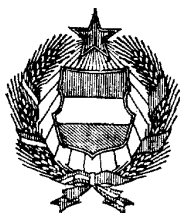


MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

179748

Bejelentés napja: 1974. I. 15.

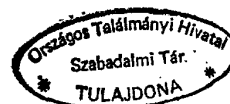
(PU—189)

Közzététel napja: 1979. I. 27.

Megjelent: 1984. III. 31.

Nemzetközi osztályozás:

H 01 J 9/02
H 01 J 61/073



Feltaláló:

Puskás Ferenc műszaki szaktanácsadó, Budapest

Fém-kerámia porkohászati szintertest anyagú katód nagynyomású nátriumgőzlámpa kisülési csövének lezárásához és eljárás annak előállítására

1

Jelen találmány tárgya fém-kerámia (cermet) porkohászati szintertest anyagú katód (áramátvezető-elektroda, v. csőlezáró-sapka) nagynyomású nátriumgőzlámpák kisülési csövének lezárására és eljárás annak előállítására.

A korszerű világítástechnika egyre nagyobb fényerejű és egyre nagyobb élettartamú világítótesteket igényel. Fontos alapkövetelmény továbbá az energiahasznosítás fokozása, vagyis az újfajta fényforrásoknak azonos energia betáplálása esetén nagyobb fényerőt kell biztosítaniuk, vagy kisebb energiával működtetve azonos fényerővel kell világítaniuk, mint a hagyományos fényforrásoknak. A fokozott követelményeknek a halogén-, a higanygőz- és a nagynyomású nátriumgőzlámpák felelnek meg legjobban. A legjobb energiahasznosítással az utóbbiak rendelkeznek.

A nyilvánvaló előnyök ellenére a nagynyomású nátriumgőzlámpák elterjedése meglehetősen lassú. Ha e ténynek az okát vizsgáljuk, első helyen a lámpák úgynevezett világítócsöveinek előállításával és a csöveknek az elektródákkal történő lezárásával kapcsolatos nehézségeket találjuk. A világítócsövek, közelebbről fényáteresztő-, sűrű-, sokkristályos alumíniumoxid-kerámia-csővek automatizált sorozatgyártásra is alkalmas új előállítási módszere a BO—1226 alapszámú magyar találmányi bejelentésben leírt eljárás gyakorlati megvalósítása az elterjedést gátló egyik lényeges okot lényegében megszünteti. Az akadályozó tényezők másik részére jelen találmányi megoldás- és eljárás kidolgozásával kívántunk orvoslatozt találni.

179748

2

A nagynyomású nátriumgőzlámpák világítócsövének elektródákkal történő lezárására számos szabadalmaztatott eljárás ismeretes. Ezek közül leglényegesebbek az amerikai General Electric, a holland Philips, a német Osram cég szabadalmai. A szabadalmaztatott csőlezárási eljárások elektróda fémek — főként nióbium — lemezeiből készített záróelektróda sapkákat alkalmaznak. A lemezek alakítása rendkívül körülményes, mivel az anyagok törékenyek. Nehezíti a helyzetet, hogy az ionizációt elősegítő és a megfelelő fényösszetételt és fényerőt biztosító nátrium és higany töltetnek az elektródákkal leforrasztott csőbe való bejuttatását és vákuumozását az elektródához hegesztett ún. szívócsővel oldották meg. A szívócső anyaga kevésbé rideg fém és tulajdonképpen a kerámia-cső vákuumozása utáni lezárását is biztosítja azáltal, hogy az alkalmazott összesajtolás által vákuumzáróvá válik. Az elektródák készítése, a cső lezárása, töltése, vákuumozása, vákuumzárása bonyolult feladat. Az eljárások nagy vonalakban a következő technológiai lépéseket tartalmazzák:

Az elektródasapkák kivágása lemezből (furattal és esetleg peremmel). A szívócső lesabása csőanyagból. Az elektródasapka és a szívócső összehegesztése leginkább elektronsugaras hegesztés által. A kerámia-cső végeinek nagyhőmérsékletű aktív fémzése (ragasztásnál ez elmarad). A kerámia-cső és az elektródasapka összeforrasztása, vagy összeragasztása. Az ionizációs töltet behelyezése. A világítócső vákuumozása a szívócsővön keresztül. Végül a vákuumzárás biztosítása a szívócső összesajtolása által. Nyilvánvaló, hogy érdemleges előre-

haladást a világítócső lezáratechnológiájának fejlesztésében csak a műveletek számának csökkentésével, illetve a műveletek összevonásával lehetne elérni. A gyakorlatban az alatechnológia fejlesztése valóban ezekben az irányokban történt és ez a tény eredményezte a szabadalmaztatott eljárások nagyfokú hasonlóságát és viszonylag nagy számát. A fémlemez és általában a fémanyagú elektródákkal történő kerámia-cső-lezárási eljárásoknak másik komoly problémája a hőtágulási együttható-különbség kérdése. Tudniillik az elektróda-fém-lemezek anyaga csak nagyon finom kristályokból állhat, mert különben az elektródákká történő feldolgozása fokozott ridegség, törékenységi következtében lehetetlenné válna. A finomszerkezetű fémeknek viszont közismerten nagyobb a hőtágulási együtthatójuk, mint a durvakristályos szerkezetűeknek. A lámpák üzemeltetési körülményeiből következően a világítócsövek minden kapcsolásnál hőmérsékletváltozást szenvednek. Bekapcsoláskor a lámpa felmelegszik mintegy $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletre, kikapcsoláskor pedig lehűl a környezet hőmérsékletére. A hőtágulási együttható különbségek folytán a hőmozgás következtében a kerámia-cső gyakran megreped, eltörik, s ezáltal a világítócső, illetve a lámpa tönkremegy. Ezen a problémán úgy igyekeztek túltenni magukat a gyártóművek, hogy olyan hőtágulási együtthatójú ragasztó, vagy forrasztó anyagokat alkalmaztak, amelyek mintegy átmenetet képezve a két összekötendő anyag között, kiegyenlítették a hőtágulási együttható különbségekből származó feszültségeket. Alapvető változást hozott a magyar Egyesült Izzó Rt. által kifejlesztett és alkalmazásba vett szabadalmaztatott elektróda megoldás és csőlezárási szisztéma. Az elektródák e módszer szerint ugyanolyan fénytároló, sűrű, sokkristályos alumíniumoxid-kerámiából készülnek, mint a lezárandó csövek. Ily módon a hőtágulási együtthatók is azonosak. Mivel azonban az alumíniumoxid kiváló szigetelőanyag, meg kellett oldani az elektromos áram átvezetésének problémáját, hiszen az elektródáknak ez az egyik alapvető feladata. A megoldást a kerámiának wolframréteggel történő bevonása jelentette. A felgőzöléssel, vagy más módon felvitt wolframréteg vastagsága elegendő ahhoz, hogy a szükséges mennyiségű elektromos áramot átvezesse, viszont nem elégséges a káros hőtágulás okozta feszültségek létrejöttéhez. A ragasztó, vagy forrasztóanyag kiegyenlítő szerepére tehát ennél a megoldásnál nincs is szükség. A csövek töltése és vákuumozása, valamint lezárása sem igényli a komplikált szívócsöves megoldásokat. A ragasztóanyaggal ellátott elektródák egyikét ugyanis a kerámia-cső alsó végére helyezik, a felső nyitott végén betöltik az ionizációs töltetet, majd a felső csővégre is ráhelyezik az elektródát. Ezek után a csövet vákuumkemencébe helyezik, ahol is a vákuumozás és a ragasztás egy menetben történik meg. Ez a módszer lehetővé teszi a cső töltésének, vákuumozásának és lezárásának automatizálását is.

Természetesen nem csak ez az egyetlen lehetséges megoldás, mint ahogy azt sem állítjuk, hogy az általunk kidolgozott módszertől eltérő és mégis megfelelő eredményű módszerek már nem lesznek kidolgozhatóak. Ennek ellenére úgy véljük, sikerült hozzájárulnunk a nagynyomású nátriumgőzlámpák világítócsöveinek gyártástechnológiai fejlesztéséhez jelen találmányunk eljárásának kifejlesztése által.

A találmány új típusú katód (csőlezárási-sapka) nagynyomású nátriumgőzlámpa fénytároló, sűrű, sok-

kristályos alumíniumoxid-kerámia anyagú kisülési csövek forrasztás, vagy ragasztás által rögzítve történő lezárására. A porkohászati úton előállított fémkerámia (cermet) szinterest-katód teljes keresztmetszetében elektróda-fém vagy elektróda-fémek, mint nióbium, molibdén, rénium, wolfram, tantál legalább 50% arányban és fémoxid vagy fémoxidok, mint alumíniumoxid, berilliumoxid, zirkóniumoxid, titánoxid keverékéből álló legfeljebb 50%-os arányú vákuumzáró és a kisülési cső végére illeszkedő rögzítő 1 hornya vagy 2 válla, a kisülési csőbe benyúló 3 csúcsa, és külső 4 rögzítő-üreg vagy 5 csúcsa van.

A találmány szerinti fémkerámia anyagú szinterest katód porkohászati előállítására szolgáló eljárás alapján elektróda — fém, vagy fémek — mint nióbium, molibdén, rénium, tantál, wolfram — vagy ezeknek fémme redukálható vegyületét, legalább 50%-ban — fémoxid-dal vagy fémoxidokkal — mint alumíniumoxid, berilliumoxid, zirkóniumoxid, 50 mikrométernél kisebb, előnyösen 5 mikrométer átlagos szemcse nagyságú porát, legfeljebb 50%-ban önmagában ismert módon képleny alakítással formázzuk — adott esetben $1000\text{--}1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten legalább 5 perces hőntartással előcégjük —, majd redukáló gázatmoszférában, vagy vákuumban eszközölt $1800\text{--}2200\text{ }^{\circ}\text{C}$ — célszerűen $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletű — zsugorító hőkezeléssel és legalább 5 perces hőntartással sűrű, sokkristályos szinterestté alakítjuk.

A találmány szerinti katód-megoldás közelebbről a következőkben tér el az eddig ismert, illetve nyilvánosságra hozott megoldásokhoz képest: Az eljárás szerint a katódok fémkerámia (cermet) anyagúak, vákuumzáró tömörségűek és a porkohászati előállítási mód lehetőségeinek megfelelően a legcélszerűbb alakúak és méretűk lehetnek. A hőtágulási együttható tághatárok között szabályozható a fém—fémoxid arány változtatásával. A kívánalmaknak megfelelően a legoptimálisabb fém—fémoxid összetétel alkothatja a katódok anyagát.

Lényegében tehát a fémlemezről készült katódok előnyös tulajdonságai — mint a jó elektromos- és hővezetőképesség — egyesül a kerámiából készült katód előnyös tulajdonságaival, mint amilyen a szívócső nélküli töltés, vákuumozás és vákuumzárás lehetősége, valamint a kerámia-csővel azonos hőtágulási együttható elérésének biztosítása. A fém-kerámia anyagú katódot nem szükséges elektromosan vezető fémréteggel bevonni, hiszen ugyanúgy vezeti az elektromos áramot, mint a fémlemezről készült katód. A porkohászati úton előállított fém-kerámia katódok segítségével a nagynyomású nátriumgőzlámpák kisülési kerámia-csőjeinek ionizáló töltettel történő töltése, vákuumozása, vákuumzáró ragasztása vagy forrasztása teljes egészében automatizálható.

A találmány szerinti eljárást a könnyebb érthetőséget előmozdító alábbi példákkal kívánjuk ismertetni anélkül, hogy ez a találmányi eljárásra bármilyen mértékű korlátozást jelentene:

60 1. példa

A találmány szerinti eljárás alapján nióbium-fém 8 mikrométer átlagos szemcse nagyságú porából 25 súly%-ot, wolfram-fém 3 mikrométer átlagos szemcse nagyságú porából 35 súly%-ot és alumíniumoxid 1 mik-

rométer átlagos szemcsefinomságú porából 40 súly%-ot keverünk össze az említett porok összsúlyának 3%-át kitevő, előzőleg már benzinben feloldott paraffinnal. A paraffinos porkeverékből ezután eltávolítjuk a benzint és a porkeveréket 0,5–1 mm szemcseméretű granulátummá alakítjuk. A granulált porkeveréket automata sajtológépen 10^8 Pa fajlagos nyomással acélszerszám segítségével a kívánt formára hozzuk. A formázott nyers fém-kerámia-katódokat műszéndarabba, vagy alumíniumoxid-porba ágyazva hidrogén-védőgázban kemencében $1000\text{ }^\circ\text{C}$ -on kiizzítjuk. Az előégetett katódokat hidrogén-védőgáz-, vagy vákuumkemencében $2000\text{ }^\circ\text{C}$ -on zsugorítjuk. A kész fémkerámia-katódokat a ragasztási 1 horonyban, vagy ragasztási válfelületen a nátrium- és higany gőzeinek nagy hőmérsékleten is ellenálló, úgynevezett rezisztens vákuumzáró üvegalapú ragasztóréteggel látjuk el. (Ilyen ragasztóüveg a 961 670 Brit Pat., illetve a 3 825 643 US Pat. alapján gyártott és kereskedelmi forgalomban kapható rezisztens anyag.) A ragasztóanyaggal ellátott katóddal ezután lezárjuk a függőlegesen állított kerámicső alsó végét, majd a cső felső szabad végén keresztül behelyezzük az ionizációs töltetet (amelyet előzőleg előnyösen mélyhűtöttünk), végül a cső felső végére ráhelyezzük a ragasztóanyaggal ellátott katódot. Ezután a csövet levákuumozzuk és a felső véget is lezárjuk. (A lezáráshoz a csővégeket indukciós fűtéssel hevítjük a ragasztóanyag kötési hőmérsékletére.) A kész világítótesteket begyújtással felvillantva minőségi ellenőrzésnek vetjük alá, majd a burával és foglalattal kész lámpává építjük össze. Azonos eredményt érünk el akkor is, ha a fémkerámia-katód előállításához fémegyenértéksúlynyi nióbbiumoxidot és wolframoxidot alkalmazunk. Ez esetben csak a zsugorítás végső szakaszában szükséges redukáló atmoszférát létesíteni a kemencében. Az elektródafémek ugyanis kisebb energiával kötik meg az oxigént mint pl. az alumínium és ennek következtében könnyebben is adják le azt. E tulajdonságuk következtében a redukáló kemenceatmoszférában az alumíniumoxid változatlan marad, az elektródafémek-oxidjai pedig fémmé redukálódnak.

2. példa

A találmány szerinti eljárás alapján megvizsgáltuk és úgy találtuk, hogy molibdén-fém 5 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porából 85 súly%-ot, rénum-fém 3 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porából 5 súly%-ot, tantál-fém 3 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porából 5 súly%-ot és wolfram-fém 2 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porából 5 súly%-ot összekeverve cirkóniumoxid 8 mikrométer átlagos szemcsenagyságú és 90 súly%-nyi porával, valamint berilliumoxid 1 mikrométer átlagos szemcsenagyságú 8 súly%-nyi porával

és titándioxid 0,5 mikrométer átlagos szemcsenagyságú 2 súly%-nyi porával, $2200\text{ }^\circ\text{C}$ -on zsugorítható — kizárólag vákuumban — fém-kerámia porkeveréket kapunk. A porkeverék feldolgozása katóddá és egyéb műveletek kivitelezése az előző példában megadott módon történik, azzal a különbséggel, hogy az előégetést is vákuumban végezzük. A keverékben a fém : kerámia aránya 1 : 1-hez, tehát 50–50%.

3. példa

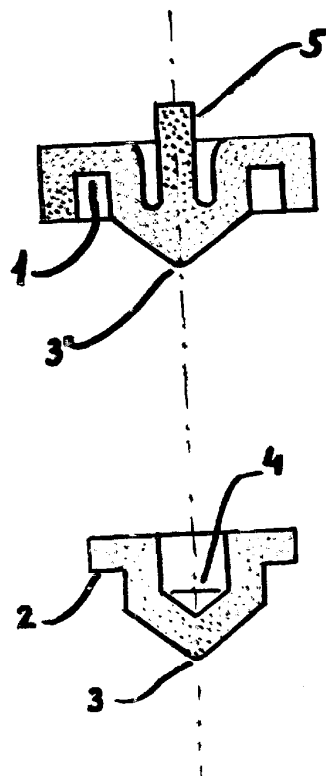
Kisebb hőmérsékleten zsugorítható a wolframtrioxid 1 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porából 60 súly%-ot, molibdéntrioxid 1 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porából 10 súly%-ot és alumíniumoxidból készített 0,7 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porból 25 súly%-ot, valamint titándioxid 0,5 mikrométer átlagos szemcsenagyságú porából 5 súly%-ot tartalmazó keverék. Ebben az esetben az előégetést oxidáló atmoszférában, míg a zsugorítást redukáló atmoszférában végezzük, $1800\text{ }^\circ\text{C}$ hőmérsékleten. Egyéb eljárási műveleteket az 1. példában megadott módon végezzük.

Szabadalmi igénypontok

1. Új típusú katód, nagynyomású nátriumgőzlámpa fényáteresztő, sűrű, sokkristályos alumíniumoxid-kerámia anyagú kisülési csővének forrasztás, vagy ragasztás által rögzítve történő lezárására, azzal jellemezve, hogy a teljes keresztmetszetében elektródafém, vagy elektródafémek — mint nióbbium, rénum, molibdén, wolfram, tantál, legalább 50%-os arányban — és fénoxid, vagy fénoxidok szemcséinek legfeljebb 50%-os arányú keverékéből álló, vákuumzáró tömörségű és elektromosan vezető fém-kerámia (cermet) katódnak a kisülési cső végére illeszkedő hornya (1), vagy válla (2), a kisülési csőbe benyúló csúcsa (3) és külső rögzítő ürege (4), vagy rögzítő csúcsa (5) van.

2. Eljárás az 1. igénypont szerinti fém-kerámia (cermet) anyagú új típusú katód előállítására, azzal jellemezve, hogy elektróda-fém, vagy elektródafémek — mint nióbbium, rénum, molibdén, wolfram, tantál —, vagy adott esetben ezek redukálható vegyülete legalább 50%-os arányban — mint alumíniumoxid, berilliumoxid, cirkóniumoxid, titándioxid — 50 mikrométer alatti, előnyösen 10 mikrométernél kisebb átlagos szemcsenagyságú porát legfeljebb 50%-os arányban összekeverjük, önmagában ismert módon plasztifikáljuk, granuláljuk és képlékeny alakítással formázzuk, $1000\text{--}1350\text{ }^\circ\text{C}$ -on legalább 5 perces hőntartással előégetjük, végül redukáló gázatmoszférában, vagy vákuumban foganatosított zsugorító hőkezeléssel $1800\text{--}2200\text{ }^\circ\text{C}$ -on legalább 5 perces hőntartással sűrű, sokkristályos szintertestté alakítjuk.

1 db rajz, 1 ábra



179748
Nemzetközi osztályozás:
H 01 J 9/02
H 01 J 61/073