

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑰ Anmeldenummer: **86117329.2**

⑥① Int. Cl.⁴: **H 01 J 9/395**

⑱ Anmeldetag: **12.12.86**

③① Priorität: **19.12.85 DE 3545073**

⑦① Anmelder: **Patent-Treuhand-Gesellschaft für elektrische Glühlampen mbH, Postfach 22 02 61, D-8000 München 22 (DE)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: **08.07.87**
Patentblatt 87/28

⑧④ Benannte Vertragsstaaten: **DE FR GB IT SE**

⑦② Erfinder: **Schuster, Werner, Dr., Weidenweg 1, D-8088 Eching (DE)**

⑤④ **Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber in eine Entladungslampe.**

⑤⑦ Bei einem Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber in eine Entladungslampe handelt es sich um einen porösen Preßkörper, der in seinen Poren die festgelegte Menge des Dosierstoffes speichert. Der Preßkörper besteht aus einem einzigen oder aus mehreren eine Mischung bzw. eine Legierung bildenden Metallen, wobei das einzige Metall oder die Mischung bzw. Legierung ihrerseits mit Quecksilber keine Legierung bildet, von Quecksilber benetzbar ist und eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweist. Als einziges Metall oder als Hauptbestandteil der Mischung bzw. Legierung eignen sich insbesondere die Elemente der vierten bis achten Nebengruppe des Periodensystems.

EP 0 228 005 A2

Patent-Treuhand-Gesellschaft
für elektrische Glühlampen mbH., München

Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von
flüssigem Quecksilber in eine Entladungslampe

Die Erfindung betrifft ein Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber oder flüssigen Quecksilberlegierungen in eine Entladungslampe.

5

Quecksilber wird für den Betrieb von fast allen Entladungslampen benötigt. Bei Hochdruckentladungslampen wird das Quecksilber in Form von Halogenidverbindungen oder durch direktes Eintropfen über den Pumpstengel in das Entladungsgefäß gebracht. Bei Niederdruckentladungslampen dagegen ist es üblich, neben dem direkten Eintropfen für das Dosieren und Einbringen Behälter aus Glas oder Metall zu verwenden, in die das Quecksilber bzw. die Quecksilberlegierung gefüllt wird. Diese Behälter werden nahe einer Elektrode im Innern des Entladungsgefäßes angebracht und mit Hilfe von induzierter Hochfrequenz oder Laserstrahlen nach dem Verschließen des Gefäßes geöffnet, so daß das Quecksilber austreten kann. Ein Beispiel dafür ist in der DE-OS 30 41 398 aufgeführt.

10
15
20

Aufgrund der hohen Oberflächenspannung ist eine exakte Dosierung von flüssigem Quecksilber, insbesondere in kleinsten Mengen praktisch nicht möglich. Daher wird in den meisten Fällen eine weit höhere Menge in die Lampe eingefüllt, als für den Betrieb benötigt wird. Bei direktem Einbringen des flüssigen Quecksilbers wird somit auch verhindert, daß die Quecksilbertropfen

25

im Pumpstengel hängenbleiben, was dann der Fall ist, wenn die Tröpfchen eine gewisse Mindestgröße unterschreiten.

- 5 Neuerdings ist in der DE-Patentanmeldung 35 34 208.0 auch ein Verfahren vorgeschlagen, bei der ein Strang flüssigen Quecksilbers unter den Erstarrungspunkt abgekühlt wird. Von diesem gefrorenen Strang werden dann Teilstränge der benötigten Länge, d.h. der
- 10 benötigten Quecksilbermenge abgetrennt und in das Entladungsgefäß eingebracht. Dieses Verfahren ermöglicht eine wesentlich genauere Dosierung. Das Verfahren ist jedoch maschinentechnisch sehr aufwendig und, da die entsprechenden Vorrichtungen in die
- 15 Fertigungsmaschinen für die Lampen integriert sein müssen, nur mit großem Aufwand zu realisieren.

- Die Verarbeitung von flüssigem Quecksilber stellt eine große Umwelt- bzw. Arbeitsplatzbelastung dar, da
- 20 Quecksilber einen relativ hohen Dampfdruck besitzt, wobei der Dampf stark toxisch ist. Beim Auftreffen auf harte Unterlagen verspritzt es in winzige Tröpfchen, die nur sehr schwer wieder aufgesammelt werden können.

- 25 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber bzw. flüssigen Quecksilberlegierungen zu schaffen, das eine genaue Dosierung des Quecksilbers und eine einfache Einbringung des Queck-
- 30 silbers in die Lampe ermöglicht. Dabei sollten die physikalischen Eigenschaften des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung, wie z.B. der hohe Dampfdruck, nicht verändert werden.

Das Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber oder flüssigen Quecksilberlegierungen in eine Entladungslampe ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, daß es ein poröser Preßkörper ist, der in seinen Poren die festgelegte Menge des Dosierstoffes speichert und aus einem einzigen Metall besteht, dessen Schmelzpunkt über 250 °C liegt, wobei das Metall des Preßkörpers mit Quecksilber keine Legierung bildet, von Quecksilber benetzbar ist und eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweist. Der Preßkörper kann aber auch aus mindestens zwei eine Mischung bzw. eine Legierung bildenden Metallen bestehen, wobei diese Mischung bzw. Legierung ihrerseits mit Quecksilber keine Legierung bildet, von Quecksilber benetzbar ist und einen Schmelzpunkt hat, der über 250 °C liegt und außerdem das erste Metall mehr als 50 Gew.-% Anteil am Preßkörper besitzt und das zweite bzw. die weiteren Metalle Elemente sind, die die Oxidationsbeständigkeit des ersten Metalls erhöhen.

Ein solcher Preßkörper speichert pro Gewichtseinheit des Metalls eine genau festlegbare Menge des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung, wie weiter unten noch näher ausgeführt wird. Messungen ergaben, daß bei Preßkörpern aus unterschiedlichen Chargen, die jeweils unter den gleichen Verfahrensbedingungen hergestellt wurden, die gespeicherte Quecksilbermenge höchstens um $\pm 10\%$ schwankt. Auf diese Weise läßt sich abhängig vom Gewicht des Preßkörpers jede gewünschte Menge des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung sogar im mg-Bereich erhalten. Der Preßkörper kann sehr einfach in die Entladungslampe eingebracht werden, wobei er weder durch eine Zwischenlagerung noch durch Berührung einen

Speicherverlust erleidet. Bei einer längeren Lagerung muß diese natürlich entweder unter Vakuum oder aber unter Schutzgas erfolgen, da aufgrund des hohen Dampfdrucks das Quecksilber in normaler Atmosphäre
5 wegdampft. Eine Überdosierung des Quecksilbers in der Lampe ist somit nicht mehr erforderlich. Als weiterer Vorteil ist es möglich, den Preßkörper im Pumpstengel zu fixieren, wodurch Leuchtstoffabtragungen, wie sie durch das Eintropfen von flüssigem Quecksilber
10 verursacht werden, ausgeschlossen sind. Durch die Wärme bei der Aufheizung der Elektroden wird sodann das Quecksilber aus dem Preßkörper freigesetzt.

Ein solcher Preßkörper läßt sich herstellen, indem das
15 Quecksilber oder die Quecksilberlegierung in eine oder mehrere Elektrolysegefäße mit jeweils unterschiedlichen Metallsalzlösungen und einer Anode des entsprechenden Metalls gegeben und elektrolytisch mit dem jeweiligen Metall der Salzlösung angereichert wird, so
20 daß eine oder mehrere Quecksilber-Metallsuspensionen gebildet werden. Im Fall, daß es sich um mehrere Quecksilber-Metallsuspensionen handelt, werden diese sodann in bestimmten Verhältnissen gemischt, das entstandene Suspensionsprodukt mit wasserfreiem
25 Glycerin überschichtet und bei mindestens 100 °C getempert. Anschließend wird das Glycerin dekantiert und das Suspensionsprodukt gewaschen und getrocknet. Das nicht gespeicherte Quecksilber bzw. die nicht gespeicherte Quecksilberlegierung wird abgefiltert,
30 der verbleibende Filterkuchen in die Bohrung eines Stahlzylinders gefüllt und das überschüssige Quecksilber bzw. die überschüssige Quecksilberlegierung mit Hilfe eines Stempels unter hohem Druck herausgepreßt. Mit Hilfe des Preßdruckes läßt sich dabei der
35 Quecksilbergehalt des Preßkörpers variieren.

Auf diese Weise entsteht ein spröder Preßling, der sodann pulverisiert wird und aus dem dann Preßkörper der entsprechenden Dimensionen, z.B. in Pillenform, hergestellt werden können.

5

Als erstes bzw. einziges Metall für den Preßkörper eignen sich theoretisch alle Elemente der vierten bis achten Nebengruppe des Periodensystems, sofern sie mit Quecksilber keine Legierung bilden, aber von Quecksilber benetzbar sind. Praktisch kommen jedoch nur solche Metalle in Frage, die nicht toxisch und/oder radioaktiv sind und eine möglichst kostengünstige Herstellung des Preßkörpers ermöglichen. Als geeignet in diesem Sinn erwiesen sich die Metalle Eisen und Nickel, wobei hier ein zweites Metall wie Kupfer benötigt wird, um eine ausreichende Oxidationsbeständigkeit zu erreichen. Auch mit einem Preßkörper aus Eisen, Chrom und evtl. Nickel lassen sich gute Speichereigenschaften erzielen.

20

Für den Fall, daß die Herstellung des Preßkörpers und das Einbringen des Preßkörpers in das Entladungsgefäß unter einer Schutzgasatmosphäre abgewickelt wird, kann auf die Beigabe des bzw. der weiteren Metalle zur Oxidationshemmung verzichtet werden. Untersuchungen an Preßkörpern aus Eisen, denen kein die Oxidation hemmendes Metall beigegeben war, zeigten, daß diese Preßkörper, wenn sie an der Luft gelagert werden (neben dem Verdampfen von Quecksilber), im Laufe der Zeit Quecksilbertropfen abgeben, da mit fortschreitender Oxidation die Benetzbarkeit des Körpers sinkt.

25
30

Besonders gute Ergebnisse bezüglich Quecksilber-

speicherung, Oxidationsbeständigkeit sowie vollständiger Quecksilberabgabe bei Erwärmung im Entladungsgefäß zeigten Preßkörper aus 75 bis 99,5 Gew.-% Eisen und als Rest zu 100 % aus 25 bis 0,5 Gew.-%
5 Kupfer. Auch Preßkörper aus 55 bis 80 Gew.-% Nickel und 45 bis 20 Gew.-% Kupfer speichern das Quecksilber sehr gut und besitzen eine hohe Oxidationsbeständigkeit. Sie haben jedoch den Nachteil, daß sie bei Raumtemperatur ca. die Hälfte des Quecksilbers
10 hartnäckig festhalten und erst oberhalb 80 bis 100 °C wieder freigeben. Im Fall einer Zusammensetzung aus Eisen, Chrom und evtl. Nickel sollte der Preßkörper insbesondere aus 65 bis 75 Gew.-% Eisen, 12 bis 25 Gew.-% Chrom und als Rest zu 100 % aus 23
15 bis 0 Gew.-% Nickel bestehen. Ein solcher Preßkörper besitzt jedoch nicht die hohe Oxidationsbeständigkeit wie die beiden oben erwähnten Preßkörperzusammensetzungen.

Dr.Pr/Mg

Patentansprüche

1. Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber oder flüssigen Quecksilberlegierungen in eine Entladungslampe, dadurch gekennzeichnet, daß das Speicherelement ein poröser Preßkörper ist, der in seinen Poren die festgelegte Menge des Dosierstoffes speichert und aus einem einzigen Metall besteht, dessen Schmelzpunkt über 250 °C liegt, wobei das Metall des Preßkörpers mit Quecksilber keine Legierung bildet, von Quecksilber benetzbar ist und eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweist.

2. Speicherelement zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber oder flüssigen Quecksilberlegierungen in eine Entladungslampe, dadurch gekennzeichnet, daß das Speicherelement ein poröser Preßkörper ist, der in seinen Poren die festgelegte Menge des Dosierstoffes speichert und aus mindestens zwei eine Mischung bzw. eine Legierung bildenden Metallen besteht, wobei diese Mischung bzw. Legierung ihrerseits mit Quecksilber keine Legierung bildet, von Quecksilber benetzbar ist und einen Schmelzpunkt hat, der über 250 °C liegt und außerdem das erste Metall mehr als 50 Gew.-% Anteil am Preßkörper besitzt und das zweite bzw. die weiteren Metalle Elemente sind, die die Oxidationsbeständigkeit des ersten Metalls erhöhen.

3. Speicherelement nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das einzige bzw. das erste Metall ein Element der vierten bis achten Nebengruppe des Periodensystems ist.

4. Speicherelement nach Anspruch 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß das erste Metall Eisen ist.
5. Speicherelement nach Anspruch 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß das erste Metall Nickel ist.
6. Speicherelement nach Anspruch 2, 4 und 5, dadurch gekennzeichnet, daß das zweite Metall Kupfer ist.
- 10 7. Speicherelement nach Anspruch 2, 3 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß die weiteren Metalle Chrom und Nickel sind.
- 15 8. Speicherelement nach Anspruch 4 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßkörper aus 75 bis 99,5 Gew.-% Eisen und als Rest zu 100 % aus 25 bis 0,5 Gew.-% Kupfer besteht.
- 20 9. Speicherelement nach Anspruch 5 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßkörper aus 55 bis 80 Gew.-% Nickel und als Rest zu 100 % aus 45 bis 20 Gew.-% Kupfer besteht.
- 25 10. Speicherelement nach Anspruch 4 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßkörper aus 65 bis 75 Gew.-% Eisen, 12 bis 25 Gew.-% Chrom und als Rest zu 100 % aus 23 bis 0 Gew.-% Nickel besteht.