



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

51 Int. Cl.³: C 09 K 11/463
C 09 K 11/467
H 01 J 1/63



Erfahrungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

12 PATENTSCHRIFT A5

638 558

21 Gesuchsnummer: 428/78

73 Inhaber:
N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven
(NL)

22 Anmeldungsdatum: 16.01.1978

72 Erfinder:
Cornelis Wilhelmus Anthonius Schetters,
Eindhoven (NL)
Marinus Gerardus Antoine Tak, Eindhoven (NL)
Abraham Sonneveld, Eindhoven (NL)

24 Patent erteilt: 30.09.1983

74 Vertreter:
Patentanwaltsbureau Isler & Schmid, Zürich

45 Patentschrift
veröffentlicht: 30.09.1983

54 Lumineszierendes Aluminat.

57 Das lumineszierende, mit Cer, mit Cer und Terbium oder mit Cer und Mangan aktivierte Aluminat mit Magnetoplumbitkristallstruktur enthält mindestens eines der Elemente B, Si und P in einer Menge von 0,001 bis 0,20 Mol pro Mol Aluminat, wodurch verbesserte Luminzenzeigenschaften erhalten werden. Vorzugsweise verwendet man diese Aluminate in Leuchtschirmen, z.B. für Niederdruckquecksilber-Dampfentladungslampen.

PATENTANSPRÜCHE

1. Lumineszierendes mit Cer, mit Cer und Terbium oder mit Cer und Mangan aktiviertes Aluminat mit Magnetoplumbitkristallstruktur, dadurch gekennzeichnet, dass das Aluminat mindestens eines der Elemente B, Si und P in einer Menge von 0,001 bis 0,20 Mol pro Mol Aluminat enthält.

2. Aluminat nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Aluminat B und/oder Si enthält.

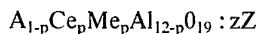
3. Aluminat nach Patentanspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die B-, Si- und/oder P-Menge 0,005 bis 0,10 Mol pro Mol Aluminat beträgt.

4. Aluminat nach Patentanspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Aluminat der Formel



entspricht, wörin Me mindestens eines der Elemente Mg, Zn und Be und Z mindestens eines der Elemente B, Si und P darstellt, worin bis zu 25 Molprozent des Al durch Ga und/oder Sc ersetzt sein kann und worin $0 \leq x \leq 2$, $5 \leq y \leq 15$, $0,001 \leq z \leq 0,20$, $0,005 \leq p \leq 0,90$, $0 \leq q \leq 0,60$, und in welcher Formel vorzugsweise Me Magnesium ist und $p + q = 1$, $1 \leq x \leq 2$, $5,5 \leq y \leq 11$ und $0,10 \leq z \leq 0,80$ bedeutet.

5. Aluminat nach Patentanspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Aluminat der Formel



entspricht, worin A mindestens eines der Elemente Sr und Ca, Me mindestens eines der Elemente Mg, Zn und Be und Z mindestens eines der Elemente B, Si und P darstellt, worin bis zu 25 Molprozent des Al durch Ga und/oder Sc ersetzt sein kann, und worin $0,005 \leq p \leq 0,25$, $0,001 \leq z \leq 0,20$ bedeutet.

6. Aluminat nach Patentanspruch 5, worin A Strontium und Me Magnesium ist.

7. Verwendung eines Aluminates nach Patentanspruch 1 in einem Leuchtschirm, dadurch gekennzeichnet, dass das Aluminat mindestens eines der Elemente B, Si und P in einer Menge von 0,001 bis 0,20 Mol pro Mol Aluminat enthält.

8. Verwendung nach Patentanspruch 7 eines Aluminates gemäss einem der Patentansprüche 2 bis 6.

9. Verwendung nach Patentanspruch 7 oder 8 in einem Leuchtschirm für eine Niederdruckquecksilberdampfentladungslampe.

10. Leuchtschirm, erhalten nach der Verwendung gemäss Patentanspruch 8.

Die Erfindung betrifft ein lumineszierendes, mit Cer, mit Cer und Terbium oder mit Cer und Mangan aktiviertes Aluminat mit Magnetoplumbitkristallstruktur und auf dessen Verwendung in Leuchtschirmen, insbesondere für Niederdruckquecksilberdampfentladungslampen.

Aus der DE-OS 23 53 943 ist eine Vielzahl lumineszierender Aluminat bekannt, die alle eine hexagonale Kristallstruktur besitzen. Diese Aluminat, die besonders wirksam lumineszieren und für praktische Anwendungen sehr erwünschte Eigenschaften besitzen, kann man hinsichtlich der Kristallstruktur in zwei Hauptgruppen einteilen, nämlich in Stoffe mit β -Aluminumoxidstruktur (beispielsweise die Grundgitter Bariumaluminat, Bariummagnesiumaluminat und Strontiummagnesiumaluminat) und Stoffe mit Magnetoplumbitstruktur (beispielsweise Calcium- und Strontiumaluminat). Zur letzteren Gruppe werden hier auch diejenigen Stoffe gerechnet, die eine verzerrte Magnetoplumbitstruktur aufweisen (beispielsweise Lanthanaluminat und Lanthanmagnesiumaluminat).

Die erwähnten lumineszierenden Aluminat werden durch eine Feststoffreaktion einer Mischung von Ausgangsstoffen bei ziemlich hohen Temperaturen, nämlich bei 1100 bis 1600°C erhalten. Insbesondere die Bildung der Magnetoplumbite erfordert eine hohe Reaktionstemperatur (beispielsweise 1550°C). Die bereits erwähnte DT-OS 23 53 943 gibt die Möglichkeit, durch Verwendung von Schmelzflüssen oder Schmelzsäuren die Reaktionstemperatur herabzusetzen. In der NL-OS 75 02614 wird die Verwendung von Borsäure oder eines Borats als Schmelzsäure beim Herstellen der Stoffe mit β -Aluminumoxidstruktur beschrieben. Dabei verwendet man in der zu erhitzenden Mischung ein derartiges Schmelzsäure in einer solchen Menge, dass die Mischung pro Mol zu bildenden Aluminat 1 bis 3 Mol B enthält. Nach dem Ablauf der Reaktion und nach dem Abkühlen des Produktes wird das Schmelzsäure durch Waschen mit Wasser und verdünnten Säuren entfernt. Es hat sich jedoch herausgestellt, dass bei der Verwendung von Borsäure als Schmelzsäure, was verhältnismässig niedrige Reaktionstemperaturen (1100 bis 1200°C) mit sich bringt, Stoffe mit wesentlich geringerem Lichtstrom erhalten werden, als im Falle der Herstellung dieser Aluminat ohne Flussmittel.

Die Herstellung der Aluminat mit Magnetoplumbitstruktur erweist sich in der Praxis als nicht einfach, wenn man in grösserem Umfang Stoffe erhalten möchte, die reproduzierbare Eigenschaften besitzen. Die auftretenden Schwierigkeiten finden ihre Ursache nicht so sehr in der erforderlichen hohen Reaktionstemperatur, sondern darin, dass man über eine äusserst homogene Mischung von Ausgangsstoffen verfügen muss. Dies versucht man beispielsweise durch längeres Mahlen der Ausgangsstoffe in einer wässrigen Suspension zu erreichen. Dabei wird jedoch nicht immer das gewünschte Ergebnis erzielt. Versuche haben jetzt erwiesen, dass bei der Herstellung der Magnetoplumbite die Verwendung von Borsäure als Schmelzsäure zu völlig unbrauchbaren Ergebnissen führt, weil der Lichtstrom der erhaltenen Stoffe äusserst niedrig ist und weil die Stoffe verhältnismässig grosse Mengen von unerwünschten Nebenphasen enthalten.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, leuchtende Aluminat mit Magnetoplumbitstruktur zu schaffen, die verbesserte Leuchteigenschaften besitzen und auch in grösserem Massstab auf einfacher Weise als die bekannten Aluminat hergestellt werden können.

Überraschenderweise hat sich herausgestellt, dass die Verwendung eines oder mehrerer der Elemente B, Si und P in sehr geringen Mengen in Aluminaten mit Magnetoplumbitstruktur einige wesentliche Vorteile ergibt. Zunächst zeigt sich, dass diese Stoffe höhere Lichtströme besitzen. Sie ergeben daher bei der Verwendung im Leuchtschirm beispielsweise von Niederdruckquecksilberdampfentladungslampen höhere Lichtströme. Ferner zeigt sich, dass der Rückgang des Lichtstromes während der Lebensdauer dieser Lampen geringer ist als bei den bekannten Aluminaten. Schliesslich ist die Herstellung der erfundungsgemässen Aluminat einfacher und besser reproduzierbar. Es zeigt sich, dass der Mischvorgang der Ausgangsstoffe weniger kritisch ist und man daher Trockenmischiungen von Ausgangsstoffen anwenden kann. Allerdings sollte die Erhöhungstemperatur bei der Herstellung den gleichen oder nahezu den gleichen hohen Wert wie bei den bekannten Aluminaten haben. Daraus ergibt sich, dass der Zusatz der erwähnten zusätzlichen Elemente keine Schmelzwirkung hervorruft.

Das erfundungsgemäss Aluminat ist dadurch gekennzeichnet, dass es mindestens eines der Elemente B, Si und P in einer Menge von 0,001 bis 0,20 Mol pro Mol Aluminat enthält.

Die Elemente B, Si und P werden im allgemeinen der Ausgangsmischung zugesetzt, vorzugsweise in Form von Verbindungen, die bei Temperaturerhöhung diese Elemente ergeben,

beispielsweise als Bóroxid, Borsäure, Phosphorsäure oder Siliciumdioxid. Die zugesetzte Menge an B, Si und/oder P kann quantitativ im Endprodukt nachgewiesen werden; es besteht jedoch keine Gewissheit über die Stelle, an der diese Elemente in den Leuchtstoff aufgenommen werden.

Bereits sehr geringe Mengen der erwähnten Elemente erbringen schon eine deutliche Verbesserung des Lichtstroms der Aluminat. Man wählt jedoch eine Menge von mindestens 0,001 Mol pro Mol Aluminat, weil sonst ein zu geringer Effekt erreicht wird. Über 0,20 Mol der Elemente B, Si und/oder P pro Mol Aluminat wird nicht verwendet, weil dabei keine weitere Verbesserung auftritt und sogar wieder eine Verringerung des Lichtstroms gefunden wird, wahrscheinlich durch die Bildung störender Nebenphasen. Ein Vorteil der erfundungsgemäßen Aluminate besteht noch darin, dass man durch geeignete Wahl des Gehalts an den erwähnten zusätzlichen Elementen im oben angegebenen Bereich die Korngrösse des Leuchtstoffes beeinflussen kann.

Vorzugsweise verwendet man in den erfundungsgemäßen Aluminaten B und/oder Si, weil dabei die besten Ergebnisse erreicht werden.

Hinsichtlich der Menge zu verwendender zusätzlicher Elemente bevorzugt man 0,005 bis 0,10 Mol pro Mol Aluminat.

Eine besonders vorteilhafte Gruppe leuchtender Aluminate nach der Erfindung entspricht der Formel $\text{La}_{1-p-q}\text{Ce}_p\text{Tb}_q\text{Me}_x\text{Al}_{2y}\text{O}_{1.5+x+3y}$: Z, worin Me mindestens eines der Elemente Mg, Zn und Be und Z mindestens eines der Elemente B, Si und P darstellt, in dem bis zu 25 Mol% des Al durch Ga und/oder Sc ersetzt sein kann, und worin

$$0 \leq x \leq 2$$

$$5 \leq y \leq 15$$

$$0,001 \leq z \leq 0,20$$

$$0,005 \leq p \leq 0,90$$

$$0 \leq q \leq 0,60 \text{ ist.}$$

Wenn in den erwähnten Stoffen nur Ce als Aktivator benutzt wird ($q = 0$), bekommt man Stoffe mit besonders wirksamer Lumineszenz mit einem Emissionsmaximum bei ungefähr 365 nm. Diese Stoffe kann man mit viel Vorteil in Niederdruck- und Hochdruckquecksilberdampfentladungslampen für besondere Anwendungen benutzen, beispielsweise zum Beeinflussen photochemischer Prozesse. Die Stoffe sowohl mit Ce als auch mit Tb als Aktivator weisen eine besonders wirksame Emission im grünen Bereich des Spektrums auf und sind wesentlich wichtig für die Verwendung in Niederdruckquecksilberdampfentladungslampen für Photokopierzwecke oder als grüne Komponente in Lampen für allgemeine Beleuchtungszwecke.

Aus der letzten Gruppe leuchtender Aluminate wählt man die Zusammensetzung vorzugsweise nach obiger Formel, wobei Me Magnesium ist und weiterhin $p + p = 1$, $1 \leq x \leq 2$, $5,5 \leq y \leq 11$ und $0,10 \leq p \leq 0,80$ ist. Mit diesen Zusammensetzungen bekommt man nämlich die höchsten Lichtströme.

Eine zweite bevorzugte Gruppe leuchtender Aluminate nach der Erfindung entspricht der Formel $\text{A}_{1-p}\text{Ce}_p\text{Me}_p\text{Al}_{12-p}\text{O}_{19}$: Z, worin A mindestens eines der Elemente Sr und Ca, Me mindestens einer der Elemente Mg, Zn und Be und Z mindestens eines der Elemente B, Si und P darstellt, worin bis zu 25 Mol% des Al durch Ga und/oder Sc ersetzt sein kann, und worin $0,005 \leq p \leq 0,25$ und $0,001 \leq z \leq 0,20$ ist. Diese mit Ce aktivierten Erdalkalialuminate sind sehr wirksam leuchtende Stoffe mit einem Emissionsmaximum bei 305 bis 315 nm. Sie werden im wesentlichen in Niederdruckquecksilberdampfentladungslampen für medizinische Zwecke benutzt, beispielsweise in Erythemalampen. Insbesondere werden die Verbindungen, worin für A Strontium und für Me Magnesium gewählt wird, wegen ihrer hohen Strahlungsausbeute bevorzugt.

Die Erfindung wird nachstehend an Hand der Zeichnung und einer Anzahl von Ausführungsbeispielen und Messungen näher erläutert.

In der Zeichnung ist schematisch eine erfundungsgemäße

Niederdruckquecksilberdampfentladungslampe dargestellt. Die Lampe besitzt eine Glaskolben 1 und ist an den Enden mit Elektroden 2 und 3 versehen. Die Innenfläche des Kolbens 1 ist mit einer Leuchtstoffschicht 4 bedeckt, die ein leuchtendes Aluminat nach der Erfindung enthält. Das Aluminat kann auf dem Kolben 1 angebracht werden, indem eine Suspension aus Aluminat und Nitrocellulose in Butylacetat mit der Innenfläche des Kolbens in Berührung gebracht wird, wodurch eine dünne Schicht der Suspension am Kolben zurückbleibt. Die Nitrocellulose wirkt als vorübergehendes Bindemittel. Danach wird der Kolben einer thermischen Behandlung ausgesetzt, wodurch das vorübergehende Bindemittel entfernt und eine gute Haftung der Leuchtstoffschicht erhalten wird.

Beispiele 1 bis 3

1. Es wurde eine Trockenmischung hergestellt aus
17,30 g CeO_2
9,25 g Tb_2O_7
6,05 g MgO
92,53 g Al_2O_3

indem die erwähnten Stoffe für etwa 15 Minuten in einer Kugelmühle gemischt wurden. Die Mischung wurde zweimal eine Stunde lang bei 1550°C an Luft erhitzt. Das Abkühlen nach jeder Erhitzung erfolgte in einer schwach reduzierenden Atmosphäre aus Stickstoff mit 2 Volumen-% Wasserstoff. Das auf diese Weise gewonnene Produkt entsprach der Formel $\text{Ce}_{0,76}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}$: 0,025 B.

2. Das Verfahren nach dem Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 0,46 g H_3BO_3 benutzt wurde. Das gewonnene Produkt entsprach der Formel $\text{Ce}_{0,67}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}$: 0,05 B.

3. Das Verfahren nach dem Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 0,92 g H_3BO_3 verwendet wurde. Es wurde ein Stoff entsprechend der Formel $\text{Ce}_{0,67}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}$: 0,10 B erhalten.

Analysen dieser Aluminate nach den Beispielen 1 bis 3 haben erwiesen, dass die ursprünglich zugesetzte Bormenge nahezu quantitativ in den Endprodukten wiedergefunden wird. Messungen an diesen Stoffen sind in nachstehender Tabelle I zusammengefasst. Die Tabelle gibt in der zweiten Spalte den Borgehalt B an. Unter LO in der dritten Spalte ist die Grösse des Lichtstroms bei der Anregung durch kurzwellige Ultraviolettrstrahlung (vorwiegend 254 nm) in Prozent in bezug auf einen Normalwert angegeben. Als Normalprobe wurde ein lumineszierendes Aluminat verwendet, das kein Bor enthält, aber sonst der gleichen Formel wie die Aluminate nach den Beispielen 1 bis 3 entspricht. Die Normalprobe wurde durch Erhitzen einer Mischung hergestellt, die durch längeres Mahlen (beispielsweise fünf Stunden) einer wässrigen Suspension der Ausgangsoxide in einer Kugelmühle erhalten wird. Schliesslich gibt die Tabelle unter d_m die mittlere Korngrösse des lumineszierenden Pulvers in μm an. Zum Vergleich sind in die Tabelle unter dem Beispiel a die Ergebnisse von Messungen an einem lumineszierenden Aluminat, das kein Bor enthält (nicht erfundungsgemäss), aber sonst die gleiche Formel besitzt und auf gleiche Weise wie die Stoffe der Beispiele 1 bis 3 hergestellt ist, aufgenommen worden. Aus der Tabelle ist klar ersichtlich, dass mit den erfundungsgemässen Aluminaten höhere Lichtströme erhalten werden. Weiterhin zeigt sich, dass Bor höhere Werte der mittleren Korngrösse ergibt, was im allgemeinen erwünscht ist. Schliesslich erweist es sich als möglich, die mittlere Korngrösse durch geeignete Wahl des Borgehalts auf einen gewünschten Wert einzustellen.

Tabelle I

Beispiel	B	LO in %	d_m in μm
a	0	85,1	1,85
1	0,025	107,8	4,30
2	0,05	107,3	5,80
3	0,10	104,9	7,10

Um den Einfluss grösserer Borsäuremengen auf die Bildung von Aluminaten mit Magnetoplumbitstruktur zu untersuchen, wurde eine Ausgangsmischung von Stoffen deren Zusammensetzung derart gewählt wurde, dass die Verbindung $\text{Ce}_{0,63}\text{Tb}_{0,37}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}$ entstehen konnte, wobei die Mischung ausserdem 2 Mol H_3BO_3 pr Mol zu bildendes Aluminat enthielt, zweimal in 2 Stunden bei 1200°C an einer schwach reduzierenden Atmosphäre erhitzt. Das so gewonnene Produkt wurde mit Wasser und verdünnten Säuren gewaschen. Es hat sich gezeigt, dass mit derartigen grossen Borsäuremengen die Reaktionstemperatur bedeutend niedriger gewählt werden muss. Die Messung des Lichtstroms an diesem Stoff (60%) zeigt, dass auf diese Weise für die Praxis unbrauchbare Stoffe gewonnen werden.

Beispiel 4

Das Beispiel 2 wurde im Massstab einer Versuchspraktik wiederholt, wodurch eine grössere Menge des lumineszierenden Aluminats, das 0,05 Mol B enthielt, erhalten wurde. Am Pulver wurde ein Lichtstrom von 109,7% und ein d_m von $4,60 \mu\text{m}$ gemessen. Das Pulver wurde an der Wand von Niederdruckquecksilberdampfladungslampen (wie in der Zeichnung gegeben) vom 40-Watt-Typ angebracht. Messungen des Lichtstroms LO in Lm/W zu verschiedenen Zeitpunkten beim Brennen dieser Lampe sind in der Tabelle II zusammengefasst. Der anfängliche Lichtstrom (Stunde 0) und der Lichtstrom bei 1000 Stunden sind auch in % des Lichtstroms bei 100 Stunden angegeben. Unter «ref» sind vergleichshalber die Messungen an Lampen aufgenommen, die den erwähnten Normalstoff enthalten. Aus den Messungen geht hervor, dass mit den erfundungsgemässen Aluminaten neben höheren Initiallichtströmen auch ein geringerer Rückgang des Lichtstroms beim Brennen der Lampen erhalten wird.

Tabelle II

Beispiel	LO				
	0 h Lm/W	100 h %	1000 h Lm/W	Lm/W	%
ref.	110,1	103,8	106,2	96,1	90,5
4	118,3	100,8	117,4	115,2	98,1

Beispiel 5 bis 11

Wie im Beispiel 1 beschrieben wurde eine Anzahl lumineszierender, mit Ce und Tb aktivierter Aluminate mit Zusammensetzungen entsprechend den Formeln aus der nachstehenden Tabelle III hergestellt. Dabei wurde von den im Beispiel angegebenen Rohstoffen in den für die gewünschte Zusammensetzung erforderlichen Mengen ausgegangen. Die Si-haltigen Aluminat wurden durch Hinzusetzen der gewünschten SiO_2 -Menge erhalten. Für die P-haltigen Aluminat wurden von $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ als Rohstoff ausgegangen. Die Tabelle III gibt die Messungen des Lichtstroms LO (in % in bezug auf den erwähnten Normalstoff) und der mittleren Korngrösse d_m (in μm) an.

15

Tabelle III

Bei- spiel	Formel	Lo %	d_m (μm)
5	$\text{Ce}_{0,55}\text{Tb}_{0,45}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}; 0,05 \text{ B}$	111,1	4,65
6	$\text{Ce}_{0,63}\text{Tb}_{0,37}\text{MgAl}_{22}\text{O}_{36,5}; 0,10 \text{ B}$	106,9	4,60
7	$\text{Ce}_{0,67}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}; 0,01 \text{ B}$	109,0	2,57
8	$\text{Ce}_{0,67}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}; 0,05 \text{ Si}$	109,6	3,05
9	$\text{Ce}_{0,67}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}; 0,05 \text{ P}$	104,7	2,40
10	$\text{Ce}_{0,67}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}; 0,01 \text{ B}; 0,01 \text{ Si}$	107,3	2,75
11	$\text{Ce}_{0,67}\text{Tb}_{0,33}\text{MgAl}_{12,1}\text{O}_{20,65}; 0,03 \text{ B}; 0,03 \text{ Si}$	108,1	4,10

Beispiel 12

Es wurde eine Mischung hergestellt aus $170,12 \text{ g Sr CO}_3$, $1,00 \text{ g MgO}$, $304,61 \text{ g Al}_2\text{O}_3$, $4,30 \text{ g CeO}_2$, $1,55 \text{ g H}_3\text{BO}_3$.

Diese Mischung wurde 1 Stunde bei 1550°C an Luft erhitzt. Danach wurde in einer schwach reduzierenden Atmosphäre (aus Stickstoff mit 2 Vol.% Wasserstoff) abgekühlt. Das auf diese Weise gewonnene lumineszierende, mit Cer aktivierte Aluminat entsprach der Formel $\text{Sr}_{0,95}\text{Ce}_{0,05}\text{Mg}_{0,05}\text{Al}_{11,95}\text{O}_{19}$; 0,05 B und wies ein sehr kräftiges Emissionsband bei ungefähr 310 nm bei Anregung durch kurzwellige Ultraviolettsstrahlung (254 nm) auf. Es zeigte sich, dass die Spitzenhöhe des Emissionsbandes 122% der Spitzenhöhe eines Stoffes ohne Bor betrug, der ansonsten die gleiche Zusammensetzung aufwies und auf ähnliche Weise hergestellt war. Der bekannte Stoff zeigte eine mittlere Korngrösse von $1,65 \mu\text{m}$. Der erfundungsgemässen Stoff hatte eine mittlere Korngrösse von $3,55 \mu\text{m}$.

45

50

