyorsító adalékoló segédanyaggal kiegészítettük. Az adalékolás céljából 0,918 g króm(III)-nitrátot $[\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 1 liter ionmentes vízben feloldottunk, amivel az adalékoló króm ionjait mintegy 120 p.p.m. koncentrációban tartalmazó oldatot kapunk. Az előzetesen szinterelt alumíniumcső darabjait mintegy 400 ml adalékoló oldatba merítettük és ezután a kiégetett alumínium-trioxid anyagú csöveket és az őket befogadó adalékoló oldatot vákuumkamrába helyeztük, ahol mintegy 30 percen keresztül mintegy 3400 Pa nyomást tartottunk fenn, majd ezt követően a kiégetett alumínium-trioxid anyagú csöveket kiemeltük a vákuumkamrából és az adalékoló oldatból, majd levegőn hagytuk megszáradni. Az így előkészített kiégetett alumínium-trioxid csövekben a króm, mint az átalakulást gyorsító adalékoló segédanyag mintegy 300 p.p.m. koncentrációban volt jelen. Hasonló eljárással adalékoltunk nagyobb, mintegy 8,8 mm külső átmérőjű, szintén kiégetett alumínium-trioxidból álló csöveket.

Az adalékolt alumínium-trioxid anyagot ezután három lépésben alakítottuk át zafírrá. Először a csöveket szintereltük, ezzel a szükséges sűrűséget, amely, mint említettük legalább $3,90 \text{ g/cm}^3$ értéket jelent, beállítottuk, ezután a magnézium-oxid koncentrációját csökkentettük, hiszen a magnézium-oxid az átalakulást akadályozó

összetevőként szerepel és azt olyan szintre állítottuk be, hogy ezzel már ne legyen képes a polikristályos szerkezetű anyag egykristályos szerkezetté való átalakulását akadályozni, majd végül a csöveket hevítettük és ezzel polikristályos szerkezetüket egykristályossá alakítottuk át. A találmány szerinti eljárás egy változatában ezt a három lépést többszörös hevítési ciklussal valósítottuk meg, vagyis az egyes lépéseknél különböző hőmérsékleti viszonyokat állítottunk be. A három lépést egyébként három vagy több hevítési ciklus során lehet végrehajtani, a hevítési ciklusokat különböző hőmérsékletek jellemezhetik. Egy másik megoldás szerint a három lépést egyetlen folyamatos hevítési ciklusban hajtottuk végre, amikor is mindhárom lépést a kemencében az adalékolt polikristályos test kiemelése nélkül hajtjuk végre. Nyilvánvaló, hogy ha a hőkezelésre használt kemencét nem nyitjuk fel, a három lépés között éles határvonal nem húzható.

A találmány szerinti eljárás egy megvalósítási módjában a polikristályos alumínium-trioxidnak zafírrá való átalakítása a három lépésben úgy történt, hogy egyetlen hevítési folyamatot indítottunk be, vagyis a három lépést azonos hőmérsékleti feltételek között hajtottuk végre. A kiegészített biszkvites anyagot adalékolás után folyamatosan elektromos ellenálláskemence mintegy 1880 °C hőmérsékletű forró zónáján vezettük át, miközben a kemencén 0 °C körüli értéknél kisebb harmatpontú száraz hidrogént áramoltattunk át. Egy másik megvalósítási példánál a három lépésben történő zafírgyártást, vagyis a polikristályos alumínium-trioxid zafírrá történő átalakítását többszörös rövid idejű, kemencében végzett hőkezeléssel hajtottuk végre, mégpedig többszöri behelyezéssel, amikor is a hevítési feltételeket az előzőek szerint biztosítottuk. A kiindulási anyag 100 %-os átalakulásához szükséges időtartam, vagyis az az idő, amit az anyag a kemence forró zónájában akár folyamatos átvezetés során, akár pedig többszörös rövid behelyezések során eltölt, függ az adalékoló segédanyag koncentrációjától, típusától, a magnézium-oxid kiindulási szintjétől és az adalékolt test geometriájától (a vastagabb testnél a méretek miatt a magnézium-oxid mennyiségének az átalakulást megnehezítő szint alá történő csökkentése hosszabb időt vesz igénybe).

Egy másik példa szerint a találmány szerinti eljárásban a krómmal az előzőek szerint adalékolt alumínium-trioxid anyagú csöveket kemencében a következő időtartamokon keresztül kellett tartani és a megemelt hőmérséklet hatásának kitenni (2. táblázat).

2. TÁBLÁZAT

*Átalakulás mértéke a kemence forró zónájában eltöltött időtartam függvényében
(5,0 mm külső átmérőjű csövek)*

Időtartam	3 óra	6 óra	9 óra	12 óra
Minta				
Krómmal adalékolt cső	kb. 8 %-os át- alakulás	kb. 68 %-os át- alakulás	100 %-os átala- kulás	–
Ellenőrző cső	nincs zafír	kb. 5 %-os át- alakulás	–	kb. 83 %-os át- alakulás

5 *Átalakulás mértéke a kemence forró zónájában eltöltött időtartam függvényében
(8,8 mm külső átmérőjű csövek)*

Időtartam	6 óra	9 óra	12 óra	15 óra
Minta				
Krómmal adalékolt cső	kb. 5 %-os át- alakulás	kb. 47 %-os át- alakulás	kb. 90 %-os át- alakulás	100 %-os átala- kulás
Ellenőrző cső	nincs zafír	nincs zafír	nincs zafír	nincs zafír

A 2. táblázatban közölt adatok elemzése azt látszik bizonyítani, hogy a króm-
mal végzett adalékolás után a csövek zafírrá való átalakulása sokkal rövidebb időt
vesz igénybe, mint az ellenőrző, adalékolás nélküli csöveknél. A test méreteinek hatá-
sa teljes mértékben nyilvánvaló, hiszen a nagyobb, vastagabb falú 8,8 mm külső át-
mérőjű csöveknél az átalakuláshoz igen hosszú időre van szükség, minden bizonnyal
10 tekintettel arra, hogy a vastagabb, nagyobb térfogatú részekből a magnézium-oxid
eltávolítása sokkal hosszabb ideig tart.

Az 1. ábrán a titánnal, krómmal és galliummal adalékolt alumínium-trioxid
anyagú testek zafírrá való átalakításának időtartamait az adalékolás nélküli ellenőrző
15 testekkel való összehasonlításban tüntettük fel.

A találmány szerinti eljárás egy másik megvalósításában arra törekedtünk,
hogy összetett szerkezetű testet készítsünk, vagyis olyan testet, amelynek legalább
egy egykristályos és legalább egy polikristályos szerkezetű része van. Az ilyen össze-
tett szerkezetű test polikristályos kiégetett kerámia anyagból álló kiindulási test feldol-
20 gozásával, az egyes részek szelektív adalékolásával készíthető el, amikor is az

adalékolást követően a kiindulási testet az előzőekben már leírt módon hőkezelésnek vetjük alá, hogy ezzel az adalékolt zónákban a szükséges mértékű átalakulást az adalékolatlan zónához képest elérjük.

Megvizsgáltuk azt a lehetőséget, hogy alumínium-trioxid anyagú, polikristályos szerkezetű cső kiégetett anyagán falának hossza mentén spirális alakú mintát 5 rajzoltunk fel. Ezt a rajzolatot a már említett króm(III)-nitrátból készült oldattal festettük fel, vagyis a $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ vegyületet ionmentes vízben oldottuk és így a króm háromvegyértékű ionját mintegy 120 p.p.m. koncentrációban tartalmazó oldatot kaptunk. Ezt az oldatot használtuk fel az alumínium-trioxid anyagú cső felületén készített rajzo- 10 lat mentén a polikristályos szerkezetű anyag adalékolására. A szelektív módon adalékolt csövet az előzőekben leírt módon hőkezeltük és így a találmány szerinti eljárást hajtottuk végre. A hőkezelés eredményeként a krómmal mint adalékoló segédanyaggal feltöltött területen a polikristályos alumínium-trioxid zafírrá alakult, míg a mellette levő zónákban az anyag megőrizte polikristályos szerkezetét. Előnyösen a 15 két tartomány közötti átmeneti zónában sehol sem észleltünk repedéseket.

Egy másik lehetőség szerint az összetett szerkezetű testet úgy állítottuk elő, hogy a kiindulási test egy kijelölt első zónájába a kiválasztott, az átalakítást gyorsító adalékoló segédanyagot egy első, a találmány szerinti eljárást lehetővé tevő koncentrációt elérő mennyiségben bevittük, míg a fennmaradó anyagot jelentő második zónát 20 ugyanennek az adalékoló segédanyagnak egy második, az elsőnél nagyobb koncentrációjáig adalékoltuk. A második koncentráció értéke nagyobb volt, mint az adalékoló segédanyag szilárd oldékonysági határa a kiindulási anyagban, és ezzel a test második zónájában a hőkezeléssel a szemcsék határvonalai mentén egy második fázis kiválásának lehetőségét biztosítottuk. A polikristályos szerkezetű kiindulási testet, te- 25 hát az első és a második zónát ezután a találmány szerinti, a fentiekben leírt hőkezelésnek vetettük alá, vagyis az első zónában az anyagot egykristályos struktúrává alakítottuk át. A test második, nagyobb mértékben adalékolt zónájában, mint említettük, az adalékoló segédanyagnak a szilárd oldékonysági hatámál nagyobb koncentrációja volt jellemző, ezért a szemcsék határvonala mentén az alumínium-trioxid egy második 30 alakulatát jelentő fázis jött létre, amely jelenlétével kizárta, hogy ebben a zónában a polikristályos szerkezetből egykristályos szerkezet képződhessen. A kiindulási test első zónájának anyaga, vagyis a szilárd oldékonysági határ alatti szintig adalékolt anyag konvertálódott, belőle egykristályos szerkezet jött létre.

A találmány szerinti eljárás tehát egy olyan szilárdtest folyamatot hasznosít, 35 amelyben az egyszerű vagy bonyolult alakú kerámia testek a szokásos polikristályos

szerkezetű anyagformázási technikákból kiindulva készíthetők elő, és ezt követően a viszonylag könnyen létrehozott kiindulási minta polikristályos szerkezetű anyagát megolvasztás nélkül egykristályos szerkezetűvé alakítjuk át. Az egykristályos szerkezetű test tehát megőrzi a polikristályos szerkezetű kiindulási test alakját, vagyis a ta-
 5 lálmány szerinti eljárással sokféle olyan alakú test készíthető el egykristályos szerkezetben, amelyek előállítására az olvasztásos húzásra vagy a zónás olvasztásra épülő eljárások nem alkalmasak. A zafírt alumínium-trioxid polikristályos szerkezetének átalakításával eredményező kiindulási anyagok lehetnek szál formájúak, amelyek például szerkezeti erősítő összetevőkként hasznosíthatók vagy cső formájúak, mint amilyenekről az előzőekben a találmány szerinti eljárás ismertetése során beszámoltunk. A
 10 fényforrásokban hasznosított egykristályos alkatrészek általában éppen a fentiekben említett csövek, amelyek fényáteresztő jellemzői kiválóak, mind a teljes áteresztésre, mind pedig a szórt fény áteresztésére vonatkozóan és a találmány szerinti eljárással előállított anyagok felhasználásával készült fényforrásoknál a hatékonyságban (vagyis az előállított fényáram nagyságában) mintegy 10 % és mintegy 15 % közötti javulás észlelhető.

A jelen találmány szerinti eljárással polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid konvertálásával zafír anyagú csövek állíthatók elő. Ez különösen azoknál a csöveknél lényeges, amelyeket a nagynyomású nátriumgőzlámpák gázkisülő csöveinél alkalmaznak. A 2. ábra egy ilyen nagynyomású nátriumgőzlámpa oldalnézetét mutatja,
 20 ahol 10 fényforrás a találmány szerinti eljárással elkészített 20 gázkisülő csövet tartalmaz. A 20 gázkisülő cső üreges test, 22 belső és 24 külső felülettel rendelkezik. A 22 belső felülettel határolt térbe kerül a nátrium, amelyből a 10 fényforrás üzeme során a nagynyomású keverék alakul ki. A találmány szerinti eljárás lehetővé teszi, hogy
 25 olyan újszerű szerkezeti felépítésű 20 gázkisülő csövet hozzunk létre, amely mind a diffúz tartományban, mind a teljes színeképtartományban a fényt a jelenleg ismert nagynyomású nátriumgőzlámpákban alkalmazott és polikristályos szerkezetű alumínium-trioxidból készült 20 gázkisülő csövekhez viszonyítva jelentősen megnövekedett mértékben engedi át és így a 10 fényforrás hatékonyságának növelését biztosítja.

A találmány szerinti eljárás lehetővé teszi olyan termékek és közöttük 20 gázkisülő csövek előállítását, amelyek egyik tartománya egykristályos szerkezetet mutat, míg másik tartománya polikristályos szerkezetű anyagból áll. Így tehát a 2. ábrán bemutatott fényforráshoz készíteni tudunk olyan újszerű 20 gázkisülő csövet, amelynek 22 belső felületénél egykristályos szerkezetű anyag, különösen zafír van,
 35 míg 24 külső felületét lényegében polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid határol-

ja. Ennek a megoldásnak az az előnye, hogy a zafír felület a nátrium agresszív hatá-
sával szemben a polikristályos szerkezetű anyaggal összehasonlítva sokkal jobb el-
lenállást mutat, míg a 24 külső felület polikristályos szerkezetű anyaga a 20 gázkisülő
cső megkívánt viszonylag nagy szilárdságát kölcsönzi a szerkezetnek. Ugyanígy a
5 fordított felépítésű termék is elkészíthető, vagyis a 22 belső felületnél van jelen az
alumínium-trioxid polikristályos szerkezetű anyaga, míg a 24 külső felületet lényegé-
ben az egykristályos szerkezetű zafír határozza meg. Adott esetben a 20 gázkisülő
cső anyaga teljes térfogatában egykristályos szerkezetű, ezt a találmány szerinti eljá-
rás lehetővé teszi.

10 A jelen találmány szerint előállított zafírt az olvadék húzásával előállított
anyagtól az különbözteti meg, hogy benne a pórusok véletlenszerűen oszlanak el,
felületi topográfiája egészen sajátos. Ez utóbbi azt jelenti, hogy a zafír felületén a
polikristályos alumínium-trioxid kiindulási anyagában jelen levő szemcsék középpont-
jainak megfelelő helyen az átalakulás után kisebb magasságú csúcspontok alakulnak
15 ki, és a hullámos felület benyomását erősítik azok a tartományok, amelyek az átalaku-
lás előtti szemcsék határvonalainak felelnek meg, mivel itt bemélyedések jönnek létre.
A szokásos, olvadékból húzással készült zafíroknál a porozitás lineáris eloszlást mu-
tat, mivel a húzás folyamatában az anyagban buborékok keletkeznek és ezek kelet-
kezési üteme viszonylag egyenletes; a felületi hullámosság egyáltalában nem észlel-
20 hető.

Az előzőekben a találmány szerinti eljárás számos különböző változatát ismer-
tettük, mégpedig az alumínium-trioxid példáján, de szakember számára nyilvánvaló,
hogy igen sok, a fentiekől eltérő megoldás adódik, amelyek az itt ismertetett lépések
kis mértékű megváltoztatásaiból, illetve eltérő anyagválasztásból adódnak. Ezért úgy
25 tekintjük, hogy igénypontjaink az itt ismertetett példákon túlmenően határozzák meg
az igényelt oltalmi kört, hiszen minden részletre kitérően a legfontosabb jellemzőket
nem lehet bemutatni.

Így például a találmány szerinti eljárás bemutatásakor hivatkozott Lucalox
nevű, biszkvites kiégetett áttetsző anyag előállításában felhasznált alumínium-trioxid
30 helyébe más anyagok is beilleszthetők. Az ismert megoldások szerint megfelelő kiin-
dulási anyag készíthető például porított alumínium-trioxidból, amikor annak kiégetése
során már az adalékoló segédanyagokat figyelembe vesszük. Így a porított alumíni-
um-trioxid feldolgozására vonatkozó eljárást például az US-A 3,026,210 és az US-A
4,150,317 Isz. US szabadalmi leírások ismertetnek. Az adalékoló segédanyagot a po-
35 likristályos test szerkezetének kialakításához használt nyersanyagokba is beépíthet-

jük, ugyanúgy, ahogy az alumínium-trioxidba kerülő magnézium bevitelét az említett két US szabadalmi leírás is bemutatja. A kiindulási anyagokat a fentiekben bemutatott módon vagy hasonló, szakember számára jól ismert hatékony eljárásokkal lehet előkészíteni, így a találmány szerinti eljárás megvalósításához megfelelő tisztaságú, sűrűségű, szemcsenagyságú és szemcsestruktúrájú anyagok választhatók.

5 A találmány szerinti eljárást az előzőekben lényegében csak a polikristályos alumínium-trioxid egykristályos szerkezetű zafírrá való átalakításának példáján mutatuk be. Ez azonban egyáltalában nem jelenti azt, hogy más polikristályos szerkezetű anyagok a hozzájuk illesztett adalékoló segédanyagok jelenlétében, ha kívánt mértékben tiszták és megfelelően pórusmentesek, nem alakíthatók át olyan egykristályos szerkezetté, amelynek konverzióját az adott anyag típusához megválasztott mennyiségű és koncentrációjú adalékoló segédanyag segíti elő, ha a megfelelő hőmérsékletű hőkezelést biztosítjuk, amelynél az anyag olvadáspontja alatti szinten maradunk, megfelelő atmoszférát biztosítunk és egyúttal a szükséges tisztasági és porozitási feltételeket teljesítjük.

10

15

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás adalékolt, polikristályos szerkezetű anyag egykristályos szerkezetű anyaggá való átalakítására, amikoris kerámia jellegű polikristályos, különösen alumínium-trioxid anyagú kiindulási testet hőhatás mellett egykristályos, különösen zafír anyagú testté alakítunk át és ebből a célból a kerámia jellegű polikristályos kiindulási test anyagának legalább egy részét az átalakulást gyorsító segédanyaggal adalékoljuk és a segédanyag előre meghatározott koncentrációját beállítjuk, *azzal jellemezve*, hogy az előre meghatározott koncentrációig adalékolt kiindulási test anyagának legalább egy részét kezelési hőmérsékletre melegítjük, a kezelési hőmérsékleten előre meghatározott ideig tartjuk és ezzel a megfelelő koncentrációra adalékolt polikristályos, különösen alumínium-trioxid anyagú kiindulási testet egykristályos szerkezetű anyagú, különösen zafír anyagú egykristályos testté alakítjuk, ahol a kezelési hőmérséklet az adalékolt polikristályos szerkezetű anyag olvadáspontjának felénél nagyobb, de ugyanannak az anyagnak az olvadáspontjánál kisebb.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kiválasztott koncentráció kisebb, mint az átalakulást gyorsító segédanyagnak a polikristályos szerkezetű anyagban, adott esetben alumínium-trioxidban való szilárd halmazállapotú oldódási határa.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az előre meghatározott koncentrációt a polikristályos szerkezetű anyagban, adott esetben alumínium-trioxidban második kristályos fázis létrejöttét eredményező koncentrációnál kisebb értékre választjuk.

4. Az 1. – 3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az átalakulást gyorsító segédanyagként +3 vegyértékű elem kationját tartalmazó készítményt alkalmazunk.

5. Az 1. – 4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az átalakulást gyorsító segédanyagot króm, gallium, titán, vanádium, cérium, lantán és szamárium közül választjuk és közülük legalább egyet alkalmazunk.

6. Az 1. – 4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a polikristályos kiindulási test melegítése során a polikristályos szerkezetű anyagot, különösen az alumínium-trioxidot szintereljük, ezzel sűrűségét megnöveljük, rajta hőkezelést hajtunk végre, amivel az átalakulást nehezítő szennyezéseket eltávolítjuk és a megnövelt sűrűségű kiindulási testet a kezelési hőmérséklet alkalmazásával egykristályos testté, különösen zafírrá alakítjuk.

7. Eljárás egykristályos alumínium-trioxid anyag előállítására, amikor alumínium-trioxidból álló kiindulási testből hő alkalmazása mellett legalább részben egykristályos szerkezetű testet készítünk, *azzal jellemezve*, hogy a polikristályos alumínium-trioxid anyag legalább egy részét adott esetben a kiindulási test elkészítése előtt az

5 átalakulást gyorsító segédanyaggal egy meghatározott koncentrációig adalékoljuk, majd az adalékolt polikristályos alumínium-trioxid testet kezelési hőmérsékletre melegítjük és ezen a hőmérsékleten tartva a meghatározott koncentrációig adalékolt polikristályos alumínium-trioxid legalább egy részét zafírrá alakítjuk, amikor a kezelési hőmérsékletet az adalékolt alumínium-trioxid olvadáspontjának felét meghaladó, de

10 olvadáspontja alatt maradó értékre állítjuk be.

8. A 7. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az átalakulást gyorsító segédanyagot +3 vegyértékű elem kationját tartalmazó anyagként választjuk meg.

9. A 7. vagy 8. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az átalakulást gyorsító segédanyagként krómot, galliumot, vanádiumot, cériumot, lantánt, szamáriumot vagy titánt alkalmazunk.

15

10. A 7. – 9. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az alumínium-trioxid anyagú kiindulási testből zafírt tartalmazó első részből és polikristályos alumínium-trioxidot tartalmazó második részből álló összetett szerkezetű testet hozunk létre.

20 11. A 10. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kiindulási testben az első résznek megfelelő térfogatban az alumínium-trioxidot az átalakulást gyorsító segédanyaggal az előre meghatározott koncentrációig adalékoljuk, míg a második részt adalékolás nélkül hagyjuk, majd az adalékolt polikristályos alumínium-trioxidot tartalmazó részt a kezelési hőmérséklet hatásával zafírrá alakítjuk, miközben a

25 második részt polikristályos szerkezetben hagyjuk.

12. A 10. vagy 11. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kiindulási testben az első résznek megfelelő térfogatot az átalakulást gyorsító segédanyaggal az előre meghatározott koncentrációig adalékoljuk, a második részt az átalakulást segítő segédanyaggal legalább második fázis kialakulását eredményező koncentrációig adalékoljuk, ahol a második fázis kialakulását eredményező koncentráció nagyobb, mint az átalakulást gyorsító segédanyagnak a polikristályos alumínium-trioxid alapú kerámia anyagban való oldhatósági szintje, ezzel a kiindulási testben a második résznek megfelelő térfogatban a szemcsék határvonalai mentén a zafírrá való átalakulást késleltetjük és második fázist hozunk létre, miközben az adalékolt polikristályos

30 alumínium-trioxid alapú kiindulási testet kezelési hőmérsékletnek vetjük alá és ezzel a

35

zafirt tartalmazó első részt, valamint a polikristályos többfázisú alumínium-trioxidot tartalmazó összetett anyagú második részt elkészítjük.

5 13. A 7. – 12. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a polikristályos alumínium-trioxid alapanyagból szál vagy cső alakú egykristályos kerámia testet hozunk létre.

14. A 13. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy cső alakú kerámia testet készítünk, amelynél az összetett szerkezetű test első részének zafir anyagát a cső belső felülete mentén alakítjuk ki, míg a polikristályos szerkezetű második részt a cső külső felületénél hozzuk létre.

10 15. Gázkisülő cső, különösen nagy intenzitású kisülő lámpa kialakításához, amely alumínium-trioxid alapú, pórusokat tartalmazó anyagból álló cső alakú testként van kiképezve, *azzal jellemezve*, hogy a cső alakú test anyaga legalább részben egykristályos szerkezetű alumínium-trioxidból, különösen zafirból áll.

15 16. A 15. igénypont szerinti gázkisülő cső, *azzal jellemezve*, hogy a cső alakú test belső felülete (22) egykristályos szerkezetű alumínium-trioxidból, különösen zafirból áll, míg külső felületének (24) anyaga polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid.

20 17. A 15. igénypont szerinti gázkisülő cső, *azzal jellemezve*, hogy a cső alakú test belső felületének (22) anyaga polikristályos szerkezetű alumínium-trioxid, míg külső felülete (24) egykristályos szerkezetű alumínium-trioxidból, különösen zafirból áll.

18. A 15. – 17. igénypontok bármelyike szerinti gázkisülő cső, *azzal jellemezve*, hogy az egykristályos szerkezetű alumínium-trioxid, különösen zafir külső felületén polikristályos alumínium-trioxid szemcsés szerkezetének megfelelően a szemcséknek megfelelő részen csúcspontok, a szemcsehatárokon bemélyedések vannak.

25 19. A 15. – 18. igénypontok bármelyike szerinti gázkisülő cső, *azzal jellemezve*, hogy anyagában az egykristályos szerkezetű alumínium-trioxidból, különösen zafirból álló részben véletlenszerű eloszlást mutató pórusok vannak.

30



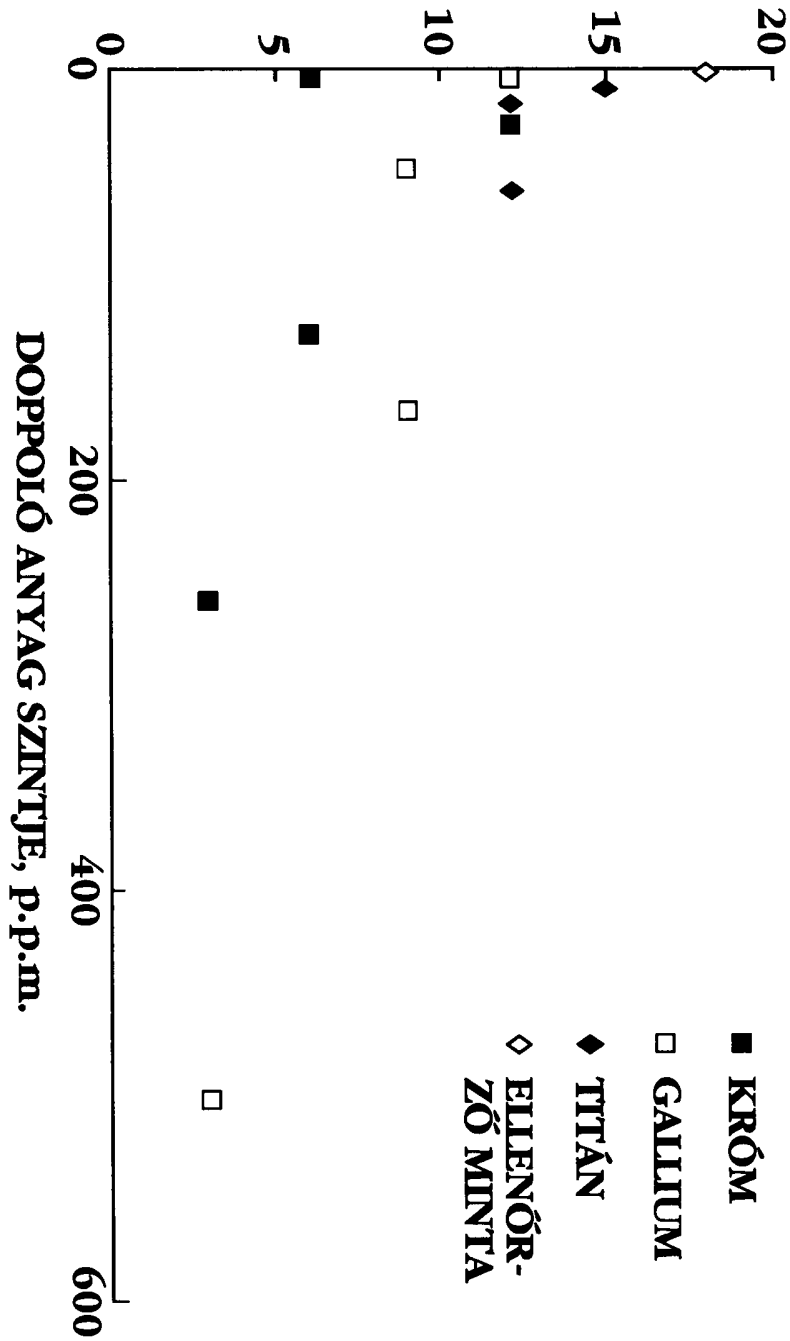
A bejelentő helyett
a meghatalmazott:

DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.
18.

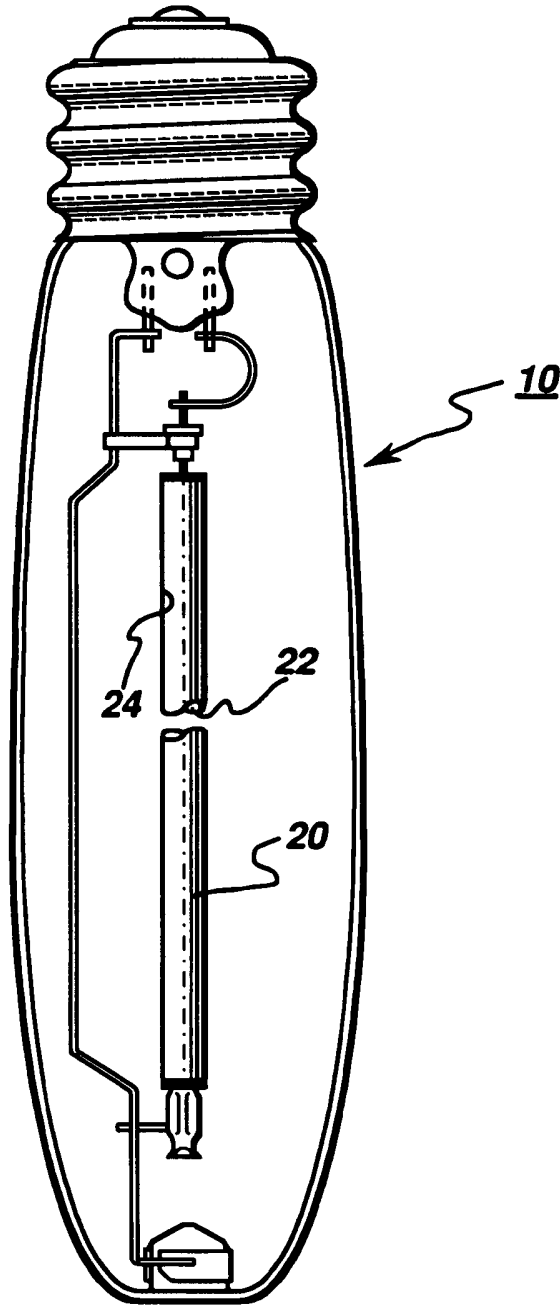


Aktaszámunk: 80922-1663/NE-Ko
Ügyintézőnk: Nagy Ernő

TARTÓZKODÁSI IDŐ A FORRÓ ZÓNÁBAN, ÓRA



1. ÁBRA



2. ÁBRA

