

1 83741



18 M

18 MAY. 1948

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

En nombre de WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 700, Braddock Avenue, East Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

" UN PROCEDIMIENTO DE PRODUCIR UN FOSFORO ?.-

-----  
Este invento se refiere a fósforos y métodos de prepararlo y mas especialmente tiene por objeto principal la producción de un fósforo que tiene gran respuesta en la región eritémica del espectro.

5

Con este objeto a la vista el invento consiste principalmente en un procedimiento de producir un fósforo,



183741

especialmente para lámparas fluorescentes que tienen alta salida eritémica y solo una salida muy pequeña de radiaciones visibles, método que comprende añadir a los ingredientes de dicho fósforo un pequeño porcentaje de una impureza del grupo compuesto de fosfato de cinc terciario, fosfato de magnesio terciario, sulfato de cinc y sulfato de magnesio.

Un fósforo preferido según el invento, comprende una solución sólida de los fosfatos de cinc, calcio, y talio, que tiene su pico de emisión a unas 3110 U.A. (unidades Angstrom).

Se describirán ahora por vía de ejemplo y con referencia al dibujo adjunto varias realizaciones preferidas del invento.

La figura 1 es una vista en alzado con parte en corte longitudinal de una lámpara fluorescente que incorpora el invento.

La figura 2 es un diagrama que muestra la relación entre la respuesta fluorescente de un fósforo que incorpora el invento, al fósforo previamente usado al efecto, y el espectro eritémico, con la longitud de onda en unidades Angstrom, como abscisa y la intensidad relativa como ordenada.

La figura 3 es un diagrama de paso que ilustra una realización del método de hacer el nuevo fósforo.

La figura 4 es un diagrama de paso que representa otra incorporación de dicho método.



183741

El fósforo que an-tes se usaba en general para producir radiaciones eritémicas es fosforo de cálcio acti- vado con talio. El espectro de emisión de este fósforo tiene un pico de unas 3280 U.A.(unidades Angstrom) y su  
5 curva se designa con el número 11 en la figura 2. La efi- ciencia de este fósforo es baja, porque solo una pequeña porción de la fluorescencia emitida cae dentro de la re- gión eritémica aceptada. Según el invento, se produce un nuevo fódforo cuya curva de formación de emisión se repre-  
10 senta por el número 12 en la figura 2 donde el pico de emi- sión está a unas 3110 U/ A. De este modo, se obtiene como dos veces la respuesta eritémica del nuevo fósforo en rela- ción con el fosfato cálcico activo por talio.

Al preparar el nuevo fósforo se produce una solu-  
15 ción sólida de fosfatos de cinc y de calcio activados con talio. El cinc puede tener la forma de su óxido, su car- bonato o su fosfato. El calcio reacciona mejor cuando es- tá en la forma de óxido o carbonato, pero pueden usarse otras sales cálcicas puras. El radical fosfato, se sumi-  
20 nistra mejor por la combinación de fosfato ácido diamónico, pero otras sales como el fosfato ácido cálcico han resul- tado tambien de posible empleo. A continuación se dán dos procedimientos para usar una fórmula dada abajo para pro- ducir un buen fósforo.



18 MAR. 1953

183741

FÓRMULA I

	<u>Componentes</u>	<u>Moles</u>
	Zng ( PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	0.337.
	CaCO <sub>3</sub>	14.510.
5	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> H PO <sub>4</sub>	9.670.
	TI <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	.166.

Al producir el fósforo de la fórmula anterior, los tres primeros ingredientes se trituran finamente y se mezclan a fondo durante dos horas, con preferencia en molino de bolas, y luego se calientan a 300° C. Es mejor volver a molear la masa caliente y pasarla por un tamiz de 10 100 mallas (1550 aberturas por cm<sup>2</sup>) antes de calentarla por segunda vez a 300° C. El ortofosfato de talio se añade preferiblemente al fosfato de calcio y cinc finamente pulverizado así producido, y se mezcla a fondo, con preferencia en un mortero de ágata. Luego la temperatura de calentamiento se eleva con preferencia a 950° C, y la muestra se calienta durante media hora. Luego con preferencia el fósforo se vuelve a moler, se tamiza y se vuelve a calentar durante 20 minutos. Después el proceso de calentar y tamizar se repite con preferencia por lo menos dos veces, o hasta que se obtenga el máximo rendimiento.

En vez de seguir el procedimiento anterior que se representa por el diagrama de paso de la figura 3, todos los ingredientes pueden triturarse finamente juntos y mezclarse a fondo, por ejemplo en un molino de bolas, con un exceso de .95 mol. de fosfato amónico. El calentamiento



183741

de los ingredientes se hace con preferencia a unos 950º C. durante media hora, y luego la mezcla se tritura y tamiza. El proceso de calentamiento y trituración se continua a intervalos de 15 minutos hasta que se obtiene el rendimiento óptimo o más alto. Este procedimiento alternativo se representa en el diagrama de paso de la figura 4. La figura 1 representa una lámpara fluorescente que emplea un fósforo según el invento.

En vez de representar los ingredientes en proporciones molares, se puede preparar una tanda del 8% del fósforo de fosfato de calcio y cinc terciario, aproximadamente como arriba se dice, cuyo peso total sea de unos 500 g, después del calentamiento, mezclando ingredientes en las siguientes proporciones:

15

F O R M U L A II

<u>Ingredientes</u>	<u>gramos</u>
$Zn_3(PO_4)_2$ (10% $H_2O$ )	58
$CaCO_3$	580
$(NH_4)_2 HPO_4$	510.g

20

Los ingredientes anteriores deben triturarse en el molino de bolas o finamente de otro modo y mezclarse a fondo durante unas dos horas, y calentarse a 300º C. en una bandeja de sílice de poco fondo, por ejemplo aproximadamente de 12.5 x 35 x 3.8 cm. Luego el material puede molerse en el molino de bolas durante media hora, calentarse de nuevo a 300º C. durante una hora, y luego volverse a molar durante una hora con una mezcla de 50.18% de sulfato de

25



183741

tadio,  $\text{TiSO}_4$ , o la correspondiente proporción molar de ortofosfato de talio. Luego la mezcla puede calentarse a 960° C. durante unos 45 minutos, y volverse a calentar varias veces a intervalos de 15 minutos con preferencia con trituración en-tre los intervalos de calentamiento.

Aunque se ha especificado una proporción preferida de fosfato de cinc terciario u ortofosfato de cinc como de un 8 %, no se limita a esto el invento, porque puede obtenerse una desviación deseable hacia las longitudes de onda mas cortas añadiendo variables proporciones de dicho fosfato a los otros ingredientes. Las proporciones pueden variar por ejemplo entre el 4 % y 12 %, dando un campo de cambio de la longitud de onda desde un pico a unos 3155 U.A. para la adición de 4 % de fosfato de cinc terciario, a un pico de unas 3040 U.A. para la adición como de un 12% de fosfato de cinc terciario. Aunque éstos solo parece mostrar que es deseable tener una proporción de fosfato de cinc terciario mayor de 8 % a causa del mayor cambio de longitud de onda para proporciones de hasta por lo menos 12 % se ha descubierto que la intensidad de las radiaciones engendradas por el fósforo disminuye cuando la proporción del fosfato de cinc terciario aumenta sobre 8 %.

Aunque el fosfato de cinc terciario es un ingrediente preferido para determinar un cambio hacia las longitudes de ondas mas cortas para obtener así mayor eficiencia en la generación de radiaciones eritémicas, el



18 MAR 1948

183741

invento no se limita a éste material porque un cambio similar hacia las longitudes de ondas mas cortas puede obtenerse por la adición de una o mas impurezas. Se ha comprobado que, como alternativas al fosfato de cinc terciario para desviar el espectro de emisión hacia las longitudes de onda mas cortas puede usarse uno de los siguientes materiales: fosfato magnésico terciario, sulfato de cinc o sulfato magnésico. Si se emplea sulfato de magnésio se ha comprobado que la cantidad óptima parece ser como de un 8 %, con lo cual el pico de emisión cambia a 3190 U.A.. El Uso de sulfato de cinc y sulfato magnésico, aunque eficaz en el cambio de la longitud de onda, no es recomendable por la disminución de la eficiencia si se usan dichos materiales.

Se verá por lo anterior que el invento ofrece un fósforo mejorado en el cual el espectro de emisión se cambia en tal medida hacia las longitudes de onda mas cortas que es mas eficiente para la producción de eritema. El pico de emisión está próximo al del espectro eritémico por ejemplo a unas 3110 U.A; con lo cual tiene mas del doble de la respuesta eritémica del fósforo de fosfato cálcico activado con talio. Además, el nuevo fósforoconstituye una solución sólida activada por talio de fosfatos de cinc y calcio, lo cual es especialmente util para la producción de radiaciones eritémicas. La adición de un ingrediente al fosfato cálcico activado por talio cambiará el pico de la emisión unas 200 U.A., hacia las lon-



183741

gitudes de ondas mas cortas aumentando así su eficiencia para producir radiaciones eritémicas.

Las lámparas hechas con el nuevo fósforo tienen mejor conservación y producen solo una proporción muy pequeña de radiación visible y como unas dos veces y media el rendimiento en la región eritémica que las lámparas hechas con el fósforo ordinario del fosfato calcico y talio. Este significa que una lámpara fluorescente de 40 vatios con el nuevo fósforo, siendo la bombilla de la lámpara de un vidrio calizo tal como Corning Code número 9821 por ejemplo, que transmite las radiaciones eritémicas, produce unas 40 veces el efecto eritémico por vatio mas que la llamada lámpara de sol RS con lastre de filamento, fabricada por la Westinghouse Electric Corporation.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 21 de Junio de 1.947, bajo el número 756.242, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estauto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente Patente de Invención por VEINTE años en España son los siguientes:



183741

1.- Un procedimiento de producir un fósforo, particularmente para lámparas fluorescentes de alto rendimiento en la región eritémica y solo de pequeña salida de radiaciones visibles, que comprende añadir a los ingredientes de dicho fósforo un pequeño porcentaje de una impureza del grupo formado por el fosfato de cinc terciario, el fosfato de magnesio terciario, el sulfato de cinc y el sulfato de magnesio.

2.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1 que comprende añadir como un 8 % de fosfato de cinc terciario.

3.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1 o 2, que comprende moler juntos fosfato de cinc terciario, carbonato cálcico y fosfato ácido diamónico, calentar a 3000 C, volver a moler la masa calentada y pasarla por un tamiz, calentar por segunda vez a 3000 C., añadir fosfato de talio terciario, mezclar a fondo, aumentar la temperatura de calentamiento a 9500 C., calentar durante media hora, volver a moler, tamizar, calentar durante 20 minutos, moler de nuevo, tamizar, volver a calentar y a tamizar, y continuar hasta que se obtiene el máximo rendimiento.

4.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, caracterizado por el uso de los siguientes materiales brutos: fosfato de cinc terciario, 0.337 moles; carbonato cálcico 14,51 moles; fosfato ácido diamónico 9.67 moles; y fosfato tálico terciario 0.116 moles.



183741

5.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1 o 2, que comprende moler juntos fosfato de cinc terciario, carbonato cálcico, fosfato de talio terciario y como un 10 % de exceso de fosfato amónico, calentar a 950<sup>o</sup> C., durante una media hora, triturar, tamizar, calentar, triturar y tamizar y continuar el calentamiento y la trituración a intervalos de 15 minutos hasta hasta que se obtiene el rendimiento máximo.

6.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 5, caracterizado por el uso de las siguientes primeras materias como componentes:

0,337 moles de fosfato de cinc terciario, 14,51 moles de carbonato cálcico, 10.62 moles de fosfato diamónico, y 0.166 moles de fosfato de talio.

7.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1 o 2, que comprende moles juntos fosfato de cinc terciario, carbonato de calcio y fosfato ácido diamónico, calentar a unos 300<sup>o</sup> C., triturar durante una media hora, volver a calentar a 300<sup>o</sup> C., durante una hora y triturar durante una hora con una mezcla de sulfato de talio, calentar la mezcla a 950<sup>o</sup> C., durante tres cuartos de hora, y volver a calentar un número de veces a intervalos de 15 minutos hasta que se obtiene el máximo rendimiento.

8.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 7, caracterizado por el uso de las siguientes proporciones de las primeras materias; fosfato de cinc ter-



18

CLAVE DE LAS INSCRIPCIONES DE LOS DIBUJOS.-

1 83741

- 1.- Vidrio a la cal, nº 9.821.-
- 2.- Espectro eritémico.-
- 3.- Nuevo fósforo.-
4. Fósforo antiguo.-
- 5.- (Ordenadas) Intensidad relativa.-
- 6.- (Abscisas) Longitud de onda en unidades Ångstrom.-
- 7.- Molienda en molino de bolas de  $Zn_3 (PO_4)_2 + CaCO_3 + (NH_4)_2 HPO_4$
- 8.- Combustión a 3000 C.-
- 9.- Nueva trituración y paso por un tamiz de cien mallas.-
- 10.- Combustión a 3000 C.-
- 11.- Mezcla a fondo en un mortero de ágata.-
- 12.- Combustión a 9500 C.-
- 13.- Repítase para el máximo rendimiento.-
- 14.- Repítase para el máximo rendimiento.-
- 15.- Nueva trituración y paso por el tamiz.-
- 16.- Nueva combustión.-
- 17.- Nueva trituración y paso por el tamiz.-
- 18.- Nueva combustión.-
- 19.- Nueva trituración y paso por el tamiz.-
- 20.- Molienda en molino de bolas de  $Zn_3 (PO_4)_2 + CaCO_3 + (NH_4)_2 HPO_4$   
+  $Tl_3 PO_4$  + 0.95 moles de exceso de  $(NH_4)_2 HPO_4$ .-
- 21.- Nueva combustión a 9500 C.-
- 22.- Nueva trituración y paso por el tamiz.-
- 23.- Nueva combustión a 9500 C.-
- 24.- Nueva trituración y paso por el tamiz.-



183741

ciario con 10% de agua 58 gramos; carbonato cálcico 580 gramos; fosfato ácido diamónico 510.10.g gramos, y sulfato de talio, 50.18 gramos.

5 9.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores en el cual la operación de trituración se realiza en molino de bolas y para tamizar se utiliza un tamiz de 100 mallas ( 1550 aberturas por  $cm^2$  ).

10 10.- El procedimiento de producir fósforos para lámparas fluorescentes virtualmente como arriba se describe con referencia a los dibujos adjuntos.

15 11.- Un procedimiento de producir un fósforo. Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, ilustrado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid. 18 MAY. 1948  
P. A.  
Alberto de Ezaburo  
Eduardo Roder

**MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

RII-756

Fig. 1. 183741

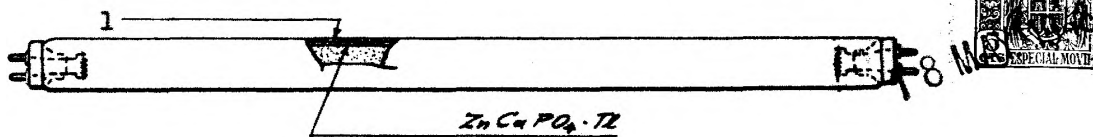


Fig. 2.

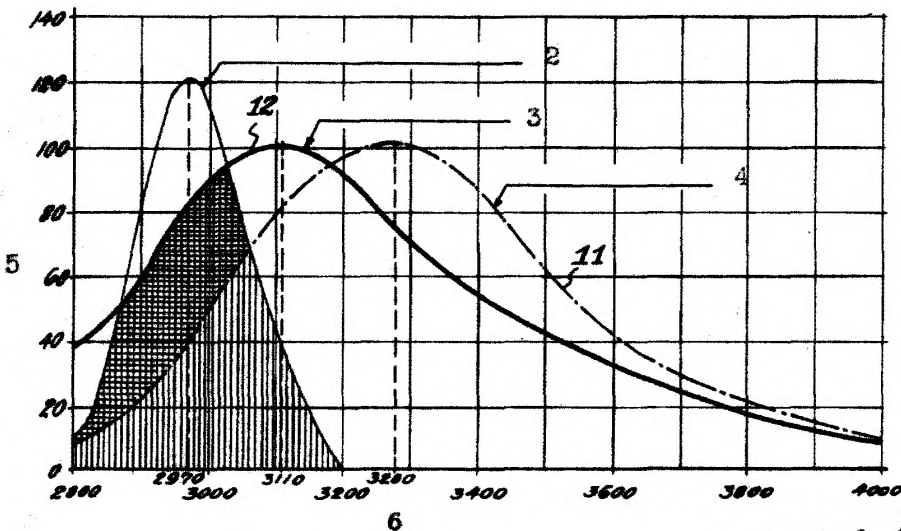
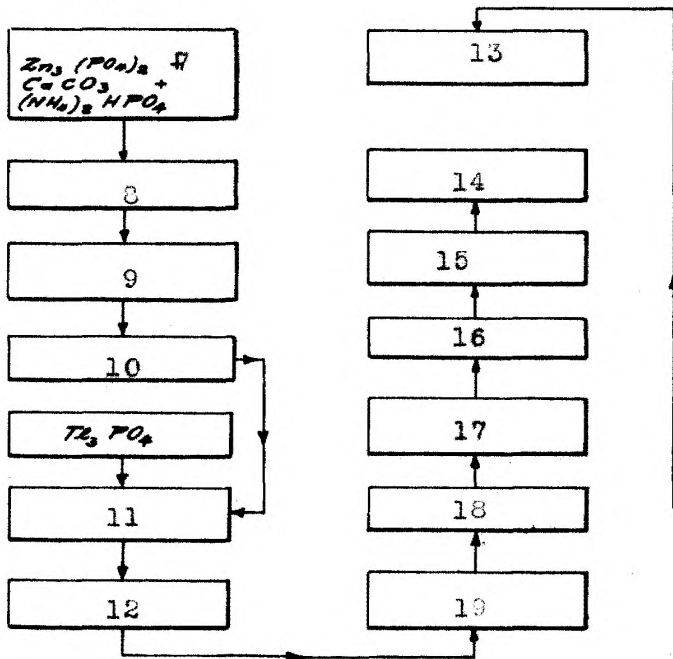
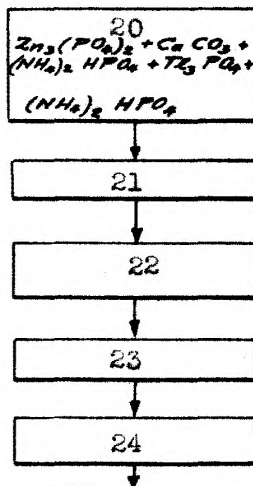


Fig. 3.



183741  
Fig. 4.



P. A.

Alberto de Eizaburu  
Por Poder