

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 465 759 A2**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **91101742.4**

51 Int. Cl.⁵: **H05B 3/44**

22 Anmeldetag: **08.02.91**

30 Priorität: **09.07.90 DE 4021798**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.01.92 Patentblatt 92/03

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI LU NL SE

71 Anmelder: **Heraeus Quarzglas GmbH**
Ouarzstrasse Postfach 1554
W-6450 Hanau(DE)

72 Erfinder: **Göbel, Wolfgang**
Salisweg 57
W-6450 Hanau(DE)
Erfinder: **Schmitz, Klaus**
Vor der Kinzigbrücke 29
W-6450 Hanau(DE)
Erfinder: **Wild, Wolfgang**
Burgallee 29
W-6450 Hanau(DE)

74 Vertreter: **Grimm, Ekkehard**
Zentralbereich Patente u. Lizenzen,
Heraeusstrasse 12-14
W-6450 Hanau/Main(DE)

54 **Infrarotstrahler mit geschützter Reflexionsschicht und Verfahren zu seiner Herstellung.**

57 Bei Infrarotstrahlern, deren Heizleiter in einem Hüllrohr aus Quarzglas oder Quarzglas angeordnet ist, können Strahlungsverluste durch eine auf dem Hüllrohr befindliche Reflexionsschicht, zum Beispiel aus Gold, vermindert werden. Um die thermische Beständigkeit der Reflexionsschicht zu verbessern, wird ein Schutzüberzug aus Zirkonium-, Silicium- und/oder Zinndioxid vorgeschlagen. Der Schutzüberzug läßt sich unter Verwendung von thermisch zersetzbaren organischen Zirkonium-, Silicium- und/oder Zinnverbindungen herstellen.

EP 0 465 759 A2

Die Erfindung betrifft einen Infrarotstrahler mit in einem Hüllrohr aus Quarzglas oder Quarzglas angeordnetem Heizleiter und einer auf der Rückseite des Hüllrohres aufgebracht metallischen Reflexionsschicht und ein Verfahren zu seiner Herstellung.

Infrarotstrahler, deren Heizleiter von einem Hüllrohr aus Quarzglas oder Quarzglas umgeben ist, sind zum Beispiel aus den deutschen Patentschriften 1 540 818 und 38 41 448 bekannt. Um seitliche und rückseitige Strahlungsverluste zu vermindern, kann das Hüllrohr auf seiner Rückseite mit einer Reflexionsschicht aus Metall, zum Beispiel Aluminium oder Gold, versehen sein. Infrarotstrahler dieser Art werden auch in den Prospekten der Heraeus Quarzschmelze GmbH "Kurzwellige Infrarotstrahler aus Hanauer Quarzglas" (PIR-B 20) und "Mittelwellige Zwillingsrohr-Infrarotstrahler" (PIR-B 10) beschrieben.

Es hat sich gezeigt, daß die metallischen Reflexionsschichten bei thermisch sehr stark belasteten Infrarotstrahlern nicht ausreichend beständig sind und allmählich zerstört werden.

Eine Möglichkeit, die Zerstörung der Reflexionsschicht eines Infrarotstrahlers zu vermeiden, ist aus der deutschen Patentschrift 26 37 338 bekannt. Der Infrarotstrahler besitzt zusätzlich zu dem den Heizleiter umgebenden Hüllrohr aus Quarzglas oder Quarzglas ein von einem Kühlmittel durchströmtes Kühlrohr. Die Reflexionsschicht befindet sich auf dem Kühlrohr und ist so vor Zerstörung durch Abdampfen geschützt.

Es ist die Aufgabe der Erfindung, einen Infrarotstrahler der eingangs charakterisierten Art zu finden, dessen Reflexionsschicht, ohne daß es eines zusätzlichen Kühlrohres oder anderer aufwendiger konstruktiver Maßnahmen bedarf, gegenüber thermischer Beanspruchung beständiger ist. Außerdem soll ein einfach auszuführendes Verfahren zur Herstellung eines solchen Infrarotstrahlers zur Verfügung gestellt werden.

Der die Lösung der Aufgabe darstellende Infrarotstrahler ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, daß die Reflexionsschicht mit einem Schutzüberzug aus Zirkoniumdioxid, Siliciumdioxid, Zinndioxid oder einem Gemisch aus mindestens zwei dieser Oxide versehen ist.

Bewährt hat sich der Infrarotstrahler, wenn die Dicke des Schutzüberzuges 0,05 - 3 Mikrometer beträgt. Bevorzugt wird der Schutzüberzug mit einer Dicke von 0,1 - 0,3 Mikrometer.

Der Schutzüberzug kann ebensogut wie aus den einzelnen Oxiden - Zirkonium-, Silicium- bzw. Zinndioxid - auch aus einem Gemisch aus zwei oder allen drei dieser Oxide bestehen. Bildet ein Oxid-Gemisch den Schutzüberzug, so kann die Menge der einzelnen Oxide darin beliebig gewählt werden.

Der Schutzüberzug aus Zirkoniumdioxid hat sich besonders bewährt, da er nicht nur die thermische Beständigkeit der Reflexionsschicht erhöht, sondern noch weitere vorteilhafte Eigenschaften, wie zum Beispiel eine sehr gute Haftfestigkeit, besitzt.

Der Schutzüberzug eignet sich für alle auf dem Hüllrohr von Infrarotstrahlern aufgebracht metallischen Reflexionsschichten. Besonders bewährt hat er sich auf aus Gold, Palladium, Platin, Gold/Palladium oder Gold/Platin bestehenden Reflexionsschichten.

Überraschenderweise ist bei einer Betriebsdauer der Infrarotstrahler von mehr als 1000 Stunden die Reflektorwirkung der mit dem Schutzüberzug gemäß der Erfindung versehenen Reflexionsschichten deutlich besser als die der Reflexionsschichten ohne Schutzüberzug. Die ungeschützten Reflexionsschichten sind teilweise zerstört, und das noch vorhandene Metall liegt nicht mehr in Form einer zusammenhängenden Schicht vor.

Der Infrarotstrahler gemäß der Erfindung kann mit Vorteil auch zur Trocknung lösungsmittelhaltiger Güter eingesetzt werden, da seine Reflexionsschicht durch den Überzug auch gegenüber Lösungsmitteldämpfen geschützt ist. Gleichzeitig ist auch die mechanische Widerstandsfähigkeit verbessert, so daß die Reflexionsschicht beim Handhaben des Strahlers nicht so leicht beschädigt wird.

Das Verfahren zur Herstellung des auf dem Hüllrohr mit einer geschützten Reflexionsschicht versehenen Infrarotstrahlers gemäß der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß auf die Reflexionsschicht eine thermisch zersetzbare organische Zirkonium-, Silicium- oder Zinnverbindung oder ein Gemisch aus mindestens zwei dieser Verbindungen aufgetragen und bei 600 - 950° C eingebrannt wird.

Vorzugsweise werden das Auftragen und Einbrennen einmal oder mehrmals wiederholt, weil dadurch die Dichtigkeit des Schutzüberzuges und damit die thermische Beständigkeit der metallischen Reflexionsschicht erhöht werden kann.

Geeignete thermisch zersetzbare organische Zirkonium-, Silicium- und Zinnverbindungen, die beim Einbrennen in das entsprechende Oxid umgewandelt werden, sind beispielsweise Alkoholate, Komplexe mit aliphatischen Diketonen, wie Acetylaceton, Resinate und Salze aliphatischer und aromatischer Carbonsäuren. Bevorzugt werden die Resinate und Salze der Octansäure und als Siliciumverbindungen außerdem Siliconharze.

Vorzugsweise werden die thermisch zersetzbaren organischen Zirkonium-, Silicium- und Zinnverbindungen zusammen mit einem beim Einbrennen restlos verbrennenden oder verdampfenden organischen Träger, in dem die Verbindungen löslich

sind, eingesetzt.

Der organische Träger ist an sich bekannt und besteht aus organischen Lösungsmitteln, ätherischen Ölen, Harzen und dergleichen. Beispiele dafür sind Methyläthylketon, Cyclohexanon, Äthylacetat, Amylacetat, Cellosolve (Äthylenglykoläther), Butanol, Nitrobenzol, Toluol, Xylol, Petroläther, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, verschiedene Terpene, wie Pinen, Dipenten, Dipentenoxid und dergleichen, ätherische Öle, wie Lavendelöl, Rosmarinöl, Anisöl, Sassafrasöl, Wintergrünöl, Fenchelöl und Terpentinöl, assyrischer Asphalt, verschiedene Kiefernharze und Balsame sowie Kunstharze und Gemische daraus (siehe deutsche Patentschrift 12 86 866).

Die Lösungen aus organischem Träger und Zirkonium-, Silicium- und/oder Zinnverbindungen werden zum Beispiel durch Aufdrucken, Aufwalzen, Aufspritzen, Aufstreichen mit dem Pinsel oder Beschichten mit einem Schwamm auf die Reflexionsschicht aufgetragen.

Mit dem zur Verfügung gestellten Verfahren läßt sich ein Infrarotstrahler mit geschützter metallischer Reflexionsschicht gemäß der Erfindung auf einfache Weise und ohne großen apparativen Aufwand herstellen. Da die bei dem Verfahren eingesetzten Zirkonium-, Silicium- und Zinnverbindungen und der organische Träger während des Einbrennens nicht mit dem Metall der Reflexionsschicht reagieren, werden die für die Reflektorwirkung wichtigen Eigenschaften des Metalls durch das Aufbringen des Schutzüberzuges nicht beeinträchtigt. Die durch das Einbrennen erhaltenen Schutzüberzüge sind gleichmäßig dicht und dick und haften gut auf der Reflexionsschicht.

Zur näheren Erläuterung werden im folgenden drei Beispiele für die Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens anhand der Herstellung von mit einer geschützten Reflexionsschicht versehenen Probekörpern (Hüllrohrabschnitte) und die Bestimmung der thermischen Beständigkeit dieser Probekörper und von Infrarotstrahlern gemäß der Erfindung beschrieben.

Beispiel 1

Auf die Goldschicht eines außen halbseitig vergoldeten Hüllrohrabschnitts aus Quarzglas wird eine Lösung aus 70,6 g Zirkoniumoctanoat-Lösung in Testbenzin, 8,5% Zr, und 29,4 g Terpentinöl mit dem Pinsel aufgestrichen und bei 800° C 15 Minuten lang eingebrannt. Die Dicke des so erzeugten Schutzüberzuges beträgt etwa 0,15 Mikrometer.

Beispiel 2

Auf die Goldschicht eines außen halbseitig vergoldeten Hüllrohrabschnitts aus Quarzglas wird eine 6 % Si enthaltende Lösung aus 26,0 g Siliconharz, 23 % Si, und 74 g Pineöl aufgespritzt und bei 800° C 15 Minuten lang eingebrannt. Die Dicke des so erzeugten Schutzüberzuges beträgt etwa 0,1 Mikrometer.

10 Beispiel 3

Auf die Goldschicht eines außen halbseitig vergoldeten Hüllrohrabschnitts aus Quarzglas wird eine Lösung aus 14,8 g Zinnoctanoat, 27 % Sn, 12,0 g Dammarharz und 70,2 g Pineöl mit dem Pinsel aufgestrichen und bei 800° C 15 Minuten lang eingebrannt. Die Dicke des so erzeugten Schutzüberzuges beträgt etwa 0,1 Mikrometer.

Thermische Beständigkeit

Zur Prüfung der thermischen Beständigkeit werden die mit einem Schutzüberzug versehenen teilvergoldeten Hüllrohrabschnitte gemäß den Beispielen und - zum Vergleich dazu - entsprechend teilvergoldete, jedoch keinen Schutzüberzug aufweisende Hüllrohrabschnitte 4 Stunden lang einer Temperatur von 1000° C ausgesetzt und anschließend visuell geprüft. Die mit dem Schutzüberzug gemäß der Erfindung versehenen Hüllrohrabschnitte zeigen eine geschlossenerere und dichtere Goldschicht als die Hüllrohrabschnitte ohne Schutzüberzug.

Auf der Rückseite eine Reflexionsschicht aus Gold aufweisende kurzwellige Infrarotstrahler und mittelwellige Zwillingsrohr-Infrarotstrahler aus Hanauer Quarzglas werden, wie in den Beispielen beschrieben, mit einem Schutzüberzug aus Zirkoniumdioxid, Siliciumdioxid bzw. Zinndioxid versehen. Diese erfindungsgemäßen Infrarotstrahler und - zum Vergleich dazu - entsprechend aufgebaute, jedoch mit keinem Schutzüberzug versehene Infrarotstrahler werden 1000° Stunden lang betrieben und anschließend visuell geprüft. Die mit dem Schutzüberzug versehenen Infrarotstrahler zeigen geschlossenerere und dichtere Gold-Reflexionsschichten als die ohne Schutzüberzug.

Patentansprüche

1. Infrarotstrahler mit in einem Hüllrohr aus Quarzglas oder Quarzglas angeordnetem Heizleiter und einer auf der Rückseite des Hüllrohres aufgebracht metallischen Reflexionsschicht, dadurch gekennzeichnet, daß die Re-

flexionsschicht mit einem Schutzüberzug aus Zirkoniumdioxid, Siliciumdioxid, Zinndioxid oder einem Gemisch aus mindestens zwei dieser Oxide versehen ist.

- | | |
|---|----------------|
| | 5 |
| 2. Infrarotstrahler nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke des Schutzüberzuges 0,05 - 3 Mikrometer beträgt. | |
| 3. Infrarotstrahler nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke des Schutzüberzuges 0,1 - 0,3 Mikrometer beträgt. | 10 |
| 4. Infrarotstrahler nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Reflexionsschicht aus Gold, Palladium, Platin, einer Gold-Palladium-Legierung oder einer Gold-Platin-Legierung besteht. | 15 |
| 5. Infrarotstrahler nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Schutzüberzug aus Zirkoniumdioxid besteht. | 20 |
| 6. Verfahren zur Herstellung eines Infrarotstrahlers mit in einem Hüllrohr aus Quarzglas oder Quarzglas angeordnetem Heizleiter und einer auf der Rückseite des Hüllrohres aufgetragenen metallischen Reflexionsschicht nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß auf die Reflexionsschicht eine thermisch zersetzbare organische Zirkonium-, Silicium- oder Zinnverbindung oder ein Gemisch aus mindestens zwei dieser Verbindungen aufgetragen und bei 600 - 950 °C eingebrannt wird. | 25
30
35 |
| 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Auftragen und Einbrennen einmal oder mehrmals wiederholt werden. | 40 |
| 8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Zirkonium-, Silicium- oder Zinnverbindung oder das Gemisch aus mindestens zwei dieser Verbindungen in einem organischen Träger gelöst ist. | 45 |
| 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß Zirkonium-, Silicium- und/oder Zinnresinat aufgetragen wird. | 50 |
| 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß Zirkonium-, Silicium- und/oder Zinnoctanoat aufgetragen wird. | 55 |