

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

262661
(11) (B2)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 18 11 85

(21) (PV 8302-85)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 07 05 85
(1710/85) Maďarská lidová republika

(40) Zveřejněno 16 08 88

(45) Vydáno 15 07 89

(51) Int. Cl.⁴
H 01 J 7/10 ✓

(72)

Autor vynálezu

NÁGEL FERENC, BUDAPEŠŤ (MLR)

(73)

Majitel patentu

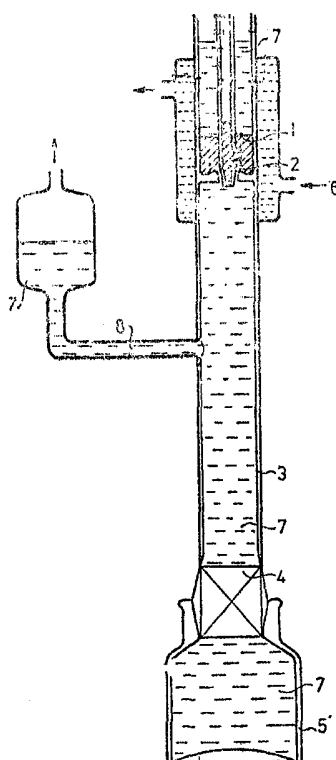
TUNGSRAM RÉSZVÉNYTÁRSASÁG, BUDAPEŠŤ (MLR)

(54) Způsob výroby amalgamového granulátu citlivého na okysličení s bodem tavení nižším než 200 °C

1

Způsob sestává z řady kroků, z nichž nej-důležitější spočívají v tom, že se kovové složky mísí s rtutí v parafinovém oleji, slitina se vede do odkapávacího prostoru, jehož teplota převyšuje bod tavení slitiny, slitina se odkapává odkapávací dýzou, umístěnou na dně odkapávacího prostoru, do spádové trubky, přičemž odkapávací prostor i spádová trubka jsou naplněny parafinovým olejem. Granulát ve spádové trubce tvrdne a shromažďuje se přes ventil ve sběrné nádrži, umístěné na spodním konci spádové trubky a naplněné rovněž parafinovým olejem. Po shromáždění dostatečně velikého množství granulátu se sběrná nádrž vyměňují. Granulát se zbavuje tuku bezvodým prostředkem a suší se ve vakuu nebo v ochranném plynu.

2



Vynález se týká amalgamového granulátu citlivého na okysličení s bodem tavení nižším než 200 °C. Způsob je zdokonalením granulární technologie přísady výbojky a vyrábí se podle něj granulát ze slitiny s bodem tavení nižším než 200 °C obsahující složky citlivé na okysličení, přičemž rozměr zrn granulátu odpovídá typu vyráběné výbojky.

Ze slitin, používaných jako přísady výbojek, mají některé nízký bod tavení. Kde nebyl problém výroby amalgamu dosud vyřešen, používá se stále velmi nevhodné metody, podle níž se jednotlivé složky dávkují odděleně.

Jedna z novějších metod spočívá v tom, že hotový amalgam v roztaveném stavu odkapává bezprostředně před počátkem plnění nejdříve do baňky. Tato metoda je značně výhodná, jelikož při plnění je ztráta rtuti menší, mimoto je možno amalgam snáze chránit proti okysličení povrchu zrn, než například kovovým sodíkem.

Tímto způsobem je však vkapávání nepatrných množství přísad nízkovýkonných výbojek do výbojky obtížné. Většina amalgamu je po ztvrdnutí značně drobivá, čímž je jeho zpracování nemožné a mechanické řešení, mechanické zpracování, například lisování, rozmělnění apod. nepřichází jako výrobní proces přísady v úvahu.

Další známý dokonale vyvinutý způsob výroby přísady je obdobou způsobu výroby šrotu. U tohoto způsobu je však nutno vzít zřetel na problém spočívající v tom, že sodíkový amalgam, který se přidává v množství odpovídajícím 20 procentům objemu a jehož se používá jako přísady u sodíkových výbojek, je tak silně citlivý na okysličení, že nemůže být v případě, že není zajištěn zvláštním závěrem, bez viditelného okysličení povrchu uložen v ochranných plynových systémech s 1 až 2 ppm obsahu kyslíku, popřípadě vody.

Při použití technologie pro vysokotlaké sodíkové výbojky, popřípadě podobné technologie, může být každá výbojka s odchylným spektrálním rozptylem vyrobena s přísadou alkalického kovu.

Takovéto výbojky se však neprodávají. Jejich rozšíření lze očekávat jen v rozmanitých speciálních technických a biotechnických odvětvích. Spektrální rozptyl se vytváří podle dané potřeby. Pro určité účely upotřebení je, jak se zdá, vhodné, přidat současně několik rozličných alkalických kovů, což však při výrobě přísad nesmí v žádném případě způsobit nesnáze.

Za účelem ulehčení vložení dávky rtuti a nastavení dílčího tlaku páry na správnou hodnotu rozšířilo se i u nízkotlakých sodíkových výbojek používání rtuťových slitin.

Jsou známy přísady pro výrobu výbojek a je též znám způsob výroby sodíkoamalgamových zrn, granulátů, běžných v praxi výroby výbojek. Podle tohoto známého způsobu se vyrábějí vibrací různé veliké kulič-

ky, jejichž průměr se pohybuje v odpovídajících rozměrových tolerancích.

Způsob se provádí v naprosto čistém ochranném plynu, přičemž je nutno splnit speciální požadavky.

Používání tohoto způsobu je spojeno pro výrobce výbojek s řadou nesnází spočívajících v tom, že je velmi nesnadné zajistit plynule potřebnou čistotu plynu, produktivita výrobního zařízení převyšuje potřebný rozsah, kapka v ochranném plynu padá během tvrdnutí velmi vysokou rychlostí, takže tyto kapky nemají, pokud jejich rozměry nejsou co nejmenší, ideální kulovitý tvar, za účelem dosažení potřebné přesnosti při spouštění, popřípadě vypínání nebo stejnoměrného tvaru, je nebyzně třeba prosévání, které je dalším problémem, jelikož při různosti tvaru materiálu síto kapky zadržuje.

Úkolem vynálezu je odstranit shora uvedené nedostatky, popřípadě výrobní nesnáze a vyvinout způsob výroby amalgamové přísady pro výrobu výbojek, jímž se řeší pro výrobce výbojek výroba potřebného množství přísady.

Úkol spočívá ve vývoji způsobu pružné výroby, kterou je možno snadno spustit a vypnout a zajistit odpovídající sortiment amalgamových granulátů, použitelných jako přísada pro výbojky.

Při řešení vytčeného úkolu se vycházelo z poznatku, že při výrobě amalgamového granulátu s přesnou geometrií, jehož je možno co nejúčelněji použít jako přísady při výrobě výbojek a který je ve srovnání se známými řešeními, při nichž se používá ochranného plynu, výhodnější, lze postupovat podle pružného snadno proveditelného způsobu spočívajícího v použití kapaliny, a to parafinového oleje.

Bylo totiž zjištěno, že povrch amalgamových granulátů, vyrobených odkapáváním v ochranném plynu, vykazuje při použití určitých materiálů praskliny a/nebo v důsledku asymetrických dutin v jejich vnitřku je jejich tvar deformovaný. Naproti tomu při použití jiných materiálů je povrch granulátu hladký a granulát je hutný. Použije-li se při granulování v daném teplotním rozmezí posléze uvedených druhů přísad jako pomocného výrobního materiálu parafinového oleje, je možno zabránit okysličení povrchu granulátových zrn a znečištění vzniklému kondenzací par a také cesta vytvořené kapky a doby tvrdnutí se zkracují.

Způsobem podle vynálezu se taví kovy, popřípadě slitiny v parafinovém oleji náležitě čisté. Tavenina získaná uvedeným způsobem se vede, rovněž v parafinovém oleji, do odkapávacího prostoru zcela vyplněného parafinovým olejem. Je třeba, aby teplota odkapávacího prostoru, spolu se souvislým zásobním prostorem, převyšovala bod tavení amalgamu, čehož lze dosáhnout zapojením termostatu.

Roztavená přísada, přiváděná dýzou, odkapává chladným parafinovým olejem. Velikost kapek odkapávací látky se nastavuje otvorem v dýze.

Vynález se týká i způsobu výroby amalgamového granulátu citlivého na okysličení s bodem tavení nižším než 200 °C. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se směšují kovové složky, rtuť a kovové složky se slévají v parafinovém oleji, slitina se vede do odkapávacího prostoru, jehož teplota převyšuje bod tavení slitiny, načež slitina odkapává odkapávací dýzou, umístěnou na dně odkapávacího prostoru, do spádové trubky, přičemž jak odkapávací prostor, tak i spádová trubka jsou naplněny parafinovým olejem, rychlost odkapávání se reguluje odváděním parafinového oleje ze spádové trubky do boční trubky, granulát tvrdnutí ve spádové trubce se zachycuje přes ventil, uspořádaný ve spodní části spádové trubky, ve sběrné nádrži, naplněné rovněž parafinovým olejem, po shromáždění dostatečně velkého množství granulátů se odvádění parafinového oleje boční trubkou a tím i odkapávání odkapávací dýzou zastaví, ventil se uzavírá, sběrná nádrž se spouští a na její místo se staví nová nádrž naplněná rovněž parafinovým olejem bez bublin, načež se granulát shromážděný ve sběrné nádrži zbavuje tuku bezvodým prostředkem rozpouštějícím tuk a suší se ve vakuu nebo v ochranném plynu.

Ve srovnání se známými způsoby pracujícími s plynem, spočívá výhoda způsobu používajícího parafinového oleje v tom, že místo několik metrů dlouhé spádové trubky postačí pro výrobu přísad zařízení o délce asi 0,5 m. Odpadají problémy vznikající znečištěním zařízení odpařující se taveninou. Zařízení k provádění způsobu se snadno spouští, popřípadě zastavuje, čímž se umožňuje rychlé přestavení na rozličné materiály a rozměry granulátových zrn. U zvlášť velkých rozměrů zrn lze lépe zajistit přesnost rozměrů než způsobem používajícím plynu.

Jednotlivé fáze způsobu podle vynálezu a zařízení k provedení způsobu jsou dále vysvětleny s odkazem na příložený výkres, jehož jediný obraz značí principiální schéma uspořádání zařízení pro výrobu amalgamového granulátu užívaného jako přísady k výbojkám.

Slitina přísady roztavená předem v parafinovém oleji se zavádí do odkapávacího prostoru 1, naplněného předem parafinovým olejem o zregulované teplotě, z něhož slitina přetéká do odkapávací dýzy 2. Roztavená přísada odkapává účinkem sání, vyvolávaného odkapávací dýzou 2, na hladinu chladného parafinového oleje, jímž je naplněna spádová trubka 3. Rychlost vytváření kapek je možno regulovat rychlostí nasávání odkapávací dýzy 2. Odkapávací dýzu 2 je možno vyměnit bez jakýchkoli zvláštních prostředků v době, kdy odkapávací

prostor 1 není naplněn amalgamem.

Teplota spádové trubky 3, v níž kapky tvrdnou, je buď stejná jako teplota odkapávacího prostoru 1, nebo je nižší. Na rozdíl od ochranných zařízení, vyžadujících několikametrovou délku spádových trubek, je potřebná délka spádové trubky 3 naplněné parafinovým olejem asi 500 mm.

Na spodní části spádové trubky 3 je umístěna nejméně jedna vyměnitelná sběrná nádrž 5, kterou je možno přistavit nebo odstavit bez vyprazdňování parafinového oleje ze zařízení a bez jeho vytékání, čehož se dosahuje magneticky ovládaným ventilem 4.

Vhodnou konstrukcí zařízení, přistavuje-li se sběrná nádrž 5 za normálních okolností, se zabráňuje vnikání vzduchových bublin do spádové trubky 3. V případě, že by se pochybením obsluhy vytvořily vzduchové bubliny, odplavují se tyto bubliny do části zařízení, kde nemohou způsobit nijakou poruchu. V parafinovém oleji padají kapky poměrně malou rychlostí a zachovávají proto při tvrdnutí sférický tvar.

Teplota parafinového oleje při jeho používání dosahuje až asi 200 °C, z čehož vyplývá omezení spočívající v tom, že tímto způsobem nelze vyrábět slitiny s vysokým bodem tavení, například sodíkové amalgamy s 35 až 45 procenty sodíku. Toto omezení se však nijak netýká v současné době běžně konstruovaných výbojek.

Se zrny přísad kuličkového tvaru, vyrobenými ve sběrné nádrži 5, lze bez nebezpečí znehodnocení manipulovat několik hodin. Kdyby bylo třeba zrna přísady uskladnit po delší dobu, je třeba zabránit oxidaci povrchu ochranným plynem.

V důsledku obecně známé citlivosti výbojek na vodík a uhlovodík nelze v žádném případě použít granulátu s olejem na povrchu zrn. Olej je nutno z povrchu zrn benzinem odstranit, aby bylo dosaženo potřebné čistoty.

Níže je způsob podle vynálezu a jeho použití blíže vysvětleno na několika příkladech, jejichž počet však není vyčerpávající.

První příklad

Sodíkový amalgam se vyrábí pro vysokotlakou rtuťovou výbojku. Povrch obvykle prodáváných sodíkokovových tyčinek se v petroleji zbaví seškrábáním vrstvy kysličníku. Ve varném sklu se odváží s miligramovou přesností objem parafinového oleje 100–150 cm³. Čistá tyčinka sodíku se pinzetou ponoří do parafinového oleje, načež se dosažená hmotnost varného skla znovu zváží. Hmotnost vyplývající z váhového rozdílu má být, má-li se vyrobit 20% amalgam, v rozmezí mezi 50 a 70 g. Do jiné odměrky se naváží, rovněž s miligramovou přesností, rtuť, jejíž množství je proti množství sodíku čtyřnásobné. V parafinovém oleji se sodík zahřeje až na bod tavení, načež

se za stálého míchání přidává odvážená rtuť. Roztavenou slitinou, amalgamem se naplní odkapávací prostor 1 a provádějí se kroky uvedené v podstatě způsobu.

Druhý příklad

Vyrábí se indiocínový amalgam pro nízkotlaké plynové výbojky, jimiž jsou osvětlovací trubice. Kovové složky se odvažují na vzduchu v poměru 50 procent india — In, 20 procent cínu — Sn, 30 procent rtuti Hg, jinak se postupuje jako u prvního příkladu.

Třetí příklad

Vyrábí se amalgam pro vysokotlaké céziové keramické výbojky. Postupuje se podle příkladu 1. Složení použitého amalga-

mu je 40 procent cézia — Cs a 60 procent rtuti — Hg.

Čtvrtý příklad

Vyrábí se kovová halogenová výbojka. Postupuje se podle příkladu 1 s tím rozdílem, že amalgamové složky se odvažují na vzduchu v poměru 67,5 procenta vizmutu — Bi, 29,5 procenta india — In, 3 procenta rtuti — Hg.

Pátý příklad

Vyrábí se amalgam pro kovovou halogenovou výbojku. Složení použité slitiny je 45 procent vizmutu — Bi, 30 procent cínu — Sn, 23 procenta olova — Pb a 2 procenta rtuti — Hg.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby amalgamového granulu citlivého na okysličení s bodem tavení nižším než 200 °C, vyznačující se tím, že se směšují kovové složky, rtuť a kovové složky se slévají v parafinovém oleji, slitina se vede do odkapávacího prostoru, jehož teplota převyšuje bod tavení slitiny, načež slitina odkapává odkapávací dýzou, umístěnou na dně odkapávacího prostoru, do spádové trubky, přičemž jak odkapávací prostor, tak i spádová trubka jsou naplněny parafinovým olejem, rychlost odkapávání se reguluje odváděním parafinového oleje ze spádové trubky do boční trubky, granulát tvrdnoucí ve spádové trubce se zachycuje přes ventil, uspořádaný ve spodní části spádové trubky, ve sběrné nádrži, naplněné rovněž parafinovým olejem, po shromáždění dostatečně velkého množství granulátů se odvádění parafinového oleje boční trubkou a tím i odkapávání odkapávací dýzou zastaví, ventil se uzavírá, sběrná nádrž se spouští a na její místo se staví nová nádrž naplněná rovněž parafinovým olejem bez bublin, načež se granulát shromážděný ve sběrné nádrži

zbavuje tuku bezvodým prostředkem rozpouštějícím tuk a suší se ve vakuu nebo v ochranném plynu.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se vyrábí amalgam s 15 až 30% obsahem sodíku, z něhož se vytváří granulát se zrny o hmotnosti od 0,05 až 30 mg.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se vyrábí amalgam s 30 až 99% obsahem sodíku, z něhož se vytváří granulát se zrny o hmotnosti 0,05 až 30 mg.

4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se vyrábí slitina india, cínu a rtuti, z níž se vytváří granulát se zrny o hmotnosti 0,05 až 30 mg.

5. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se vyrábí amalgam z libovolného alkalického kovu a rtuti, z něhož se vytváří granulát se zrny o hmotnosti 0,05 až 30 mg.

6. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se vyrábí amalgam z některého z kovů galium, thalium, olovo, antimon, vizmut nebo ze směsi těchto kovů a rtuti, z něhož se vytváří granulát o hmotnosti zrn 0,05 až 30 mg.

