



# PATENTSCHRIFT

201 218

ISSN 0433-6461

(11)

Int.Cl.<sup>3</sup>

3(51) H 01 J 61/067

## AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP H 01 J/ 2334 787

(22) 22.09.81

(44) 06.07.83

(71) siehe (72)  
(72) SCHRADER, RICHARD, PROF. DR.-ING. HABIL.; WIECZORECK, JUERGEN, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; WEIDENSDORFER, GISELA; DD;  
(73) siehe (72)  
(74) KOMBINAT VEB NARVA "ROSA LUXEMBURG" BFSL 1017 BERLIN EHRENBURGSTRASSE 11-14

## (54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON EMISSIONSPASTEN

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Emissionspasten für Entladungslampenelektroden. Das Ziel der Erfindung ist die Umgestaltung des Mahlvorganges zur definierten reproduzierbaren Herstellung von Emissionspasten. Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, den Zusammenhang zwischen der Mahlung des emissionsaktiven Festkörpers mit Dispersionsmitteln und dem angestrebten technologischen Verarbeitungs- und Betriebsverhalten der Elektroden aufzufinden und technisch zu nutzen. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß für die Mahlung Töpfe mit stabförmigen Mahlkörpern verwendet werden, deren Längen-Durchmesser-Verhältnis gleich oder größer als 1 ist. Das Masseverhältnis Mahlkörper zu Mahlgut beträgt 6 zu 1, während das Füllhöhenverhältnis Dispersionsflüssigkeit zu Mahlkörper zwischen 1,0 bis 1,3 vorzugsweise 1,1 liegt.

233478 7

1

**Titel der Erfindung**

Verfahren zur Herstellung von Emissionspasten

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Emissionspasten für Entladungslampenelektroden.

**Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Für die Herstellung von Emissionspasten aus emissionsaktiven Festkörpern, beispielsweise Erdalkalimischkarbonate mit organischen Dispersionsmitteln wie Cellulosenitrat, Methacrylat usw. werden in der Technik handelsübliche Kugelmühlen eingesetzt. Die Mahldauer einer Pastecharge liegt bis 100 h. Der Mahlvorgang bezweckt eine Verkleinerung der emissionsaktiven Festkörperpartikel. Man erreicht beispielsweise mittlere Teilchengrößen von  $d_K = 10 \mu\text{m}$ . Bekanntlich entstehen bei dieser Kugelmahlung breite Verteilungsfunktionen der Teilchengrößen, d. h. es liegt eine breite Streuung um den Mittelwert vor. Es ist nicht bekannt, daß andere Mahlaggregate zur Aufbereitung der Emissionspasten verwendet werden.

Die Gründe sind darin zu suchen, daß der unvermeidliche Abrieb bei den Mahlvorgängen schwermetallfrei sein muß und zum anderen der Abrieb in emissionsärmerter Form nur in begrenzter Menge vorliegen darf. Diese Forderungen werden am besten von langsam laufenden Kugelmühlen erfüllt.

Der Mahlvorgang bezweckt weiterhin, die Eigenschaften der Emissionspaste so zu beeinflussen, daß

- eine hohe Haftung der Paste am Wendelkerndraht vor und nach dem Formierprozeß gewährleistet ist
- eine ausreichende Emissionsfähigkeit den notwendigen Entladungsstrom im Brennbetrieb sicherstellt
- die Abdampfrate des Emitters klein wird bzw. daß die Schwärzungen an der Wand des Entladungsgefäßes minimal sind
- eine hohe Packungsdichte der Partikel einen schnellen Wärmeausgleichsvorgang sichert.

Die Relation des Massenverhältnisses Mahlkörper zu Mahlgut liegt in der Technik zwischen 1 und 1,5 und wird als nicht wichtig eingeschätzt.

Das Verhältnis der Füllhöhen von Dispersionsmittel zu Mahlkörper beträgt in der Praxis etwa 0,95 und gilt ebenfalls als unwesentlich.

Als Hauptmangel am Stand der Technik wird festgestellt, daß die Herstellung der Emissionspasten empirisch erfolgt. In der Literatur werden keine exakten Zusammenhänge zwischen der mittleren Teilchengröße und der Verteilungsfunktion der in der Paste vorhandenen emissionsaktiven Feststoffteilchen und den konstruktiven Kennwerten der Elektrodenwendel genannt.

Das gleiche gilt für die Beziehung der mittleren Teilchengröße und der Verteilungsfunktion zur Formierbarkeit, der Haftfestigkeit des formierten Emitters sowie zum Verschleiß während des Brennbetriebes und den Schwärzungen am Entladungsgefäß. Infolge dieser Unkenntnis können einzeln auftretende Mängel nicht gezielt beseitigt werden.

Die genannten Effekte bzw. die bemängelten Erscheinungen sind noch von einer Reihe anderer Faktoren beeinflußbar; dominant bleibt aber der Mahlvorgang der Emitterpaste.

#### Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist die Ausgestaltung des Mahlvorganges zur definierten Herstellung von reproduzierbaren Emissionspasten für Entladungslampenelektroden.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, den Zusammenhang zwischen der Mahlung des emissionsaktiven Festkörpers mit Dispersionsmitteln und dem angestrebten technologischen Verarbeitungs- und Betriebsverhalten der Elektroden aufzufinden.

Es wurde überraschenderweise gefunden, daß eine Emissionspaste dann ihre Funktion am besten erfüllt, wenn im Zusammenhang mit den konstruktiven Kenndaten der Elektrodenwandel eine bestimmte mittlere Teilchengröße vorliegt und was besonders hervorgehoben werden muß, wenn die Teilchenverteilungsfunktion des emissionsaktiven Feststoffes signifikant schmäler ist. Die mittlere anzustrebende Teilchengröße kann nicht absolut angegeben werden,

sie richtet sich nach den geometrischen Gegebenheiten der Elektrode, wie z. B. dem Steigungsmaß der Primär- und Sekundärwicklung und dem Drahtdurchmesser.

Die bei der Mahlung in den bekannten Mahlaggregaten üblichen breiten Verteilungsfunktionen des Emittermaterials sind wegen des hohen Anteiles an Unter- und Oberkorn eine wesentliche Ursache für die schlechte technologische Verarbeitbarkeit der Elektrode. Die Doppelforderung nach Aufmahlung auf eine mittlere Teilchengröße bei gleichzeitiger schmälerer Verteilungsfunktion der Teilchen erfüllt erfundungsgemäß in optimaler Weise eine Topfmühle, die stabförmige Mahlkörper enthält.

Die Zerkleinerungswirkung solcher Topfmühlen mit stabförmigen Mahlkörpern kann nicht verglichen werden, mit den bekannten Stabmühlen.

Für Stabmühlen werden Verhältnisse bei Stabdurchmesser zu Korndurchmesser des Mahlgutes wie 25 ... 50 oder 0,5 : 1 angegeben. Die benutzte Topfmühle arbeitet mit einem Verhältnis von mindestens 2000 ... 1000 : 1. Der Durchmesser der Körner des Mahlgutes liegt in der Größenordnung der Rauhigkeit der Mahlkörperoberfläche. Eine Siebwirkung wie in Stabmühlen wird damit nicht nach gleichen Mechanismus eintreten.

Die Anpassung der mittleren Teilchengröße an die Geometrie der Wendel erfolgt wie üblich durch die Mahldauer. Entscheidend ist, daß das vorgeschlagene Mahlprinzip in jedem Fall die erforderliche schmale Verteilungsfunktion der Teilchen garantiert.

Die speziellen Mahlkörper können in ihrer Länge das Mahlgefäß ausfüllen bzw. in ihrem Verhältnis Länge zu Durchmesser bis zu 1 zu 1 verkürzt werden.

Das Material der Mahlkörper muß im Hinblick auf Abrieb so gewählt werden, daß die Funktion des Emitters nicht negativ beeinflußt wird. Wie bekannt, eignet sich dafür Korund, Hartporzellan, Hartglas usw.

Es wurde weiter gefunden, daß ein Masseverhältnis von Mahlkörpern zu Mahlgut von 6 zu 1 einzuhalten ist.

Schließlich wurde gefunden, daß das Füllhöhenverhältnis von Dispersionsflüssigkeit zu Mahlkörpern in der Technik bei der Mahlung in der Kugelmühle als unwesentlich angegeben, im vorgeschlagenen Mahlaggregat zwischen 1,1 bis 1,3 - vorrangig bei 1,1 liegt.

#### Ausführungsbeispiel

In einem 2,5 Liter Hartporzellanmahltopf einer Topfmühle werden

3,96 kg Korundmahlstäbe der Abmessung  
130 mm x 8 mm,  
0,34 kg Erdalkalidreifachkarbonat und  
320 g bis zu 2 % Zellulosenitrat enthaltendes  
i-Amylacetat

gefüllt. Anschließend wird der Mahlvorgang mit einer Mahlgeschwindigkeit von 52 Umdrehungen/Minute durchgeführt.

Die Mahldauer beträgt 8 Stunden.

Die gemäß Ausführungsbeispiel erfindungsgemäß hergestellte Emissionspaste findet Anwendung bei Leuchtstofflampenelektroden mit einem Wolframdrahtdurchmesser von 105  $\mu\text{m}$ .

### Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von Emissionspasten für Entladungslampenelektroden durch einen Mahlvorgang des emissionsaktiven Festkörpers mit Dispersionsmitteln, gekennzeichnet dadurch, daß für die Mahlung Töpfe mit stabförmigen Mahlkörpern verwendet werden mit einem Längen-Durchmesserverhältnis gleich oder größer als 1, daß ein Masseverhältnis Mahlkörper zu Mahlgut wie 6 zu 1 und daß ein Füllhöhenverhältnis Dispersionsflüssigkeit zu Mahlkörper zwischen 1,0 bis 1,3 vorzugsweise 1,1 eingehalten wird.