



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 44663

VEB Berliner Glühlampen — Werk*)

Berlin, Niemiecka Republika Demokratyczna

22k, 1/38
Kl. 22 f, 15

CO9K, 1/38
B

Sposób wytwarzania świecących zasadowych chloroarsenianów alkalicznych i ziem alkalicznych o czerwonej luminescencji

Patent trwa od dnia 9 stycznia 1958 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania świecących zasadowych chloroarsenianów alkalicznych i ziem alkalicznych o czerwonej luminescencji, które przy pobudzeniu promieniami katodowymi albo ultrafioletowymi jak też w zmiennym polu elektrycznym emitują w widzialnym zakresie widma.

Znane substancje świecące o czerwonej luminescencji np. arsenian magnezu, arsenian magnezowo - litowy, halogenoarsenian metali ziem alkalicznych wykazują tę wadę, że w wyższych temperaturach są nietrwałe oraz wykazują zbyt niską intensywność czerwieni.

Sposób według wynalazku usuwa te wady i umożliwia wytwarzanie substancji świecących o zwiększonej intensywności czerwieni.

Jak wiadomo, podstawową regułą przy wytwarzaniu substancji świecących jest stosowa-

nie możliwie czystych substancji świecących. Niepożądaną domieszką w materiale wyjściowym do wytwarzania substancji świecących, jest chlor.

Istnieje pogląd, że przez dodatek chloru można skrócić okres prażenia, jednak powstające przy tym substancje świecące są mało wartościowe pod względem trwałości i jasności świecenia.

Stwierdzono, że można otrzymać świecące zasadowe chloroarseniany alkaliczne lub ziem alkalicznych o znacznie intensywniejszej czerwonej luminescencji, jeżeli praży się tlenki lub węglany Mg, Li, As i Mn w mieszaninie z chlorkami tych pierwiastków albo z chlorkiem amonowym w powietrzu, albo w atmosferze utleniającej.

Ponieważ te substancje świecące stosuje się zwłaszcza w bańkach do lamp rtęciowych wysokociśnieniowych, wyższa zawartość czerwieni prowadzi również do polepszenia barwy lamp tak wytworzonych.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Rita Mannheim i Walter Romhild.

Substancje świecące otrzymywane sposobem według wynalazku są związkami mieszanymi chloroarsenianów magnezu i litu z zasadowymi arsenianami tych pierwiastków.

Ogólny wzór tych związków jest następujący: $X (Mg, Li)_3(AsO_4)_2 \cdot Y (Mg, Li)_2Cl_2 \cdot Z (Mg, Li)_2O$ przy czym $X : Y : Z$ mają się do siebie jak $5 - 25 : 0,1 - 10 : 6 - 50$, korzystnie jak $10 : 1 : 19$.

Stosunek $Mg : Li$ w całej substancji zawarty jest między $10 : 1$ i $1 : 1$, korzystnie $3,75 : 1$.

Związki te uzyskują zdolność luminescencji dopiero przez dodatek aktywatorów zwłaszcza arsenianu, tlenku albo węglanu manganu, który stosuje się w ilości $0,01 - 1\%$.

Substancje świecące wytwarza się według wynalazku przez utworzenie pasty z mieszaniny w wysokim stopniu czystych $MgCO_3$, Li_2CO_3 , H_3AsO_4 , $MnCO_3$ i chlorku magnezowego, litowego albo amonowego i czystego alkoholu, wysuszeniu jej i poddaniu procesowi wstępnego prażenia w powietrzu albo w atmosferze utleniającej w temperaturze $400 - 800^\circ C$ w ciągu $1 - 3$ godzin, a w końcu głównemu prażeniu w wielu stopniach w temperaturze $900 - 1400^\circ C$ również w atmosferze nieredukującej. Zawartość chlorów w wyjściowej mieszaninie składników wynosi około $0,5 - 5\%$, korzystnie 2% , może być jednak bez szkody podniesiona do 25% . Stosowanie $MgCO_3$ i Li_2CO_3 , zanieczyszczonych chlorkami, prowadzi do otrzymania substancji świecących, które z powodu ich korzystnego uziarnienia dają się łatwo dalej przerabiać.

Substancje świecące otrzymywane sposobem według wynalazku, są chemicznie odporne w wyższych temperaturach, posiadają dobrą zależność temperaturową i dużo wyższą intensywność w porównaniu ze znanymi substancjami świecącymi o czerwonej luminescencji. Optimalne wartości intensywności mieszczą się w granicach temperatury od 280 do $360^\circ C$.

Przykład I.

84 g $MgCO_3$ (zawiera około 10% chlorku)
10,2 g Li_2CO_3 (zawiera około 5% chlorku)
62,9 g ASO_4 (jako kwas arsenowy)
0,26 g $MnCO_3$

Przykład II.

84 g $MgCO_3$

wolne od chlorków

10,2 g Li_2CO_3

62,9 g ASO_4 (jako kwas arsenowy)

7,25 g NH_4Cl

0,26 g $MnCO_3$

Przykład III.

84 g $MgCO_3$

wolne od chlorków

5,35 g Li_2CO_3

5,33 g $LiCl$

62,9 g ASO_4 (jako kwas arsenowy)

0,26 g $MnCO_3$

Przykład IV.

78,2 g $MgCO_3$

wolne od chlorków

10,2 g Li_2CO_3

6,45 g $MgCl_2$ (bezwodny)

62,9 g ASO_4 (jako kwas arsenowy)

0,26 g $MnCO_3$

Z podanych ilości składników i alkoholu sporządza się pastę, suszy ją i wstępnie praży w temperaturze $600^\circ C$ w ciągu 1 godziny. Następnie praży się w ciągu 1 godziny w temperaturze $1150^\circ C$, sproszkowuje i jeszcze raz ogrzewa w ciągu 2 godzin do $1150^\circ C$. Wszystkie prażenia należy prowadzić w atmosferze nieredukującej w naczyniach ze spiekanego korundu albo w platynowych.

Otrzymany produkt posiada żółtawo-białe zabarwienie i emituje w głęboko czerwonym zakresie widma przy pobudzeniu $2537 \text{ \AA}$ i $360 \text{ \AA}$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania zasadowych chloroarsenianów alkalicznych i ziem alkalicznych o czerwonej luminescencji, znamienny tym, że praży się tlenki albo węglany Mg , Li , As i Mn w mieszaninie z chlorkami tych pierwiastków albo z chlorkiem amonowym w temperaturze podwyższonej na powietrzu, albo w atmosferze utleniającej.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się chlorek w ilości $0,5 - 5\%$, korzystnie 2% .
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że stosuje się $MgCO_3$ lub Li_2CO_3 zanieczyszczony chlorkiem.

VEB Berliner Glühlampen-Werk

Zastępca: mgr Józef Kamiński,
rzecznik patentowy