

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

129 666



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 79 10 30 /P.219314/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 81 05 22

Opis patentowy opublikowano: 1986 06 30

Int. Cl.³ H01J 9/50

Twórcy wynalazku: Tadeusz Burczenik, Józef Kojder, Andrzej Sikorski,
Janusz Tyszką, Teresa Tyszką

Uprawniony z patentu: Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy "Polam", Warszawa /Polska/

SPOSÓB ZWIĘKSZENIA TRWAŁOŚCI LAMP WYŁADOWCZYCH DO SPEKTROFOTOMETRII ABSORBCJI ATOMOWEJ

Przedmiotem wynalazku jest sposób zwiększenia trwałości lamp wyładowczych do spektrofotometrii absorpcji atomowej stosowanych do oznaczania składu próbek materiałów, zwłaszcza w metalurgii. Lampy wyładowcze do spektrofotometrii absorpcji atomowej są najczęściej wykonywane w bańkach ze szkła twardego napełnionych neonem lub argonem o ciśnieniu kilku Tr. Wewnątrz bańki znajduje się katoda wnekowa zamocowana w osi lampy na podwójnym mostku mikowym utrzymywanym przez dwa wsporniki. Katoda jest wykonana z metalu w kształcie wydrążonego walca, wewnątrz którego znajduje się materiał emisyjny o charakterystycznym rozkładzie promieniowania widmowego. Anoda z taśmy tantalowej zamocowana do jednego ze wsporników utrzymujących mostek mikowy ma kształt wycinka pobocznic walca i znajduje się w niewielkiej odległości od katody. Elektryczne połączenia w lampie zapewniają doprowadniki prądu, których próżnioszczelne przepusty zatopione są w talerzyku. Jeden z doprowadników jest podłączony do katody, a drugi do anody stanowiąc jednocześnie wspomniany wspornik mocujący. Po przeciwnej stronie talerzyka lampa jest zaopatrzona w okienko ze szkła kwarcowego połączone próżnioszczelnie z bańką za pomocą przejściówki lub klejone na żywicę.

W literaturze technicznej i patentowej brak jest jakichkolwiek danych na temat sposobów zwiększenia trwałości lamp wyładowczych do spektrofotometrii absorpcji atomowej. Niektóre firmy zalecają w tym celu okresowe włączanie lamp w odstępach 1 - 2 miesiąca na czas 2 - 3 godzin. Ponadto część użytkowników stosuje okresowe wyświetanie lamp przy przeciwnej polaryzacji elektrod podając na anodę napięcie o ujemnym potencjale. Opisane powyżej sposoby zapewniają jedynie nominalną trwałość określoną przez producenta w warunkach niezbyt intensywnej eksploatacji. Nie pozwalają na uzyskanie efektywnego zwiększenia trwałości.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 38 496 jest jedynie sposób regeneracji niskoprężnych lamp wyładowczych oświetlenia ogólnego-światłówek. W procesie tym zużytą świetlówkę poddaje się rozhermetyzowaniu poprzez złamanie rurki pompowej pod próżnią i powolne jej zapowietrzanie. Z zapowietrzonej świetlówki usuwa się stare stopki ze zużytą katodą z emiternem, a na ich miejsce wtapia nowe, po czym zgodnie z obowiązującymi przepisami wytwarzania świetłówek prowadzi się proces pompowania i formowania regenerowanych lamp. Przedstawiony sposób dotyczy wyłącznie świetłówek i oprócz przedstawionych w opisie zalet, zmniejszenia pracochłonności i uniknięcia zjawiska zdmuchiwania luminoforu, jest niezwykle szkodliwy z punktu widzenia bezpieczeństwa i higieny pracy w związku z wydzielaniem rtęci ze zużytych świetłówek.

Zgodnie z wynalazkiem sposób zwiększenia trwałości lamp wyładowczych do spektrofotometrii absorpcji atomowej polega na tym, że lampę poddaje się regeneracji związanej z wtórną obróbką technologiczną. Obejmuje ona operacje rozhermetyzowania lampy, pompowania, wygrzewanie napełniania gazem do odpowiedniego ciśnienia i odtopienia. W procesie pompowania lampę wygrzewa się w temperaturze zależnej od typu lampy. I tak lampy z pierwiastkami łatwotopliwymi wygrzewa się w temperaturze $\leq 0,75$ temperatury topnienia tych pierwiastków. W pozostałych przypadkach lampę wygrzewa się w temperaturze $350 - 400^{\circ}\text{C}$. Proces ten prowadzi się aż do uzyskania próżni 10^{-6} Tr, po czym lampę napełnia się neonem lub argonem do ciśnienia $6 - 8$ Tr i wyświetca podłączając do elektrod napięcie stałe $2 - 10$ razy wyższe od nominalnego. Następuje wyładowanie, które utrzymuje się przez okres 20 min. Prąd wyładowania ustala się na wartości przekraczającej o 10 % maksymalną wartość prądu pracy lampy. Następnie lampę poddaje się odpompowaniu. Operacje napełniania neonem lub argonem i wyświetcania powtarza się co najmniej dwukrotnie. Po ostatnim odpompowaniu do ciśnienia 10^{-6} Tr lampę napełnia się neonem lub argonem do ciśnienia $6 - 8$ Tr, odtapia od stanowiska próżniowego i trzonkuje.

Rozwiązanie według wynalazku pozwala na dwukrotne zwiększenie nominalnej trwałości lamp, przy zapewnieniu prawidłowego ich działania. Dzięki zastosowaniu co najmniej dwukrotnego wyświetcania i napełniania gazem osiąga się wtórne zwiększenie zdolności emisyjnej katod w wymaganym okresie trwałości, co pozwala na uniknięcie konieczności wymiany katody.

Wynalazek jest bliżej wyjaśniony w przykładzie wykonania dotyczącym sposobu zwiększenia trwałości wyładowczej lampy do spektrofotometrii absorpcji atomowej widma ołowiu firmy Perkin-Elmer.

Lampę po gwarantowanym przez producenta okresie trwałości wynoszącym 1 rok nie nadającą się do dalszego użytkowania, ze względu na brak stabilnej emisji charakterystyki widmowej oraz występowanie ciemnych nalotów na bańce, poddaje się procesowi regeneracji polegającym na wtórnej obróbce technologicznej. Lampę rozhermetyzowuje się, usuwa z wewnętrznej powierzchni bańki naloty spowodowane rozpyleniem katody, dotapia nową rurkę pompową i myje od wewnątrz. Następnie lampę z rurką pompową dotapia się do stanowiska próżniowego i prowadzi się proces pompowania lampy. Po uzyskaniu ciśnienia 10^{-5} Tr lampę wygrzewa się w temperaturze do 250°C przez okres co najmniej 12 godzin, z równoczesnym jej odpompowywaniem aż do uzyskania ciśnienia $\leq 10^{-6}$ Tr. Po czym lampę napełnia się neonem do ciśnienia 5 Tr i wyświetca doprowadzając do elektrod napięcie stałe rzędu 3200 V co stanowi ośmiokrotną wartość napięcia nominalnego $U_n = 400$ V lampy. Następuje wyładowanie, które utrzymuje się przez okres 20 minut przy prądzie 13 mA. Z kolei lampę poddaje się odpompowaniu. Operacje napełniania neonem i wyświetcania powtarza się 3 razy. Po ostatnim odpompowaniu do ciśnienia 10^{-6} Tr lampę napełnia się neonem do ciśnienia 5 Tr, odtapia od stanowiska próżniowego i trzonkuje.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób zwiększenia trwałości lamp wyładowczych do spektrofotometrii absorpcji atomowej, w którym lampę poddaje się regeneracji polegającej na wtórnej obróbce technologicznej obejmującej rozhermetyzowanie lampy, odpompowanie, wygrzewanie, napełnianie gazem do nominalnego ciśnienia i odtopienie, z n a m i e n n y t y m, że po wygrzewaniu i uzyskaniu ciśnienia $\leq 10^{-6}$ Tr lampę napełnia się neonem lub argonem do ciśnienia 6 - 8 Tr i wyświeca podłączając do elektrod napięcie stałe 2 - 10 razy wyższe niż nominalne powodując wyładowanie, które prowadzi się przez okres 20 minut utrzymując prąd wyładowania przekraczający o 10 % maksymalny prąd pracy lampy, a następnie odpompowuje się neon lub argon do ciśnienia 10^{-6} Tr, przy czym proces napełniania neonem lub argonem, i wyświecania powtarza się co najmniej dwukrotnie, a po ostatnim odpompowaniu do ciśnienia 10^{-6} Tr lampę napełnia się neonem lub argonem do ciśnienia 6 - 8 Tr i odtapia.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że w procesie pompowania lampę wygrzewa się w temperaturze nie przekraczającej 0,75 temperatury topnienia materiału emisyjnego i nie wyższej niż 400°C w czasie niezbędnym do uzyskania próżni $\leq 10^{-6}$ Tr.